



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

**MEJORAMIENTO DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE GELES DE PARTÍCULAS
PREFORMADAS PARA SU TRANSPORTE EN MEDIOS POROSOS**

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

INGENIERA QUÍMICA

PRESENTA:

GABRIELLA STEPHANIE GARFIAS SALAZAR



CDMX

2023



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE: Profesor: Dr. Eduardo Vivaldo Lima
VOCAL: Profesor: Dr. Simón López Ramírez
SECRETARIO: Profesor: Dr. Francisco Javier Garfias Vásquez
1er. SUPLENTE: Profesor: Dra. Aida Gutiérrez Alejandre
2° SUPLENTE: Profesor: Dr. José Norberto Farfán García

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

Unidad de Servicios para la Industria Petrolera (USIP). Laboratorios 114-116.
Edificio F, Facultad de Química, UNAM.

ASESOR DEL TEMA:

Dr. Simón López Ramírez _____

SUPERVISOR TÉCNICO:

I.Q. Fernando Silverio Santos _____

SUSTENTANTE:

Gabriella Stephanie Garfias Salazar _____

Agradecimientos personales

Le agradezco a Dios por acompañarme y guiarme a lo largo de mi carrera, por ser mi fortaleza en momentos de debilidad y brindarme una vida llena de aprendizajes, experiencias y sobre todo felicidad.

A mis padres Gabriela y Javier quienes se aseguraron de que recibiera una excelente educación desde que era pequeña. Gracias por todo el tiempo que me han dedicado, su paciencia, sus consejos, enseñanzas y sobre todo su apoyo en cumplir mis objetivos. Por motivarme a superarme cada día más y lograr mis metas. Este trabajo también es suyo, no hubiera logrado llegar hasta donde estoy sin su apoyo incondicional. No me va a alcanzar la vida para agradecerles todo lo que han hecho por mí. Muchas gracias por todo, los amo.

A mi hermana Karen por ser parte importante en mi vida, por escucharme cuando más lo necesitaba, por sus consejos, su apoyo en todo momento y hacerme reír cuando más lo necesitaba. Gracias por todo Karencita, eres una hermana increíble. Te quiero mucho.

A mis abuelos Carmen, Gonzalo, Margarita y Javier. Gracias por sus enseñanzas, por haberme heredado la pasión por la ciencia y el amor que me brindaron desde pequeña. Aunque no pude pasar mucho tiempo con algunos de ustedes, siempre los llevaré en mi corazón. Este trabajo también es para ustedes.

A mi familia que siempre me ha demostrado su apoyo, sobre todo durante la carrera, y por ser parte importante en mi desarrollo tanto personal como profesional.

A mis amigas de toda la vida: Nicole, Gabriela y Olivia. Gracias por 18 años de amistad, por su apoyo, por verme crecer en cada etapa de mi vida y estar orgullosas de mí en todos mis logros. Por todas las veces que nos hemos hecho reír, todas las comidas, los cafés y festejos. Gracias por todas las conversaciones, los consejos, por ser mis confidentes y acompañarme tanto en los buenos momentos de mi vida como en los malos. Gracias por todo. Las quiero mucho y espero que esta amistad sea para toda la vida.

A Cristian y Álvaro por ser mis amigos durante toda la carrera. Gracias por escucharme cuando más lo necesitaba, sobre todo cuando la carga de trabajo era demasiada para mí y me ayudaban a sentirme mejor. Por todos los buenos momentos que pasamos juntos, por escucharme, las pláticas, las comidas, los cafés, las tardes de juegos, los trabajos en equipo y las sesiones de estudio. Gracias por enseñarme lo que es una verdadera amistad y apoyarme en todo momento. Los quiero mucho amigos, espero que esta amistad sea para toda la vida.

A todos los amigos que hice en la UNAM durante mi estadía ahí. Gracias por todos los momentos que pasamos juntos y toda la ayuda que me ofrecieron durante la carrera. Les deseo lo mejor hoy y siempre.

Agradecimientos

A la Universidad Nacional Autónoma de México por formarme académicamente, brindarme la oportunidad de crecer tanto personal como profesionalmente y por todas las experiencias vividas durante todos estos años.

A la Facultad de Química por permitirme el uso de sus instalaciones tanto durante la carrera como en la elaboración de este trabajo y a sus profesores por su dedicación en mi educación profesional.

Al proyecto CONACYT No. 0185183 *“Proceso de recuperación mejorada con la tecnología de inyección de químicos (ASP) con aplicación mediante prueba piloto en el campo Poza Rica”* y al Subprograma 127 *“Formación Básica en Investigación”* de la Facultad de Química de la UNAM por el apoyo otorgado para el desarrollo de este trabajo.

A la Unidad de Servicios para la Industria Petrolera (USIP) y su equipo de trabajo por brindarme las herramientas necesarias y apoyarme en todo momento al realizar este trabajo.

Al Dr. Simón López Ramírez por brindarme su apoyo, guía y tiempo dedicado al realizar este trabajo. Por sus observaciones, correcciones y enseñanzas que me permitieron mejorar en mi desarrollo profesional.

Al H. Jurado por sus observaciones y aportaciones en la revisión de este trabajo: Dr. Eduardo Vivaldo Lima, Dr. Simón López Ramírez, Dr. Francisco Javier Garfias Vásquez, Dra. Aida Gutiérrez Alejandre y al Dr. José Norberto Farfán García.

A mi supervisor técnico I.Q. Fernando Silverio Santos por su apoyo, dedicación, revisión, tiempo y conocimientos que me permitieron realizar este trabajo. Muchas gracias por toda la ayuda que me brindaste durante todos estos años Fer, lo logramos.

Al I.Q. Luis Antonio Cervantes Montejano por su apoyo, revisión, tiempo, asesoría y guía para la realización de este trabajo. Gracias, Luis, por haber sido una persona sumamente amable y paciente conmigo cuando estaba empezando mi trayecto en la USIP y hasta el último día que estuve ahí. Lo recordaré por siempre.

Índice general

Índice de figuras	9
Índice de tablas.....	13
Índice de gráficas	15
Índice de ecuaciones.....	18
Capítulo I: Introducción	19
1.1. Resumen.....	19
1.2. Justificación.....	19
1.3. Objetivos	20
1.3.1. General.....	20
1.3.2. Particulares	20
Capítulo II: Antecedentes	21
2.1. Panorama actual.....	21
2.1.1. Producción de hidrocarburos en México	21
2.1.2. Recuperación mejorada.....	23
2.2. Tecnología de geles	24
2.2.1. Uso	24
2.2.1.1. Control de agua en los yacimientos.....	24
2.2.1.2. Control de agua/control de avance de agua.....	25
2.2.2. Transporte del PPG en el medio poroso	25
Capítulo III: Marco Teórico.....	30
3.1. Materiales poliméricos.....	30
3.1.1. Polímeros	30
3.1.1.1. Síntesis.....	30
3.1.1.2. Proceso de Síntesis	30
3.1.1.2.1. Vía emulsión inversa	30
3.1.1.2.2. Vía disolución	30

3.1.1.2.3. Vía masa.....	31
3.1.1.2.4. Vía suspensión	31
3.1.1.3. Tipo de iniciación.....	32
3.1.1.3.1. Vía térmica.....	32
3.1.1.3.2. Vía REDOX.....	32
3.1.1.4. Estructuras de los polímeros	32
3.1.1.4.1. Polímeros amorfos	32
3.1.1.4.2. Polímeros cristalinos	32
3.1.2. Geles	33
3.1.2.1. Gel in situ.....	33
3.1.2.2. Gel de partículas preformadas (<i>PPG</i> por sus siglas en inglés)	33
3.1.2.3. Nanocompuestos	35
3.1.2.4. Mejorados.....	36
3.1.2.5. Supramoleculares/Doble red	37
3.1.2.6. Híbridos	37
3.1.3. Comportamiento del gel.....	38
3.1.3.1. Interacciones supramoleculares	38
3.1.3.2. Tipos de enlaces	39
3.1.3.2.1. Covalente.....	39
3.1.3.2.2. Iónicos.....	40
3.1.3.2.3. Puentes de Hidrógeno.....	40
3.1.3.3. Relación de hinchamiento al equilibrio (Equilibrium Swelling Ratio, ESR, por sus siglas en inglés)	40
3.1.3.4. Estabilidad	46
3.1.3.4.1. Efecto de la salinidad	46
3.1.3.4.2. Concentración de los monómeros, entrecruzante, iniciador, monómeros y arcilla	47
3.1.4. Propiedades mecánicas.....	49

3.1.4.1. Reología	49
3.1.4.2. Viscoelasticidad.....	50
3.1.4.3. Módulo de Young	51
3.1.4.3.1. Compresión y corte	54
3.1.4.4. Creep-Recovery Test.....	56
3.1.5. Caracterización analítica.....	58
3.1.5.1. Análisis elemental	58
3.1.5.2. Análisis termogravimétrico (<i>TGA</i> por sus siglas en inglés).....	58
3.1.5.3. Calorimetría diferencial de barrido (<i>DSC</i> por sus siglas en inglés)	59
3.1.5.4. Espectrómetro infrarrojo de la transformada de Fourier (<i>FTIR</i>).....	62
3.1.5.5. Microscopia electrónica de barrido (<i>SEM</i> por sus siglas en inglés).....	64
Capítulo IV: Desarrollo experimental	66
4.1. Lista de reactivos, materiales, equipos, instrumentos y muestras utilizadas.....	66
4.2. Procedimientos técnicos experimentales.....	71
4.2.1. Síntesis.....	72
4.2.1.1. Preparación de componentes	72
4.2.1.2. Síntesis del PPG línea base	76
4.2.1.3. Síntesis del PPG asociativo.....	77
4.2.1.4. Presentación final del PPG	79
4.2.2. Evaluación de propiedades mecánicas.....	82
4.2.2.1. Preparación de las placas.....	82
4.2.2.3. Evaluación de Creep-Recovery	83
4.2.2.4. Determinación del módulo de Young (<i>E</i>).....	84
4.2.3. Relación de hinchamiento al equilibrio	86
4.2.4. Caracterización analítica.....	87
4.2.4.1. <i>TGA</i>	87
4.2.4.2. <i>DSC</i>	88

4.2.4.3. FTIR.....	89
4.2.4.4. Análisis elemental	90
4.3. Diseño experimental del desarrollo de los PPG.	91
Capítulo V: Resultados y discusión.....	95
5.1. Módulo de almacenamiento (G')	97
5.2. Módulo de pérdida (G'').....	102
5.3. Gráficas de esfuerzo de corte/deformación angular	106
5.4. Módulo de Young (E).....	111
5.5. Relación de hinchamiento al equilibrio (ESR).....	117
5.6. TGA.....	123
5.7. DSC.....	124
5.8. FTIR	125
5.9. Análisis Elemental (AE).....	127
5.10. Microscopía electrónica de barrido (SEM).....	129
Capítulo VI: Conclusiones	131
REFERENCIAS	133
ANEXOS.....	141
Anexo A. Reología oscilatoria.	141
Anexo B. Gráficas de evaluaciones Creep-Recovery.....	142
Anexo C. Tablas de valores y regresión lineal de las curvas de esfuerzo de corte/deformación angular (G).....	147
Anexo D. Regresión lineal de las curvas esfuerzo/deformación para obtener el valor del Módulo de Young (E).....	150
Anexo E. Cálculo de la relación de hinchamiento al equilibrio (ESR)	152
Anexo F. Cálculos para la obtención de las fórmulas empíricas.	155
Anexo G. Informes de caracterización de los medios de hinchamiento y caracterización analítica.....	157

Índice de figuras

Figura 1. Gráfica de demanda mundial de energía con el tiempo	21
Figura 2. Historia de la producción de hidrocarburos en México desde enero del 2000 hasta diciembre del 2022 en miles de barriles diarios.....	22
Figura 3. Distribución del volumen de aceite tanto producido como remanente	23
Figura 4. Diagrama de flujo de los mecanismos de recuperación	24
Figura 5. Esquema de un PPG a través de un canal estrecho	26
Figura 6. Variación en la diferencia de presión contra la posición de la partícula en el modelo de simulación.....	26
Figura 7. Efecto del diámetro de la garganta de partícula en la presión	27
Figura 8. La relación del diámetro de garganta de partícula con una diferencia en presión crítica	28
Figura 9. El efecto del módulo elástico en la variación de diferencia de presión	29
Figura 10. La relación de modulo elástico y la diferencia de presión crítica.....	29
Figura 11. Efecto de la temperatura en la relación de hinchamiento al equilibrio del PPG.	42
Figura 12. Efecto de la concentración de los monómeros en la relación de hinchamiento al equilibrio del PPG.....	43
Figura 13. Efecto de la concentración del entrecruzante en la relación de hinchamiento al equilibrio del PPG.....	43
Figura 14. Efecto de la concentración del iniciador en la relación de hinchamiento al equilibrio.....	44
Figura 15. Efecto de la concentración de arcilla en la relación de hinchamiento al equilibrio del PPG.....	45
Figura 16. Efecto de la concentración de sal en la relación de hinchamiento al equilibrio del PPG	46
Figura 17. Módulo de almacenamiento vs concentración de salinidad a una frecuencia de 0.32 Hz de un PPG ordinario (OG) y un PPG nanocomposito (NCG)	46

Figura 18. Efecto de la concentración de los monómeros en el módulo de almacenamiento del PPG.....	47
Figura 19. Efecto de la concentración del entrecruzante en módulo de almacenamiento del PPG	48
Figura 20. Efecto de la concentración del iniciador en el módulo elástico y tiempo de gelificación del PPG.	48
Figura 21. Efecto de la concentración de arcilla en el módulo elástico del PPG.....	49
Figura 22. Diagrama esquemático de esfuerzo-deformación para acero con bajo contenido de carbono.....	52
Figura 23. Diagrama esfuerzo-deformación para un material frágil típico	53
Figura 24. Gráfica esfuerzo-deformación para la obtención del módulo de Young (E).....	54
Figura 25. Esquema del diagrama simplificado del esfuerzo cuando el PPG pasa por la garganta.....	55
Figura 26. Presión de entrada a partir de la relación del diámetro del PPG a la garganta de poro a diferentes módulos de Young utilizando el modelo propuesto y datos experimentales.	56
Figura 27. Curva creep-recovery vista desde un análisis mecánico dinámico mostrando la curva de esfuerzo aplicado (línea punteada) y la curva de deformación resultante (línea continua).	57
Figura 28. Curva creep-recovery por ciclos.....	58
Figura 29. Curva típica de TGA.	59
Figura 30. Ejemplo de curva DSC de polietileno tereftalato (PET).	60
Figura 31. Curvas DSC de polímeros con diferente nivel de cristalinidad.....	61
Figura 32. Esquema de un sistema DSC.....	62
Figura 33. Esquema de un espectrómetro infrarrojo de transformada de Fourier (FTIR). .	63
Figura 34. Espectrómetro infrarrojo del n-hexeno	64
Figura 35. Esquema de un SEM	65
Figura 36. Diagrama de flujo de la preparación de AMPSNa.	73
Figura 37. Diagrama de flujo de la preparación de bentonita modificada.....	75

Figura 38. Diagrama de flujo de la propuesta de síntesis del PPG línea base.	77
Figura 39. Sistema de síntesis de PPG línea base y PPG asociativo	77
Figura 40. Diagrama de flujo de la propuesta de síntesis del PPG asociativo.	78
Figura 41. Diagrama de flujo para la obtención de placas de PPG.	79
Figura 42. Placa de PPG.....	80
Figura 43. Diagrama de flujo para la obtención de partículas de PPG línea base y PPG asociativo.....	81
Figura 44. Tamizador para la homogeneización del tamaño de partícula de PPG.	81
Figura 45. Partículas de PPG entre 150 y 106 μm de tamaño.	82
Figura 46. Diagrama de flujo del procedimiento de evaluación de las propiedades mecánicas de los geles.	85
Figura 47. Reómetro DHR-3 donde se realizaron las evaluaciones mecánicas de los PPG.	85
Figura 48. Diagrama de flujo para la determinación de la relación de hinchamiento al equilibrio.....	87
Figura 49. Diagrama de flujo de las actividades experimentales del TGA.	88
Figura 50. Diagrama de flujo de las actividades experimentales del DSC.	89
Figura 51. Diagrama de flujo de las actividades experimentales del FTIR.	90
Figura 52. Diagrama de flujo de las actividades experimentales.....	91
Figura 53. Diagrama general para el desarrollo experimental.	91
Figura 54. Imágenes de PPG-0.5A hinchados en los diferentes medios después de 24 horas.	119
Figura 55. Imágenes de PPG-0.5A hinchados en los diferentes medios y después de 3 horas de filtración.	120
Figura 56. Imágenes de PPG-0.5A-DMA-1 hinchados en los diferentes medios después de 24 horas.....	120
Figura 57. Imágenes de PPG-0.5A-DMA-1 hinchados en diferentes medios y después de 3 horas de filtración.	121

Figura 58. Imágenes de PPG-0.5A-DMA-2 hinchados en los diferentes medios después de 24 horas.....	121
Figura 59. Imágenes de PPG-0.5A-DMA-2 hinchados en los diferentes medios y después de 3 horas de filtración.	121
Figura 60. Imágenes de PPG-0.5A-DMA-3 hinchados en los diferentes medios después de 24 horas.....	122
Figura 61. Imágenes de PPG-0.5A-DMA-3 hinchados en los diferentes medios y después de 3 horas de filtración.	122
Figura 62. Propuesta de una estructura molecular representativa del PPG-0.5A-DMA-1128	
Figura 63. Micrografías SEM de A) PPG-0.5A (línea base) y B) PPG-0.5A-DMA-1, ambos sin hinchar	130
Figura 64. Micrografías SEM del PPG-0.5A (línea base) y PPG-0.5A-DMA-1 hinchados en A, A') agua desionizada B, B') agua de baja dureza y C, C') agua de alta dureza	131

Índice de tablas

Tabla 1. Comparación entre PPG y geles in-situ.....	35
Tabla 2. Resumen de las interacciones supramoleculares.....	38
Tabla 3. Fuerza de los enlaces covalentes.....	39
Tabla 4. Características de las frecuencias de grupos funcionales.....	63
Tabla 5. Lista de reactivos.....	67
Tabla 6. Lista del material utilizado.....	68
Tabla 7. Lista del material utilizado (continuación de la tabla 6).....	69
Tabla 8. Lista de equipos e instrumentos utilizados para la síntesis y evaluaciones de los PPG.....	70
Tabla 9. Lista de las aguas utilizadas para el hinchamiento de las muestras.....	71
Tabla 10. Lista de procedimientos.....	71
Tabla 11. Determinación de la relación molar y concentración de los monómeros y concentración del entrecruzante, del iniciador y de la arcilla sódica.....	93
Tabla 12. Pesos experimentales de los reactivos utilizados para la síntesis de PPG línea base y PPG asociativo.....	96
Tabla 13. Tangente de pérdida.....	106
Tabla 14. Valores de las propiedades mecánicas de los PPG-0.5A, PPG-0.5A-DMA-1, PPG-0.5A-DMA-2 y PPG-0.5A-DMA-3.....	116
Tabla 15. Relación de hinchamiento al equilibrio de los PPG sintetizados.....	117
Tabla 16. Temperaturas características térmicas del PPG-0.5A y PPG-0.5A-DMA-1.....	124
Tabla 17. Bandas asociadas a los grupos de los PPG-0.5A y PPG-0.5A-DMA-1.....	126
Tabla 18. Resultado del análisis elemental y formula molecular más probable de las muestras PPG-0.5A (línea base) y PPG-0.5A-DMA-1.....	127
Tabla 19. Valores de deformación mínima por esfuerzo aplicado en agua desionizada.....	147
Tabla 20. Valores de deformación mínima por esfuerzo aplicado en agua de baja dureza.....	147

Tabla 21. Valores de deformación mínima por esfuerzo aplicado en agua de alta dureza.	148
Tabla 22. Valores para la obtención de la relación de hinchamiento al equilibrio del PPG-0.5A.....	153
Tabla 23. Valores para la obtención de la relación de hinchamiento al equilibrio del PPG-0.5A-DMA-1.....	153
Tabla 24. Valores para la obtención de la relación de hinchamiento al equilibrio del PPG-0.5A-DMA-2.....	154
Tabla 25. Valores para la obtención de la relación de hinchamiento al equilibrio del PPG-0.5A-DMA-3.....	154

Índice de gráficas

Gráfica 1. Comparación del módulo de almacenamiento (G') en agua desionizada.	98
Gráfica 2. Comparación del módulo de almacenamiento (G') en agua de baja dureza.	99
Gráfica 3. Comparación del módulo de almacenamiento (G') en agua de alta dureza.	100
Gráfica 4. Comparación del módulo elástico (G') del PPG-0.5A-DMA-1 en los diferentes medios de hinchamiento.	101
Gráfica 5. Comparación del módulo de pérdida (G'') en agua desionizada.	102
Gráfica 6. Comparación del módulo de pérdida (G'') en agua de baja dureza.	103
Gráfica 7. Comparación del módulo de pérdida (G'') en agua de alta dureza.	104
Gráfica 8. Comparación del módulo de pérdida (G'') del PPG-0.5A-DMA-1 en los diferentes medios de hinchamiento.	105
Gráfica 9. Curvas esfuerzo de corte/deformación angular de los PPG en agua desionizada.	107
Gráfica 10. Curvas esfuerzo de corte/deformación angular de los PPG en agua de baja dureza.	108
Gráfica 11. Curvas esfuerzo de corte/deformación angular de los PPG en agua de alta dureza.	109
Gráfica 12. Curvas esfuerzo de corte/deformación angular del PPG-0.5A-DMA-1 en los diferentes medios de hinchamiento.	110
Gráfica 13. Curvas Esfuerzo vs Deformación por pruebas de compresión en agua desionizada.	111
Gráfica 14. Curvas Esfuerzo vs Deformación por pruebas de compresión en agua de baja dureza.	112
Gráfica 15. Curvas esfuerzo vs deformación por pruebas de compresión en agua de alta dureza.	113
Gráfica 16. Comparación de las curvas esfuerzo vs deformación del PPG-0.5A-DMA-1 en los diferentes medios de hinchamiento.	114
Gráfica 17. Relación de hinchamiento al equilibrio de los PPG sintetizados.	118
Gráfica 18. Curva termoanalítica del análisis TGA de las muestras sólidas.	123

Gráfica 19. Curva termoanalítica del análisis DSC de las muestras sólidas.....	124
Gráfica 22. Creep-Recovery Test a esfuerzos variables del PPG-0.5A en agua desionizada.	142
Gráfica 23. Creep-Recovery Test a esfuerzos variables del PPG-0.5A en agua de baja dureza.....	142
Gráfica 24. Creep-Recovery Test a esfuerzos variables del PPG-0.5A en agua de alta dureza.....	143
Gráfica 25. Creep-Recovery Test a esfuerzos variables del PPG-0.5A-DMA-1 en agua desionizada.....	143
Gráfica 26. Creep-Recovery Test a esfuerzos variables del PPG-0.5A-DMA-1 en agua de baja dureza.....	144
Gráfica 27. Creep-Recovery Test a esfuerzos variables del PPG-0.5A-DMA-1 en agua de alta dureza.....	144
Gráfica 28. Creep-Recovery Test a esfuerzos variables del PPG-0.5A-DMA-2 en agua de baja dureza.....	145
Gráfica 29. Creep-Recovery Test a esfuerzos variables del PPG-0.5A-DMA-2 en agua de alta dureza.....	145
Gráfica 30. Creep-Recovery Test a esfuerzos variables del PPG-0.5A-DMA-3 en agua de baja dureza.....	146
Gráfica 31. Creep-Recovery Test a esfuerzos variables del PPG-0.5A-DMA-3 en agua de alta dureza.....	146
Gráfica 32. Regresión lineal para obtener el esfuerzo de corte/deformación angular (G) de los PPG sintetizados, hinchados en agua de baja dureza.....	148
Gráfica 33. Regresión lineal para obtener el esfuerzo de corte/deformación angular (G) de los PPG sintetizados, hinchados en agua de alta dureza.....	149
Gráfica 34. Regresión lineal para obtener el módulo de Young (E) de los PPG sintetizados, hinchados en agua desionizada.....	150
Gráfica 35. Regresión lineal para obtener el módulo de Young (E) de los PPG sintetizados, hinchados en agua de baja dureza.....	151

Gráfica 36. Regresión lineal para obtener el módulo de Young (E) de los PPG sintetizados, en agua de alta dureza..... 151

Índice de ecuaciones

Ecuación 1. Relación entre la presión crítica y la proporción diámetro de partícula-garganta de poro.....	27
Ecuación 2. Relación entre la presión crítica y el módulo elástico.	28
Ecuación 3. Relación de hinchamiento al equilibrio (ESR).	40
Ecuación 4. Módulo de almacenamiento o elástico (G').	50
Ecuación 5. Módulo de pérdida o viscoso (G'').	50
Ecuación 6. Tangente de pérdida.	51
Ecuación 7. Ecuación del módulo de Young (E)	53
Ecuación 8. Presión de entrada.	54
Ecuación 9. Diferencia en la variación de la presión de entrada.	55
Ecuación 10. Peso del PPG hinchado.	152
Ecuación 11. Moles de cada átomo de la muestra.....	155
Ecuación 12. Relación de cada elemento del compuesto químico.....	156

Capítulo I: Introducción

1.1. Resumen

1.2. Justificación

La producción de agua asociada a la extracción de hidrocarburos genera problemas por su manejo y disposición en la superficie. Por tal motivo, el desarrollo de alternativas tecnológicas para minimizar su producción es un tema de interés para la industria petrolera.^[1] El problema se puede manifestar en yacimientos fracturados y no fracturados, en ambos casos el agua fluye con menor resistencia respecto al aceite hacia los pozos productores.^[2] El uso de geles in situ es una de las tecnologías disponibles para detener esta condición. Esta tecnología implica la co-inyección de un polímero con un agente entrecruzante, reacción favorecida por la temperatura del yacimiento. Sin embargo, esta tecnología puede desarrollar problemas secundarios en el pozo, ya que el gel formado, como producto de enlaces covalentes o iónicos, podría bloquear totalmente al agua y al aceite en los conductos.^[3]

Una alternativa es el uso de geles de partículas preformadas, ya que, con esta tecnología se bloquean preferencialmente el flujo de agua manteniendo el flujo de aceite. A diferencia de los geles in situ, estas partículas se sintetizan e hinchan en superficie, utilizando normalmente la misma agua que el yacimiento produce.^[4] Una vez hinchados, los PPG se inyectan al yacimiento “empacando” a las fracturas o el medio poroso. La alta afinidad del PPG con el agua favorece que este fluido se retenga y permita pasar al petróleo. El material debe presentar propiedades mecánicas que faciliten su transporte hasta la zona objetivo, por ejemplo, su flujo en el medio poroso implica que estará sujeto a deformaciones continuas cuando atraviese las gargantas del poro, mientras que en las fracturas se transportarán normalmente deformadas. En ambos casos, una vez alcanzada la zona objetivo, deben recuperar su forma. Esta característica de bloquear el flujo de agua y permitir el flujo de aceite lo convierte en la mejor alternativa para el bloqueo del agua en los yacimientos petroleros.^[3]

El PPG que se inyecta debe de tener buenas propiedades mecánicas para deformarse y mantener su integridad cuando fluye a través de la fractura o el medio poroso. Una opción es la incorporación de enlaces supramoleculares al PPG, por ejemplo, a partir de un monómero hidrófobo. Este tipo de enlaces débiles pueden deformarse/romperse cuando están sometidos a esfuerzos y restablecerse cuando los esfuerzos dejan de manifestarse.^[3]

En el presente trabajo se evaluará el efecto de la incorporación de un monómero hidrófobo en la formulación base de un PPG mediante pruebas de esfuerzos aplicados y deformación resultante en placas hinchadas en agua con diferentes durezas.

1.3. Objetivos

1.3.1. General

Mejorar las propiedades mecánicas de un PPG convencional, mediante la incorporación de un monómero hidrófobo que aporta interacciones supramoleculares del tipo van der Waals, para facilitar su transporte en medios porosos, con potencial aplicación en procesos de control de agua y de recuperación mejorada en yacimientos petroleros.

1.3.2. Particulares

1.3.2.1. Desarrollar el procedimiento de síntesis de PPG vía disolución que incorpora un monómero hidrófobo.

1.3.2.2. Definir la relación del monómero hidrófobo que presente una mejora en las propiedades mecánicas de los PPG convencional durante su transporte.

1.3.2.3. Evaluar las propiedades mecánicas de los geles asociativos.

1.3.2.4. Caracterización analítica del PPG sintetizado.

Capítulo II: Antecedentes

2.1. Panorama actual

2.1.1. Producción de hidrocarburos en México

La Agencia Internacional de Energía estima que la demanda mundial de energía seguirá dependiendo principalmente de los hidrocarburos. Se predice que para el año 2030 los hidrocarburos contribuirán en un 60% a la demanda total y tendrá un crecimiento anual del 1.6% (figura 1).^[5]

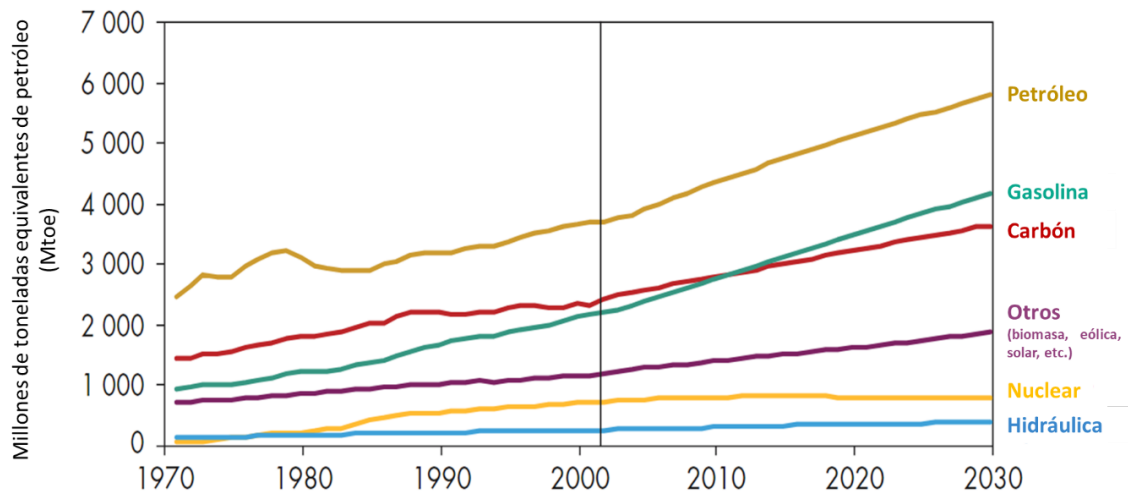


Figura 1. Gráfica de demanda mundial de energía con el tiempo. Reproducido de [6] con el permiso de *Organization for Economic Cooperation and Development (OECD)*.

En México ha existido una disminución en la producción de hidrocarburos (figura 2). Esto se debe, entre otros factores, a que más del 80% de la producción de hidrocarburos proviene de campos en etapas maduras de producción.^[7]



Figura 2. Historia de la producción de hidrocarburos en México desde enero del 2000 hasta diciembre del 2022 en miles de barriles diarios. Reproducido de [8], CNH (2023).

En México se han realizado procesos de recuperación mejorada a través de diferentes proyectos desde el año 1950 y para el año 2008 se tenían contemplados 30 proyectos de recuperación mejorada (EOR) en los yacimientos dentro del territorio nacional; donde el 67% sería en areniscas, 17% en carbonatados y 4% en naturalmente fracturados.^[7]

En la figura 3 se observa el volumen de aceite tanto producido como remanente en México, en el año 2010, donde alrededor de 216.22 millones de barriles de aceite no han sido producidos. Esto se debe a las condiciones tecnológicas y económicas con las que el país cuenta, ya que los avances tecnológicos son los que permiten acceder a estos volúmenes de hidrocarburos que son difíciles de extraer. En pruebas ya realizadas, se ha observado que la inyección de agua con químicos es muy difícil por su alto costo y riesgo operativo, pero representa el factor de recuperación con mayor incremento.^[7]

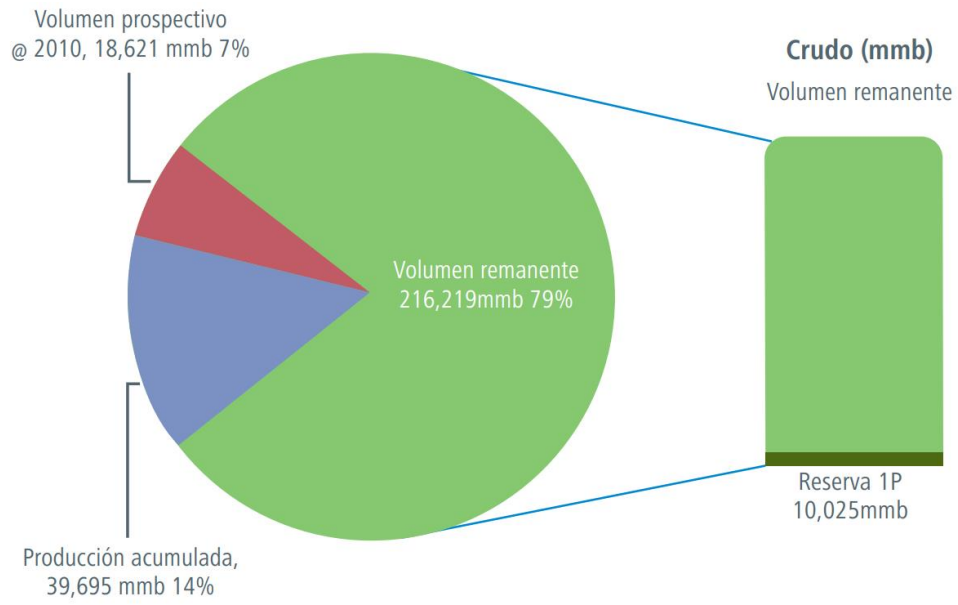


Figura 3. Distribución del volumen de aceite tanto producido como remanente. Reproducido de [5], CNH (2012).

2.1.2. Recuperación mejorada

Los procesos de recuperación se dividen en tres categorías: primaria, secundaria y terciaria (figura 4). En la recuperación primaria, el hidrocarburo se produce a partir de la energía proveniente del yacimiento, pero cuando la presión en éste disminuye hasta no poder producir un empuje suficiente para mover los fluidos hacia los pozos productores, entonces se inyectan otros fluidos para aumentar dicha presión. A la inyección de fluidos como agua o gas se le conoce como recuperación secundaria y la inyección de agua es el método más utilizado.^[5]

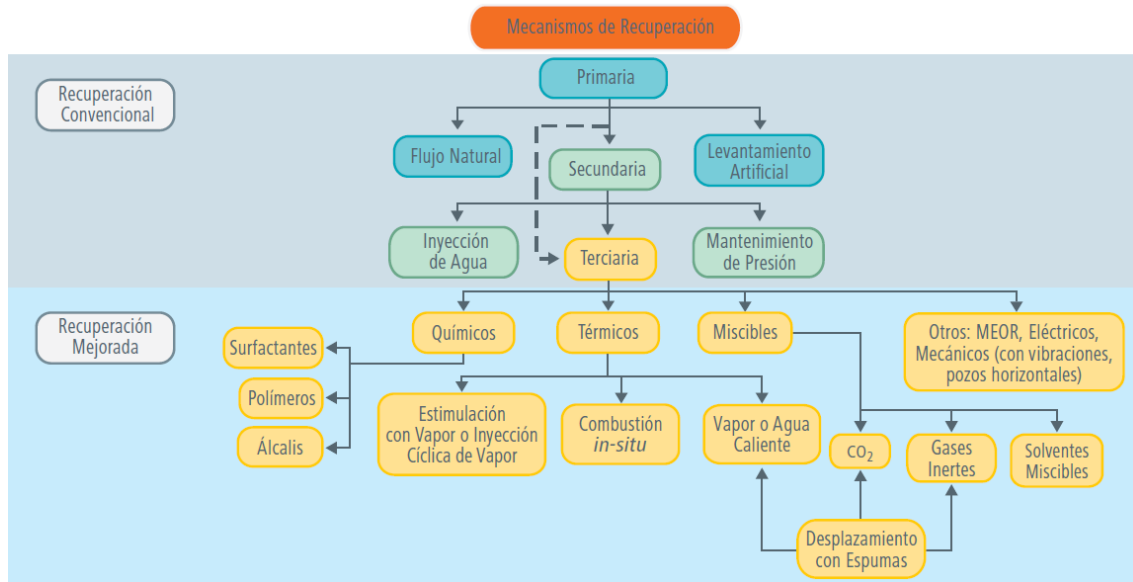


Figura 4. Diagrama de flujo de los mecanismos de recuperación. Reproducido de [5], CNH (2012).

La problemática de esta técnica yace en la producción excesiva de agua, siendo uno de los problemas más serios en la industria petrolera. El agua tiende a ser el fluido dominante en los yacimientos que comienzan a madurar y la producción de agua no deseada puede afectar la economía del yacimiento por los costos de la eliminación de agua, problemas ambientales y la producción reducida de hidrocarburos.^[9]

Se han intentado varias técnicas para el control de producción excesiva de agua variando desde tratamientos mecánicos, químicos y una combinación de ambos. De todas las técnicas aplicadas, se han obtenido mejores resultados a partir de sistemas polimerizados in-situ, soluciones poliméricas entrecruzadas y geles de silicatos. Por lo tanto, los sistemas de gel de polímeros han sido de las mejores herramientas para el control de producción excesiva de agua a bajo costo.^[9]

2.2. Tecnología de geles

2.2.1. Uso

2.2.1.1. Control de agua en los yacimientos

Actualmente, la mayor parte de la producción de petróleo en México proviene de yacimientos naturalmente fracturados. En estos yacimientos naturalmente fracturados, se presenta una temprana canalización de agua y/o gas lo que acorta la vida productiva de los pozos y disminuye la recuperación final de aceite. Por lo tanto, las zonas productoras son

abandonadas para evitar el contacto agua-aceite, aun cuando todavía tienen grandes volúmenes de hidrocarburo recuperable.^[10]

2.2.1.2. Control de agua/control de avance de agua

El control de agua o control de avance de agua (*conformance control* en inglés) es una acción que se lleva a cabo en un yacimiento petrolero para mejorar el frente de avance del fluido que se inyecta, con el propósito de desplazar al petróleo hacia los pozos productores. Abarca procedimientos para la eficiencia en la recuperación mejorada, mejoramiento de la integridad del pozo/revestimiento y cumplimiento de las regulaciones ambientales.

La producción de fluidos no deseados en los pozos productores de petróleo y gas es un factor limitante que controla la vida productiva de un pozo. El costo de la eliminación del agua producida, sin amenazar al medio ambiente, es una preocupación para muchos productores. Por lo tanto, la aplicación de tecnología de control de agua ayuda a minimizar la producción de agua y mantener el caudal de petróleo de un pozo.^[11]

2.2.2. Transporte del PPG en el medio poroso

Las partículas de PPG han sido utilizadas para la recuperación mejorada de petróleo. Las ventajas más importantes son el bloqueo de la ruta de canalización de fluidos y la desviación de los fluidos de estratos de alta permeabilidad a estratos de baja permeabilidad, que ocasiona que los PPG se deformen y pasen a través de gargantas de poro debido al empuje de alta presión.^[12]

Variación en la diferencial de presión

La diferencial de presión depende de la posición y la deformabilidad de la partícula. Permanece relativamente baja antes de que la partícula alcance la garganta (figura 6, etapa 1). Cuando la partícula entra a la garganta, la diferencia en presión existe en la fisura entre la partícula y la pared (etapa 2) y es alta cuando entra completamente en la garganta. Sin embargo, cuando la partícula comienza a salir, ésta va a bloquear el punto de inflexión sobre la anchura del canal debido a la baja de presión externa y la energía de deformación liberada resultando en un primer pico (etapa 3). Debido al desprendimiento de la partícula de la garganta, la diferencia de presión va a disminuir rápidamente (etapa 4). En la región de transición existirá una diferencia de presión por la deformación de la partícula, generando un segundo pico (etapa 5). Finalmente, la partícula va a recuperar su forma original al salir de la garganta y la diferencia en presión será parecida a la presión antes de entrar (etapa 6).^[12]

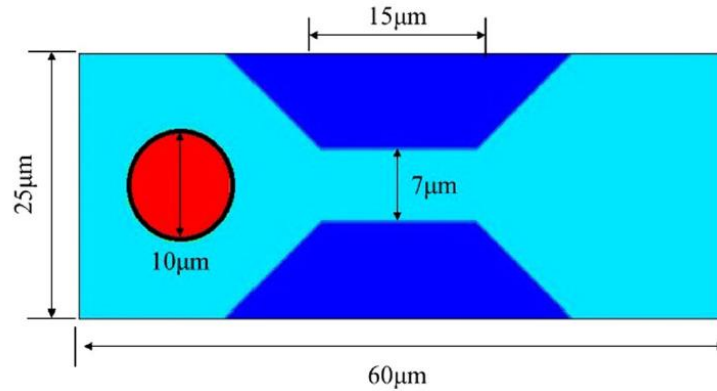


Figura 5. Esquema de un PPG a través de un canal estrecho. Reproducido de [12] el cual no requiere permiso para su reuso ya que es un artículo de acceso abierto bajo los términos de la licencia *Creative Commons CC BY*.

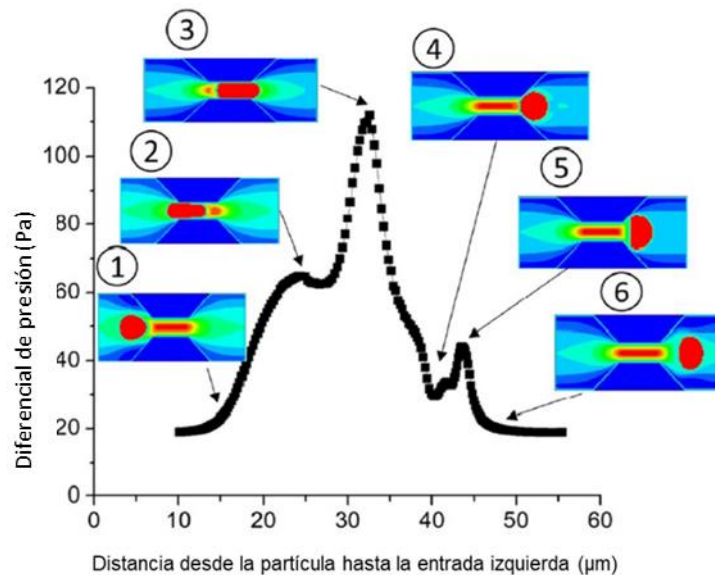


Figura 6. Variación en la diferencia de presión contra la posición de la partícula en el modelo de simulación. Reproducido de [12] el cual no requiere permiso para su reuso ya que es un artículo de acceso abierto bajo los términos de la licencia *Creative Commons CC BY*.

Con lo anterior se concluye sobre la presencia de los dos picos de diferencia de presión en el transporte del PPG en un canal estrecho. Estos dos picos representan el bloqueo del canal desde el exterior y taponamiento del canal en la región de transición (figura 6, etapas 2 y 5 respectivamente).^[12]

Efecto de la proporción entre el diámetro de la partícula y la garganta de poro

La proporción entre el diámetro de partícula y la garganta del poro es importante ya que es un factor que tiene influencia en el efecto del bloqueo en el medio poroso. En la figura 7 se observa que una mayor proporción va a llevar a una mayor diferencia de presión y la proporción diámetro de partícula-garganta de poro no va a cambiar la posición de bloqueo.^[12]

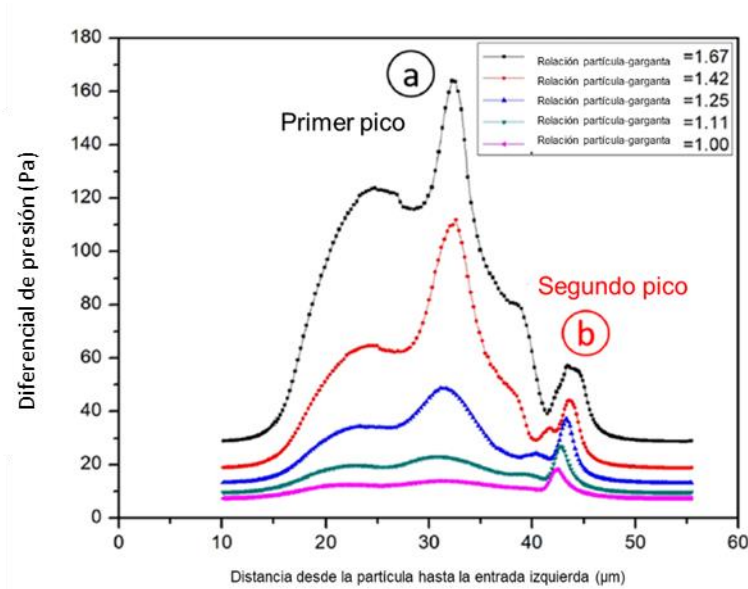


Figura 7. Efecto del diámetro de la garganta de partícula en la presión. Reproducido de [12] el cual no requiere permiso para su reuso ya que es un artículo de acceso abierto bajo los términos de la licencia *Creative Commons CC BY*.

De igual manera, se observa en la figura 7 que cuando la proporción entre el diámetro de partícula y la garganta de poro se encuentra por debajo de un valor de 1.11, la diferencia de presión tomará lugar en el segundo pico; por arriba de este valor, la diferencia de presión sucederá en el primer pico. Esto quiere decir que el efecto de bloqueo en el canal es muy débil, inferior a la deformación dinámica de la partícula en la región de transición.^[12]

En la figura 8 se plantea la diferencia de presión a partir de diferentes proporciones entre el diámetro de la partícula y la garganta de poro, r , donde se aproxima que la presión es proporcional al diámetro de la garganta de partícula a la quinta potencia.^[12]

Ecuación 1. Relación entre la presión crítica y la proporción diámetro de partícula-garganta de poro.

$$P = 11r^{5.22}$$

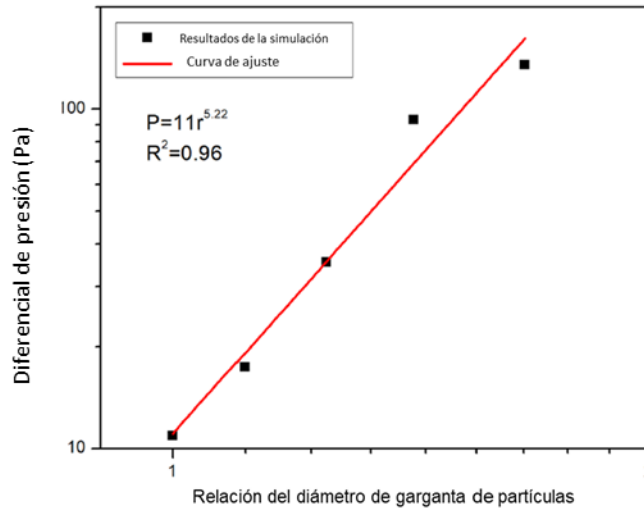


Figura 8. La relación del diámetro de garganta de partícula con una diferencia en presión crítica. Reproducido de [12] el cual no requiere permiso para su reuso ya que es un artículo de acceso abierto bajo los términos de la licencia *Creative Commons CC BY*.

Efecto del módulo elástico

El efecto del módulo elástico en la diferencia de presión se muestra en la figura 9. Mientras más alto sea el módulo elástico, este va a causar una mayor diferencia de presión crítica, generando siempre un aumento significativo en el primer pico. La relación entre la presión crítica y el módulo elástico se muestra en la figura 10.

Ecuación 2. Relación entre la presión crítica y el módulo elástico.

$$P = r^{5.2} E^{1.17}$$

La relación de la presión crítica y el módulo elástico se muestra en la ecuación 2, la cual es una guía importante al momento de seleccionar el módulo elástico y el tamaño de partícula para el tratamiento de los yacimientos.^[12]

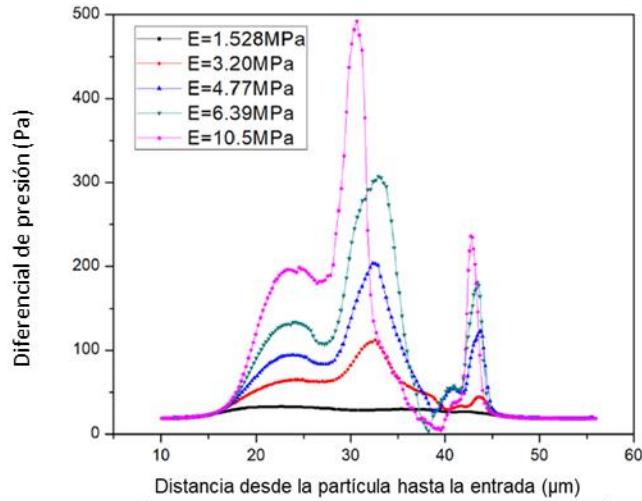


Figura 9. El efecto del módulo elástico en la variación de diferencia de presión. Reproducido de [12] el cual no requiere permiso para su reuso ya que es un artículo de acceso abierto bajo los términos de la licencia *Creative Commons CC BY*.

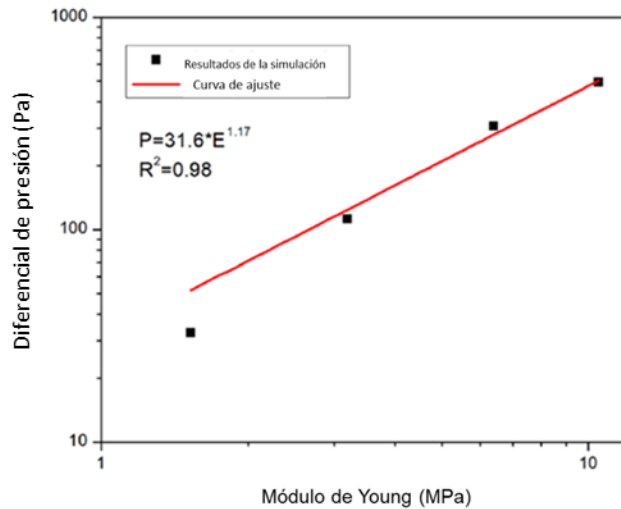


Figura 10. La relación de módulo elástico y la diferencia de presión crítica. Reproducido de [12] el cual no requiere permiso para su reuso ya que es un artículo de acceso abierto bajo los términos de la licencia *Creative Commons CC BY*.

A partir de los resultados se concluyó que la relación del diámetro de la garganta de partícula va a tener un mayor impacto en el modo de transporte.^[12]

Capítulo III: Marco Teórico

3.1. Materiales poliméricos

3.1.1. Polímeros

La palabra *polímero* significa que “tiene muchas partes” (del griego *poly* y *meros*). Los polímeros son moléculas gigantes, o macromoléculas, que se forman uniendo químicamente moléculas pequeñas llamadas monómeros (del griego, *mono*, “uno”).^[13,14] Cuando son polimerizados, estos monómeros toman la forma de cadenas largas de polímeros a partir de muchas unidades que se repiten unidas por enlaces covalentes.^[15]

3.1.1.1. Síntesis

Una manera común de polimerización es mediante radicales libres. La polimerización comienza por acción de un catalizador o un iniciador, como O₂ o un peróxido, que operan rompiéndose para generar un radical libre, formando así un proceso de propagación en cadena.^[16] La cadena se termina por reacciones como la unión de dos radicales que los consumen, pero no los regeneran.^[17]

3.1.1.2. Proceso de Síntesis

3.1.1.2.1. Vía emulsión inversa

En la polimerización vía emulsión, un monómero hidrófobo es emulsionado en agua y la polimerización comienza con un iniciador soluble en agua. La polimerización por emulsión también puede llevarse a cabo como polimerización por emulsión inversa donde una solución acuosa de un monómero hidrofílico es emulsionada en un solvente orgánico no polar y la polimerización comienza a partir de un iniciador soluble en aceite. Estos dos tipos de polimerizaciones se conocen como emulsiones aceite en agua (*oil-in-water o/w*) y agua en aceite (*water-in-oil w/o*).

La polimerización por emulsión inversa se utiliza en varias polimerizaciones comerciales y en copolimerizaciones con acrilamida y otros monómeros solubles en agua.^[18]

3.1.1.2.2. Vía disolución

La polimerización vía disolución es la disolución de un monómero en un disolvente, donde éste ayuda en la transferencia del calor de polimerización. El disolvente también permite una agitación más sencilla ya que disminuye la viscosidad de la mezcla de reacción y el control térmico en la polimerización vía disolución es mucho más sencilla.^[19]

3.1.1.2.3. Vía masa

La polimerización vía masa es un proceso sencillo para la polimerización en etapas ya que involucra solamente reactivos y catalizador. Este tipo de polimerización es adecuada debido a su alto peso molecular ya que el polímero no se produce hasta las últimas etapas de la reacción. Esto significa que la viscosidad es relativamente baja a lo largo de la polimerización y no es difícil agitar la mezcla de reacción. De igual manera, la polimerización vía masa de un monómero puro ofrece el proceso más sencillo y con un mínimo de contaminación del producto. Sin embargo, este tipo de polimerización es difícil de controlar debido a las características de la polimerización en cadena por radicales. Su naturaleza altamente exotérmica, las altas energías de activación involucradas y la tendencia hacia el efecto sol-gel se combinan para dificultar la disipación del calor, lo que ocasiona que se requiera un control cuidadoso de temperatura.^[20]

Este tipo de síntesis no es tan utilizada de manera comercial para la polimerización en cadena en comparación con la polimerización por etapas, ya que ocasiona ciertas dificultades. Aunque sí es utilizada para la polimerización de etileno, estireno y metacrilato de metilo.^[20]

3.1.1.2.4. Vía suspensión

La polimerización heterogénea es usada para controlar los problemas térmicos y viscosos. Existen tres tipos de polimerización heterogénea: vía precipitación, vía suspensión y vía emulsión. La polimerización vía suspensión es llevada a cabo a partir de la suspensión del monómero (fase discontinua) como gotas en agua (fase continua). De esta manera, se evita que las gotas de monómero (posteriormente convertidas en partículas de polímero) se unan mediante agitación y por la presencia de estabilizadores de suspensión (también denominados dispersantes o tensoactivos).

Los iniciadores utilizados en la polimerización vía suspensión son solubles en las gotas de monómero y dichos iniciadores son referidos a menudo como iniciadores solubles en aceite. Cada gota de monómero en una polimerización vía suspensión es considerada como un sistema de polimerización vía masa en miniatura.^[21]

3.1.1.3. Tipo de iniciación

3.1.1.3.1. Vía térmica

En ausencia de un catalizador, varios monómeros se polimerizan espontáneamente cuando se aplica calor y algunas de estas polimerizaciones involucran la producción térmica de radicales a partir del monómero. En la mayoría de los casos, estas polimerizaciones son iniciadas por la hemólisis térmica de las impurezas (incluyendo peróxidos o hidroperóxidos formados debido al O₂) presentes en los monómeros.^[22]

3.1.1.3.2. Vía REDOX

Muchas reacciones óxido-reducción producen radicales que pueden ser utilizados para iniciar una polimerización, este tipo de iniciación es referida como iniciación redox, catálisis o activación redox. Una principal ventaja de la iniciación redox es que la producción del radical ocurre a proporciones razonables, dependiendo del sistema redox, sobre una gran variedad de temperaturas incluyendo la iniciación a temperaturas moderadas de 0-50°C y hasta más bajas. Algunos sistemas redox involucran la transferencia directa de electrones entre el reductor y el oxidante, mientras que otros involucran la formación intermedia de complejos reductor-oxidante.^[23]

3.1.1.4. Estructuras de los polímeros

3.1.1.4.1. Polímeros amorfos

Los polímeros amorfos son un material donde no hay un orden de largo alcance en las posiciones y arreglo de las cadenas moleculares. Consisten en cadenas largas que tienen formas aleatorias y desordenadas, donde cada una se tuerce y gira a lo largo de su longitud sin orden y no hay un patrón con las otras cadenas.

Un polímero amorfo se deforma plásticamente cuando el esfuerzo aplicado supera el límite elástico. Los mecanismos de esfuerzo implican estiramiento, rotación, desplazamiento y desenredo de las cadenas bajo una deformación, donde eventualmente las cadenas se vuelven casi paralelas y juntas. En este punto el polímero alcanza su máxima resistencia.^[24]

3.1.1.4.2. Polímeros cristalinos

Los polímeros cristalinos son un polímero regular o patrón de arreglo molecular y consisten en estructuras de cadenas bien ordenadas. Un polímero cristalino tiene un mayor módulo elástico y resistencia al esfuerzo que el mismo polímero en su forma amorfa.

La cristalización ocurre cuando un termoplástico es enfriado lentamente hasta una temperatura de fusión que permite suficiente tiempo para que los segmentos de la cadena

del polímero tengan una estructura ordenada. La fase cristalina ocurre en pequeñas regiones en donde las cadenas están alineadas.^[24]

3.1.2. Geles

3.1.2.1. Gel in situ

Un sistema de gelación in-situ está compuesto de polímero, entrecruzante y otros aditivos. El polímero que se utiliza normalmente es poliácridamida parcialmente hidrolizada (HPAM), los entrecruzantes pueden ser los compuestos Cr^{3+} , Cr^{6+} , Al^{3+} o resinas y los aditivos son usados para ajustar el tiempo de gelación, controlar la fuerza del gel y la termoestabilidad. Estas composiciones reaccionan, sobre todo al efecto de la temperatura, para formar el gel en las zonas donde se colocan para reducir el flujo de fluidos.

Estos geles fueron los geles más utilizados para la desviación de fluidos en profundidad ya que tienen la ventaja de tener un tiempo de gelación controlable, fuerza ajustable y buena inyectividad.^[25]

3.1.2.2. Gel de partículas preformadas (*PPG* por sus siglas en inglés)

China desarrolló un nuevo gel llamado gel de partículas preformadas.^[25] Hoy en día, son muy utilizados para el tratamiento de los yacimientos, a comparación de los geles in-situ, por su baja problemática. El método de inyección de geles in-situ en los yacimientos tiene desventajas que pueden llevar al fracaso, desde tener un tiempo óptimo de gelación, incertidumbre en la gelación por degradación de deformación, disolución del gel por la formación de agua, cambios en la composición por el contacto con los minerales y fluidos de los yacimientos y daños infligidos en zonas petroleras no barridas de baja permeabilidad.^[26] Mientras que los PPG son sintetizados usando instalaciones de superficie para sobrepasar los defectos asociados con los geles in-situ y que la red en 3D del gel se forme fuera del yacimiento.^[27]

Los hidrogeles son materiales entrecruzados para absorber grandes cantidades de agua sin disolverlos. Estos geles son materiales inteligentes que exhiben variación de hinchamiento en respuesta a los cambios en el medio como la temperatura, salinidad, tipo de surfactantes, pH, etc. Los PPG son hidrogeles amigables con el medio ambiente, fuertes y tienen control en el tamaño de partícula con propiedades mecánicas ajustables y control de hinchamiento.^[27] Normalmente tienen forma de polvo seco y rígido, sin embargo, después de hincharse en agua, presentan comportamiento viscoelástico permitiendo que las partículas de gel hinchadas entren por poros más pequeños que su propio tamaño. Por

lo tanto, el hinchamiento y la elasticidad son las propiedades principales de los PPG para la recuperación mejorada de petróleo.^[26]

Para la síntesis de PPG, se utiliza comúnmente la polimerización por radicales libres de acrilamida, ácido acrílico, N,N'-metilenbisacrilamida (como entrecruzante) y persulfato de amonio (como iniciador). El gel seco se rompe en partículas que son inyectadas en suspensión hacia las zonas objetivo. De esta manera, las partículas forman un tipo de polímero superabsorbente que pueda hincharse, varias veces su peso seco, al absorber el agua para detener o desviar el agua en los canales de fractura y evitar zonas conductuales en zonas de alta permeabilidad. Las partículas de gel deben transportarse a través de dichas fracturas lo que ocasiona que los afluentes de agua se reduzcan y la eficiencia de barrido de petróleo sea mejorada.^[28]

La nueva dirección que se está tomando con respecto a los tratamientos de partículas de gel es desarrollar partículas blandas, pequeñas en tamaño (micro o nanométricas) y con hinchamiento controlable que vayan a expandir la aplicación de los PPG a los yacimientos petroleros sin canales o fracturas de alta permeabilidad.^[25]

La tabla 1 muestra las ventajas de los PPG con respecto a los geles in-situ tradicionales.

Tabla 1. Comparación entre PPG y geles in-situ.^[25]

		PPG	Gel in-situ
Reacción química		Partícula manufacturada, no reacciones in-situ	Afectado por las interacciones de roca y fluidos de los yacimientos
Viscosidad		Suspensión, baja viscosidad	Disolución química, alta viscosidad
Resistencia a la temperatura		120 °C	Usualmente por debajo de 90°C dependiendo del polímero
Resistencia a la salinidad		Cualquier sal y concentración	Más sensible a iones divalentes dependiendo del polímero
Posible daño en la formación		Partícula inteligente que entra a zonas/intervalos escogidos	En la inundación de polímero durante la inyección. Se puede formar el gel en zonas de baja permeabilidad.
Preparación de fluidos	Agua	Cualquier agua conveniente	Usualmente se requiere agua fresca
	Mezcla	Rápida, bien dispersa	Por lo menos de 30-60 minutos
Esquema de inyección		Fluido pesado y lento, inyección alterna de PPG/agua	Consecutiva, no se permite la alternancia de fluidos pesados y lentos de agua/químicos
Monitoreo de presión como indicador durante la inyección		Rápido, buen diagnóstico para ajustar el tamaño de partícula, fuerza y concentración	No es un diagnóstico para el comportamiento del gel
Costos		Una sola composición	Polímero + Entrecruzante + Aditivos
Ambiental		Amigable (agua salina)	Usualmente se requiere agua fresca

3.1.2.3. Nanocompuestos

Los hidrogeles poliméricos (geles OR) orgánicos, entrecruzados y convencionales exhiben propiedades mecánicamente débiles, dado que las cadenas de polímeros están restringidas molecularmente por un gran número de enlaces entrecruzados. Esto ocasiona que no se comporten como cadenas de polímeros lineales flexibles al someterse a estímulos externos. Esto ha llevado a que muchas aplicaciones potenciales de geles OR convencionales sean abandonadas debido a estas limitaciones.^[27]

Los nanocompuestos (NC) son materiales funcionales que consisten en componentes orgánicos e inorgánicos inmiscibles que tienen estructuras de red moleculares complejas a escala nanométrica. Los geles NC se preparan mediante polimerización de radicales libres

in-situ de un monómero (por ejemplo, acrilamidas N-sustituidas) en presencia de plaquetas de arcilla inorgánica uniformemente dispersas en un medio acuoso. Debido a su estructura de red orgánica (polímero)/inorgánica (arcilla), los geles NC logran una alta resistencia, excelentes propiedades mecánicas y sensibilidad al estímulo.^[29]

Una de las características de los geles NC es que pueden soportar altos niveles de deformación en forma de compresión y alargarse a más del 1000% de su longitud original. Por lo tanto, presentan una mejoría en sus propiedades en comparación a los geles OR.^[29]

3.1.2.4. Mejorados

Los PPG convencionales de homopolímero muestran propiedades adecuadas para la aplicación a los campos petroleros, como el tamaño de partículas fácilmente ajustables (desde μm hasta mm), capacidad de hinchamiento en salmuera, resistencia a medios salinos, propiedades mecánicas e hinchamientos ajustables. La mayoría de los tratamientos basados en PPG han sido aplicados en los campos maduros de manera exitosa, pero son muy pocos los reportes experimentales para entender la termoestabilidad del PPG en condiciones de yacimiento.^[3]

Algunos campos petroleros en México tienen yacimientos con condiciones severas que han generado investigaciones de PPG con un mejoramiento en sus características. Aunque los PPG más usados son los de redes homopoliméricas basadas en acrilamida, bajo condiciones ambientales severas de salinidad, dureza y temperatura, estos PPG se someten a sinéresis y a una degradación en la estructura molecular. Se ha encontrado que al incorporar sal de AMPSNa y vinilpirrolidona se producen polímeros con un aumento en la sensibilidad a salinidad y un incremento en la resistencia del polímero a la hidrólisis. También se ha demostrado que al adicionar arcilla al PPG homopolímero mejora significativamente sus propiedades mecánicas.^[3]

Los geles de partículas preformadas (PPG) de nanocompuestos se utilizan como agentes para mejorar la inyección o producción de pozos con alta temperatura y salinidad. La estabilidad química de estos PPG convencionales, basados en homopolímero de acrilamida, se mejoró al incorporar una proporción optimizada de nuevos grupos funcionales en su estructura para soportar las severas condiciones de yacimiento. Los PPG modificados se sintetizan mediante polimerización por entrecruzamiento vía radicales libres a temperatura ambiente utilizando acrilamida, vinilpirrolidona y sal de 2-acrilamido-2-

metilpropano sodio sulfónico como monómeros y N,N-metilenbis(acrilamida) como entrecruzante. Al añadir a la formulación una dispersión de bentonita modificada sus propiedades mecánicas mejoran significativamente.^[3]

3.1.2.5. Supramoleculares/Doble red

Los hidrogeles se pueden dividir en dos categorías principales a partir de los tipos de fuerzas por el entrecruzamiento: hidrogeles sintéticos e hidrogeles supramoleculares. Los hidrogeles sintéticos se forman a partir de enlaces entrecruzados químicamente entre las cadenas de polímero mediante enlaces covalentes no reversibles. Sin embargo, estos hidrogeles son a menudo frágiles y sin la capacidad de recuperarse cuando se rompe la red entrecruzada. Los hidrogeles supramoleculares combinan las ventajas de los hidrogeles sintéticos con las ventajas de los polímeros supramoleculares y son una clase nueva de materiales poliméricos entrecruzados no covalentemente. Estos hidrogeles supramoleculares son un tipo de hidrogel que consisten en una red sólida 3D con enlaces no covalentes como los puentes de hidrógeno, interacciones hidrofóbicas, interacciones catión- π e interacciones π - π .^[30]

Se sintetizan a partir de moléculas hidrofílicas o de una perturbación particular, de un estado físico o químico, para desencadenar una transición de fase de solución a hidrogel y dicha perturbación puede ser un proceso físico, químico o enzimático. El cambio de temperatura es el estímulo físico más común para desencadenar la formación de un hidrogel supramolecular, el proceso químico más común es el cambio de pH y muchos experimentan una transición sol-gel en respuesta a una disminución de la temperatura, lo que da como resultado hidrogeles térmicamente reversibles. La hidrogelación supramolecular ocurre en el agua debido a interacciones débiles, interacciones hidrofóbicas o enlaces de hidrógeno, de las cuales la fuerza de las interacciones depende de la temperatura.^[31]

3.1.2.6. Híbridos

Se ha estudiado la síntesis de nuevos tipos de hidrogeles conocidos como híbridos, ya que poseen tanto una red tridimensional orgánica como otros materiales dispersos en su estructura, como las arcillas, que permiten obtener una combinación de propiedades superiores al hidrogel convencional.^[32]

En el pasado, esta clase de materiales blandos a menudo se consideraba débil y frágil debido a su estructura muy hinchada, pero la alta demanda en materiales poliméricos resistentes ha hecho que se desarrollen hidrogeles robustos.^[33] Los hidrogeles de

entrecruzamiento híbridos consisten en entrecruzamiento covalente y no covalente. El entrecruzamiento físico disipa la energía mediante la destrucción y la reorganización, mientras que el entrecruzamiento químico sostiene la construcción del esqueleto.^[34]

En varios estudios, se ha observado que estos hidrogeles híbridos han exhibido excelentes propiedades mecánicas y una buena recuperación.^[34]

3.1.3. Comportamiento del gel

3.1.3.1. Interacciones supramoleculares

Las interacciones no covalentes representan la energía que mantiene unidas las especies supramoleculares y, en comparación con las interacciones covalentes, son consideradas más débiles con fuerzas desde 2 kJ/mol hasta 300 kJ/mol. Sin embargo, cuando estas interacciones trabajan juntas, un complejo supramolecular estable puede existir.^[35]

Las interacciones electrostáticas describen la fuerza de atracción entre dos especies ionizadas, total o parcialmente, con cargas opuestas. Son las responsables de la atracción o repulsión entre objetos con carga eléctrica y establece que dos cargas del mismo signo se repelen, mientras que dos cargas de signos opuestos se atraen.^[36]

La tabla 2 muestra un resumen de los diferentes tipos de interacciones supramoleculares, su fuerza y algunos ejemplos de cada interacción.

Tabla 2. Resumen de las interacciones supramoleculares.^[35]

Interacción	Fuerza [kJ/mol]	Ejemplo
Ion-ion	200-300	Cloruro de tetrabutilamonio
Ion-dipolo	50-200	Sodio 15-corona-5
Dipolo-dipolo	5-50	Acetona
Puentes de hidrógeno	4-120	--
Catión- π	5-80	K ⁺ en benceno
π - π	0-50	Benceno y grafito
van der Waals	< 5 kJ/mol pero varía dependiendo del área de la superficie	Argón; empaquetado en cristales moleculares

3.1.3.2. Tipos de enlaces

3.1.3.2.1. Covalente

Los enlaces covalentes son las fuerzas presentes cuando dos o más átomos se unen para crear una molécula. Estos enlaces interatómicos formados se llaman covalentes o enlaces químicos.^[37]

Cuando los electrones se comparten, en vez de transferirse, se forman los enlaces covalentes y son los más comunes en los compuestos orgánicos.^[38] De igual manera, se forma un enlace covalente cuando no hay suficientes electrones para que cada átomo individual tenga un octeto completo.

Hay dos tipos de fuerzas atractivas en compuestos covalentes:

- 1) Fuerza que mantiene unidos a los átomos en una molécula. Medida cuantitativa de esta atracción que está dada por la energía de enlace.
- 2) Fuerza de atracción que opera entre moléculas y se llama fuerza intermolecular.

Tabla 3. Fuerza de los enlaces covalentes.^[37]

Tipo de enlace	Fuerza (kJ/mol)
$C\equiv N$ (HCN)	870
$C=O$ (HCHO)	690
$C=C$ (C_2H_4)	600
O-H (H_2O)	460
C-H (CH_4)	430
Si-O	370
C-C (C_2H_6)	360
C-O (CH_3OH)	340
N-O (NH_2OH)	200
F-F (F_2)	150

La fuerza de un enlace covalente depende de otros enlaces que hay cerca de la molécula. Por ejemplo, la fuerza de enlace de C-H puede ser tan baja como 430 kJ/mol (en CH_4) así tan alta como 870 kJ/mol (en $H-C\equiv N$).^[37]

3.1.3.2.2. Iónicos

Un enlace iónico son las fuerzas electrostáticas que mantienen unidos a los iones en un compuesto iónico, los cuales se forman mediante la transferencia de uno o más electrones de un átomo a otro.^[39] La principal razón por la que los compuestos iónicos son estables es la atracción entre iones de carga diferente. Al atraerse los iones, liberan energía ocasionando que los iones formen redes sólidas y cristalinas en lugar de moléculas individuales ^[39,40]

3.1.3.2.3. Puentes de Hidrógeno

El enlace de hidrógeno es un tipo de atracción intermolecular entre el átomo de hidrógeno en un enlace polar (especialmente enlaces H-F, H-O o H-N) y un par de electrones no compartidos en un ion o átomo electronegativo pequeño cercano (generalmente un átomo de O, F o N en otra molécula). Los enlaces de hidrógeno pueden considerarse atracciones dipolo-dipolo únicas.^[41]

3.1.3.3. Relación de hinchamiento al equilibrio (Equilibrium Swelling Ratio, ESR, por sus siglas en inglés)

Los hidrogeles poseen la capacidad de absorber agua y expandirse al entrar en contacto con soluciones acuosas. Esta propiedad es indicativa de la capacidad de las partículas de gel para obstruir los poros en los métodos de corte de agua.

La ESR se define como la relación en peso del agua absorbida al gel seco dada por la siguiente ecuación:^[27]

Ecuación 3. Relación de hinchamiento al equilibrio (ESR).

$$ESR = \frac{W_S - W_D}{W_D}$$

Donde W_S y W_D representan el peso del hidrogel hinchado y el peso del hidrogel seco, en gramos.

La ESR desempeña un papel fundamental en la eficiencia de los proyectos de tratamiento polimérico, ya que tiene un impacto significativo en el índice de inyectividad de un pozo y afecta el bloqueo en el medio poroso. En este sentido, un mayor valor de ESR indica una mayor eficiencia en el taponamiento del PPG en los tratamientos de recuperación de petróleo.^[27]

A continuación, se presentan las explicaciones sobre cómo la variación de factores, tanto en la formulación del PPG como en el ambiente, pueden afectar la relación de hinchamiento del gel:

Efecto de la temperatura

El incremento de la temperatura puede modificar las interacciones iónicas en la estructura del polímero y esto se convierte en un factor determinante en la ESR de un gel. El comportamiento de cambio de volumen de los hidrogeles en agua se ve influenciado significativamente por los enlaces de hidrógeno. A medida que la temperatura aumenta, los enlaces de hidrógeno en el agua y las moléculas de agua atrapadas en la red del hidrogel se debilitan o se rompen. Esto permite que las moléculas de agua se vuelvan más libres y las interacciones de grupos carbonatados hidrófobos dominen el comportamiento. Sin embargo, al alcanzar temperaturas alrededor de 100°C, los grupos amida (-CONH₂) presentes en el PPG experimentan hidrólisis térmica, convirtiéndose en grupos carboxilos (-COOH). El aumento de la hidrólisis debilita la estructura del polímero ocasionando un colapso resultando en una menor capacidad de hinchamiento.^[27,42]

En la figura 11 se observa que a los 80°C la ESR del gel evaluado disminuye con el aumento de la temperatura. Esto se debe al entrecruzamiento iónico con cationes metálicos divalentes que se debilita o rompe a altas temperaturas, lo que contribuye a la disminución de la ESR.^[26,27,28]

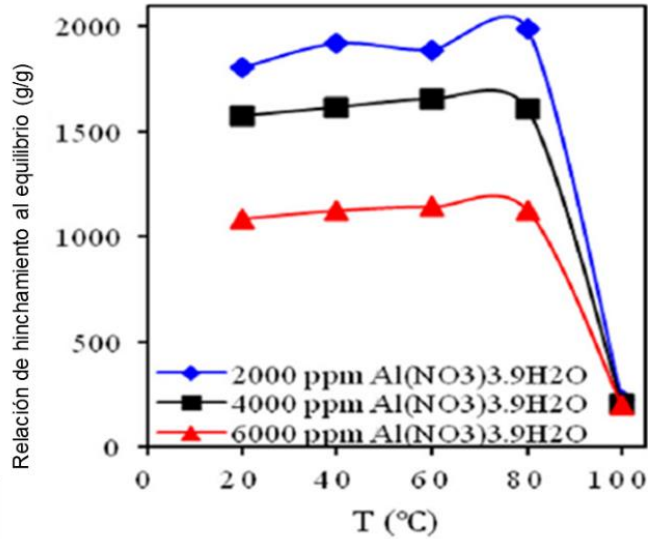


Figura 11. Efecto de la temperatura en la relación de hinchamiento al equilibrio del PPG. Reproducido de [28] con el permiso de *Elsevier Science & Technology Journals*.

Efecto de la concentración de monómeros, entrecruzante, iniciador y arcilla.

A partir de investigaciones realizadas sobre el efecto de la concentración de monómeros y entrecruzante en el hinchamiento, se observó que la concentración de monómeros no tiene un efecto significativo en la relación de hinchamiento al equilibrio (figura 12). Mientras que el aumento en la concentración del entrecruzante presenta una disminución de la ESR (figura 13). Este comportamiento se atribuye al entrecruzante que forma una red tridimensional con el grupo funcional -CONH- de la molécula durante el proceso de polimerización. Al aumentar la concentración de entrecruzante, más grupos hidrofílicos toman parte en la gelificación ocasionando que la red tridimensional tenga un aumento en su densidad. Lo anterior genera una restricción de la entrada del agua en la estructura del PPG.^[42,43]

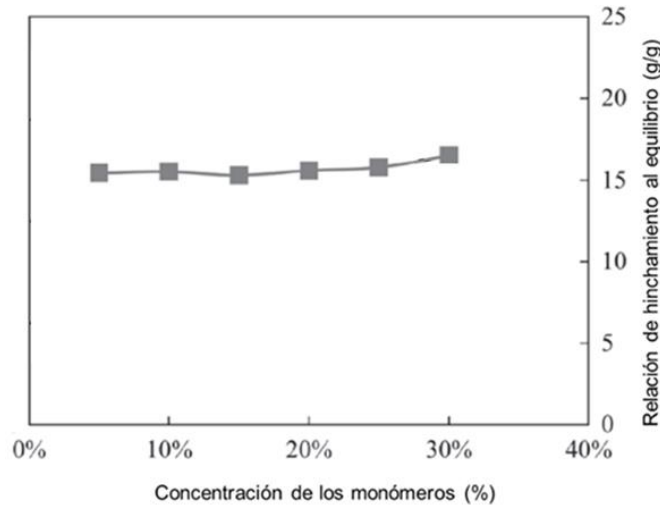


Figura 12. Efecto de la concentración de los monómeros en la relación de hinchamiento al equilibrio del PPG. Reproducido de [43] con permiso de *Society of Petroleum Engineers (SPE)*.

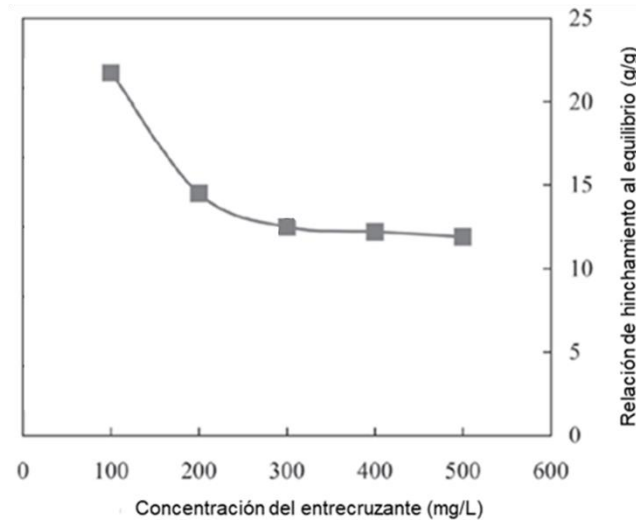


Figura 13. Efecto de la concentración del entrecruzante en la relación de hinchamiento al equilibrio del PPG. Reproducido de [43] con permiso de *Society of Petroleum Engineers (SPE)*.

La concentración de iniciador afecta el grado de entrecruzamiento en un proceso de polimerización, ya que un aumento en la concentración ocasiona una alta densidad de entrecruzamiento.^[44] En la figura 14 se observa una relación de hinchamiento al equilibrio más alta a concentraciones bajas de iniciador. Este comportamiento se debe a un aumento

de radicales libres ocasionado por un aumento en la concentración de iniciador. Los radicales libres afectan las longitudes de cadena causando una alta densidad de entrecruzamiento, reduciendo el tamaño de los espacios en la red polimérica, limitando la absorción de agua en la estructura del gel.^[45,46]

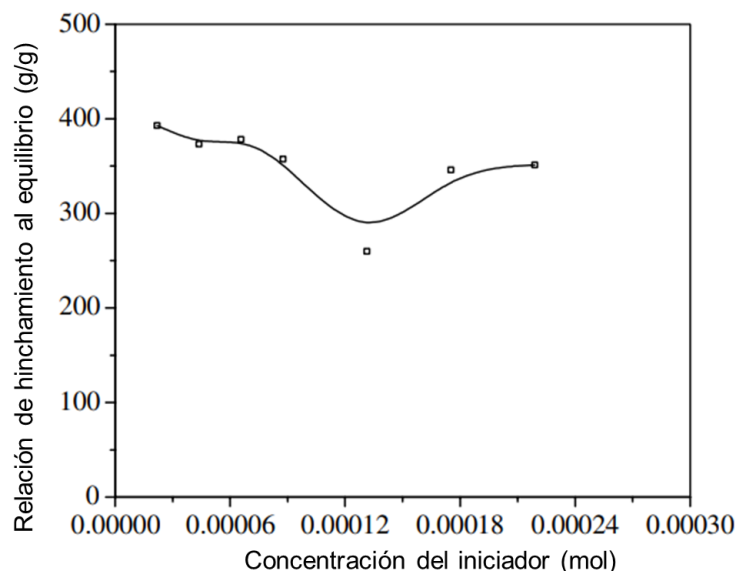


Figura 14. Efecto de la concentración del iniciador en la relación de hinchamiento al equilibrio. Reproducido de [44] con permiso de *ELSEVIER B.V.*

En general, para la síntesis de PPG, se utiliza la arcilla de bentonita con el propósito de reforzar el PPG compuesto. Se ha observado que la relación de hinchamiento al equilibrio disminuye con la adición de arcilla y alcanza un equilibrio cuando la concentración de la arcilla es de aproximadamente 5%w (figura 15). La arcilla de bentonita tiene cargas superficiales negativas y positivas donde la poliacrilamida hidrolizada puede unirse a la superficie por fuerzas de coulomb (Ley de Coulomb).^[43]

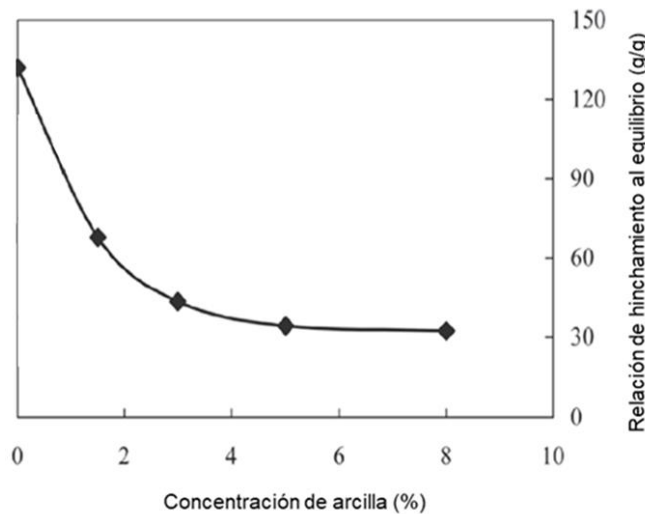


Figura 15. Efecto de la concentración de arcilla en la relación de hinchamiento al equilibrio del PPG. Reproducido de [43] con permiso de *Society of Petroleum Engineers (SPE)*.

Efecto de la salinidad y de la dureza (Ca^+ , Mg^+)

La salinidad del agua es importante en la relación de hinchamiento al equilibrio de los PPG, ya que al tener baja salinidad la relación de hinchamiento al equilibrio aumenta de manera significativa y la resistencia se reduce.^[47] Este comportamiento se debe a las fuerzas eléctricas repulsivas que separan a las moléculas en el gel y crean más espacio para que entre agua a la estructura. Sin embargo, cuando el gel se hincha en agua de alta salinidad y dureza, el grupo de cargas negativas se va a balancear por los cationes y va a restringir la absorción del agua.^[43]

Los cationes divalentes, como calcio (Ca^{2+}), en el medio acuoso reducen la capacidad de hinchamiento de los geles, en comparación con los iones monovalentes a una misma concentración salina (figura 16). Los cationes divalentes tienen una carga positiva e interactúan con las cargas negativas en la estructura del gel, formando entrecruzamientos adicionales, que disminuyen la movilidad y la capacidad de absorción de agua de la red polimérica.^[43]

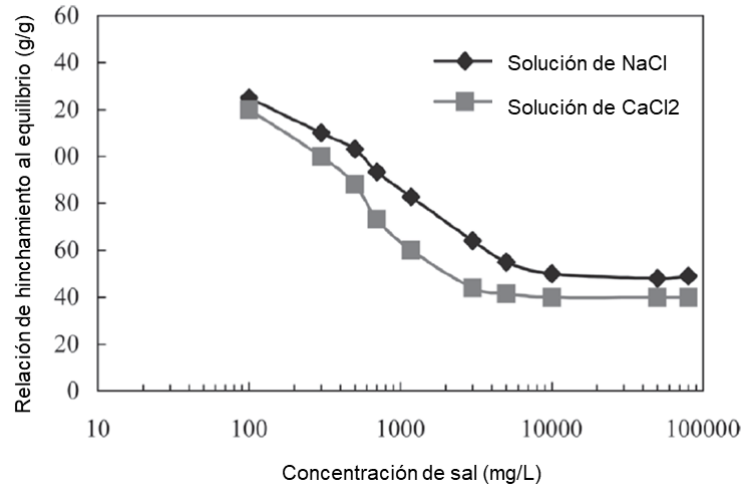


Figura 16. Efecto de la concentración de sal en la relación de hinchamiento al equilibrio del PPG. Reproducido de [43] con permiso de *Society of Petroleum Engineers (SPE)*.

3.1.3.4. Estabilidad

3.1.3.4.1. Efecto de la salinidad

Seidy-esfahlan et al.^[26] condujeron evaluaciones reológicas de dos PPG (ordinario base acrilamida y nanocomposito compuesto por nanogeles) con el objetivo de investigar el comportamiento elástico y viscoso a diferentes concentraciones de salinidad.

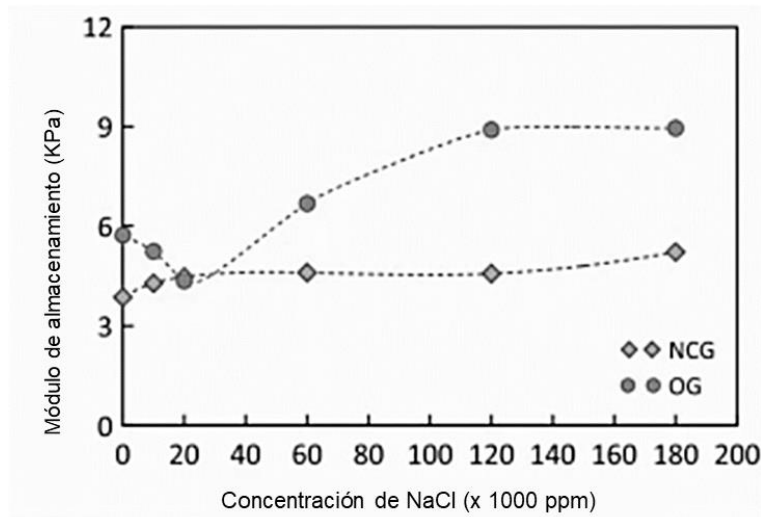


Figura 17. Módulo de almacenamiento vs concentración de salinidad a una frecuencia de 0.32 Hz de un PPG ordinario (OG) y un PPG nanocomposito (NCG). Reproducido de [26] con el permiso de *Springer Nature BV*.

En la figura 17 se observa que el PPG nanocomposito mantiene valores constantes del módulo de almacenamiento a medida que aumenta la salinidad, mientras que el PPG ordinario muestra una dependencia con la salinidad. Esto indica que el PPG nanocomposito tiene una mayor resistencia a los cambios de salinidad en comparación con el PPG ordinario.^[26]

3.1.3.4.2. Concentración de los monómeros, entrecruzante, iniciador, monómeros y arcilla

Efecto de la concentración de monómeros y entrecruzante

En la figura 18 se observa un aumento en la resistencia del PPG hasta una concentración de monómeros de 15%w, a concentraciones mayores existe una disminución de sus propiedades reológicas. Por otro lado, en la figura 19 se observa un aumento en la resistencia del PPG al aumentar la concentración del entrecruzante. El aumento en la resistencia del gel es causado por el aumento en la densidad de la red, causada por el aumento en la concentración de entrecruzante, concluyendo que la resistencia del gel está en función de la concentración de entrecruzante. Esto indica que la concentración del entrecruzante es muy importante para la estructura y propiedades del gel. Por lo tanto, a una proporción óptima de éstos, el gel tiene mejor resistencia y módulo de almacenamiento.^[43]

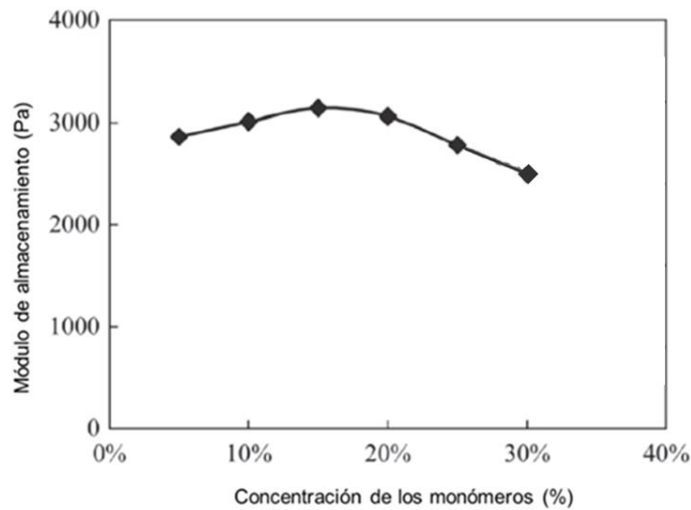


Figura 18. Efecto de la concentración de los monómeros en el módulo de almacenamiento del PPG. Reproducido de [43] con permiso de Society of Petroleum Engineers (SPE).

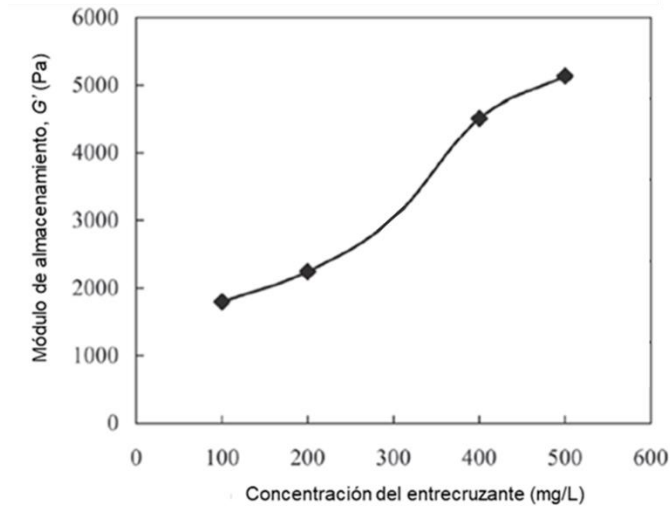


Figura 19. Efecto de la concentración del entrecruzante en módulo de almacenamiento del PPG. Reproducido de [43] con permiso de Society of Petroleum Engineers (SPE).

Efecto de la concentración del iniciador

En la figura 20 se observa que una mayor concentración del iniciador presenta un mínimo efecto en el módulo de almacenamiento.^[45,46]

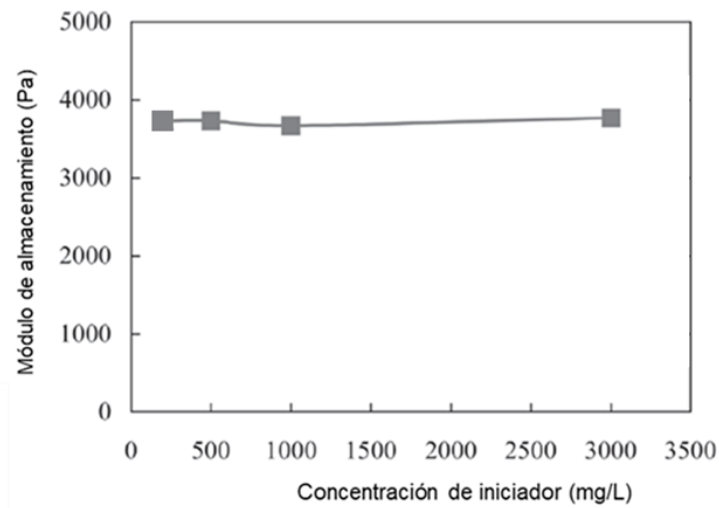


Figura 20. Efecto de la concentración del iniciador en el módulo elástico y tiempo de gelificación del PPG. Reproducido de [43] con permiso de Society of Petroleum Engineers (SPE).

Efecto de la concentración de la arcilla

A partir de la discusión realizada sobre el efecto de la concentración de arcilla en la relación de hinchamiento al equilibrio, se agrega que la densidad del grupo funcional hidrofílico disminuye cuando se introduce la arcilla y las propiedades físicas del gel mejoran de manera significativa. Esto se observa en la figura 21, donde el módulo de almacenamiento aumenta hasta una concentración de 8%w de arcilla.^[43]

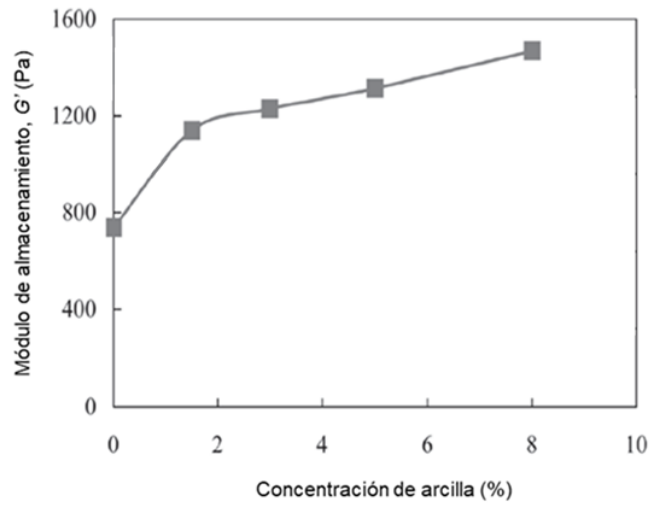


Figura 21. Efecto de la concentración de arcilla en el módulo elástico del PPG. Reproducido de [43] con permiso de Society of Petroleum Engineers (SPE).

3.1.4. Propiedades mecánicas

3.1.4.1. Reología

Es el estudio de cómo fluyen los materiales, cómo se deforman bajo una fuerza aplicada. Uno de los objetivos de la reología es conocer la deformación y la rapidez con la que se produce la deformación,^[44] así como proporcionar parámetros cuantitativos de deformación en función de la fuerza, el tiempo y la orientación espacial.

Cantidades medidas en reología:^[49]

- 1) Esfuerzo: cantidad de fuerza aplicada a un área determinada de la muestra.
- 2) Deformación: grado en que se deforma el material.
- 3) Relación de esfuerzo a deformación: define el módulo de elasticidad de un sólido y la relación de tensión a velocidad de deformación (o caudal), que determina la viscosidad de un líquido.

3.1.4.2. Viscoelasticidad

Todos los materiales presentan un grado de viscoelasticidad que pueden tender a ser elásticos o viscosos dependiendo de los valores de los módulos de cizallamiento y viscosidad, que al mismo tiempo dependen de las velocidades y magnitudes de deformación. Para diferenciar los efectos elásticos de los viscosos, se requieren mediciones en escalas de tiempo que se realizan mediante deformaciones oscilatorias a diferentes frecuencias. Por lo tanto, los datos se reportan en términos de módulos de almacenamiento (elásticos) o de pérdida (viscosos).^[49]

Cuando un material se deforma, las fuerzas termodinámicas comienzan a actuar para restaurar el estado de energía mínima. Si un material se somete a deformaciones o tensiones lo suficientemente pequeñas, como para que sus funciones reológicas no dependan del valor de la deformación o tensión, se dice que la respuesta del material está en el rango de viscoelasticidad lineal.^[50]

El comportamiento viscoelástico lineal dinámico se puede describir mediante el siguiente modelo:^[51]

Ecuación 4. Módulo de almacenamiento o elástico (G').

$$G' = \frac{\sigma_0}{\gamma_0} \cos\delta$$

Ecuación 5. Módulo de pérdida o viscoso (G'').

$$G'' = \frac{\sigma_0}{\gamma_0} \sin\delta$$

Donde:

G' = módulo de almacenamiento [Pa]

G'' = módulo de pérdida [Pa]

σ_0 = esfuerzo cortante [Pa]

γ_0 = deformación [-]

δ = ángulo de reflexión

El módulo de almacenamiento (G') representa la cantidad de energía almacenada en la estructura elástica de una muestra y el módulo de pérdida (G'') representa la parte viscosa o la cantidad de energía disipada.

Si el módulo de pérdida tiende a cero, entonces la relación G''/G' tiende a cero también. Esto quiere decir que el material puede considerarse principalmente elástico.

Ecuación 6. Tangente de pérdida.

$$\tan\delta = \frac{G''}{G'} \approx 0^\circ$$

Por lo tanto, se puede inferir que si G'' es superior a G' , el material se considerará principalmente viscoso.^[50]

3.1.4.3. Módulo de Young

Una gran cantidad de materiales cambian físicamente cuando son sometidos a esfuerzos y presentan propiedades mecánicas en respuesta al esfuerzo aplicado. Algunas de estas propiedades mecánicas son:

- Resiliencia: Capacidad de un material de tolerar perturbaciones mientras conserva su estructura y función. La resiliencia es la medida en la que la energía es almacenada en un material al someterse a deformaciones elásticas.^[52]
- Elasticidad: Capacidad de materiales sólidos a cambiar su forma, de manera temporal, al ser sometidos a un esfuerzo antes de revertirse a su forma original.^[53]
- Plasticidad: Capacidad de materiales sólidos de deformarse, o cambiar de forma de manera permanente, sin que se rompan al ser sometidos a esfuerzos externos.^[53]
- Ductilidad: Capacidad de los materiales de ceder o estirarse al ser sometidos a un esfuerzo o carga aplicada, a temperaturas normales.^[53,54]

La figura 22 presenta una curva típica de esfuerzo-deformación para un material con características de ductilidad, el cual presenta una zona elástica y una zona plástica.

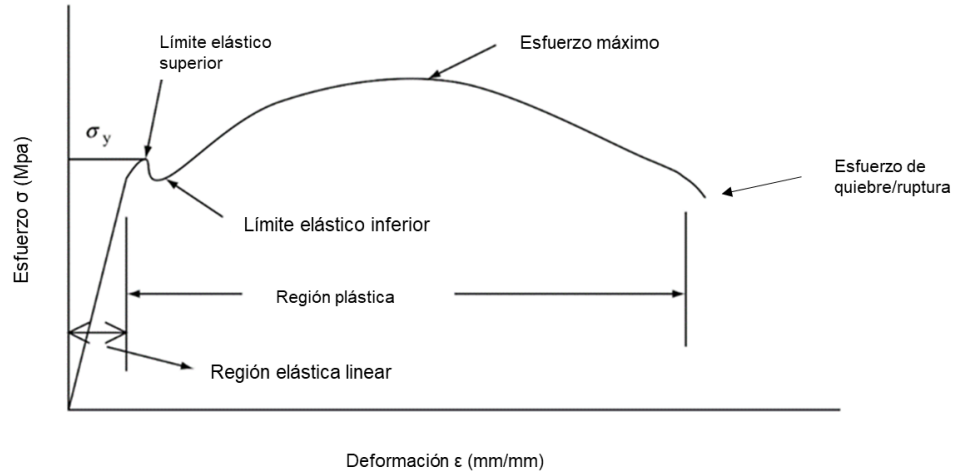


Figura 22. Diagrama esquemático de esfuerzo-deformación para acero con bajo contenido de carbono. Reproducido de [55] con permiso de *Elsevier Science & Technology Journals*.

Donde:^[54]

- σ_Y representa el esfuerzo donde inicia la resistencia y se denomina límite elástico del material.
- El esfuerzo máximo corresponde a la carga máxima aplicada.
- El esfuerzo correspondiente a la ruptura se denomina esfuerzo de quiebre o de ruptura.

Cuando se somete al material a un esfuerzo o carga, su longitud incrementa de manera lineal a una velocidad lenta, por lo tanto, la sección inicial de una gráfica esfuerzo-deformación es una línea recta con una pendiente inclinada. Sin embargo, después de alcanzar un valor de esfuerzo crítico (límite elástico) la muestra sigue presentando deformaciones con tan solo un mínimo de incremento en el esfuerzo o carga aplicada. Después de que se alcance un valor máximo de esfuerzo o carga, es suficiente con aplicar esfuerzos o cargas menores para que la muestra se siga estirando hasta que se rompa o quiebre.^[54]

- Fragilidad: Capacidad de un material a presentar una deformación plástica muy baja. El material no es capaz de tener una relajación por esfuerzos máximos resultando en una fractura en la estructura. Dicha fractura es repentina, rápida e inestable, por esta razón no hay diferencia entre el esfuerzo máximo (σ_U) y el esfuerzo de ruptura (σ_B). De igual

manera, la deformación, al momento de la ruptura, es mucho más pequeña para materiales frágiles que para los dúctiles.^[54]

En la figura 23 se presenta la gráfica de esfuerzo-deformación de un material frágil típico, el cual no presenta una zona plástica.

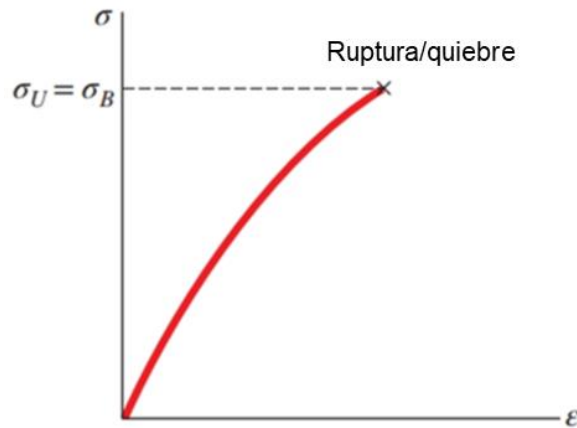


Figura 23. Diagrama esfuerzo-deformación para un material frágil típico. Reproducido de [54] con permiso de *McGraw Hill LLC*.

Los polímeros tienen un rango de comportamiento que va de frágil (a temperatura por debajo de la temperatura de transición vítrea) a muy deformable (en un material elástico no lineal, como el hule).^[54]

La mayoría de los materiales están pueden someterse a deformaciones relativamente pequeñas, involucrando solamente la porción recta de un diagrama esfuerzo-deformación. En 1678, Robert Hooke, un científico inglés, llevó a cabo experimentos que han demostrado proporcionalidad entre el esfuerzo y la deformación para medir la elasticidad de los materiales.

Ecuación 7. Ecuación del módulo de Young (E).

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon}$$

El coeficiente E del material se conoce como el módulo de elasticidad o el módulo de Young. Dado que la deformación ϵ es una cantidad adimensional, E se expresa en las mismas unidades que el esfuerzo, i.e., en pascales o unidades SI.^[54]

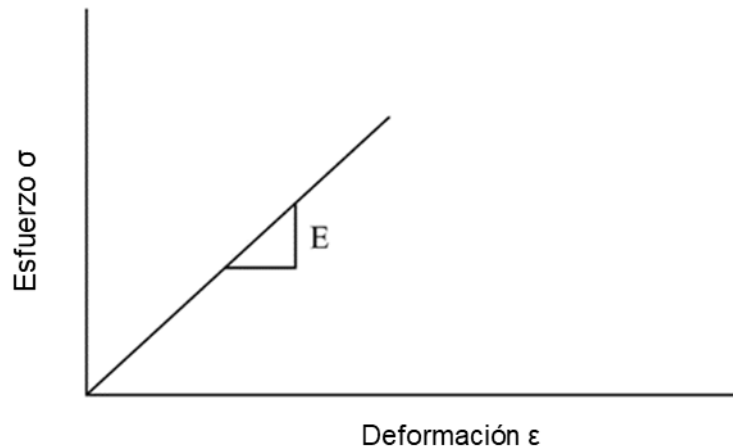


Figura 24. Gráfica esfuerzo-deformación para la obtención del módulo de Young (E). Reproducido de [55] con permiso de *Elsevier Science & Technology Journals*.

El módulo de Young depende principalmente de la composición, estructura y la naturaleza de los enlaces presentes en la estructura del material.^[56] Para metales y cerámica, E tiene un valor alto.^[54] Mientras que para hidrogeles tiene valores dentro del rango de 10^0 - 10^2 kPa.^[57,58]

3.1.4.3.1. Compresión y corte

Se han realizado experimentos para observar el comportamiento de los PPG al pasar por una garganta de poro. A partir de los experimentos, se obtuvo una relación entre la presión de entrada y la proporción del diámetro de los PPG:

Ecuación 8. Presión de entrada.

$$P_c = a \exp(bR_d)$$

Donde P_c es la presión de entrada [kPa], a y b son coeficientes no determinados relacionados a las propiedades del PPG, R_d es la proporción del diámetro del PPG a la garganta.^[59]

La figura 25 representa cuando el PPG pasa a través de la garganta de poro bajo la acción de la presión por el movimiento.

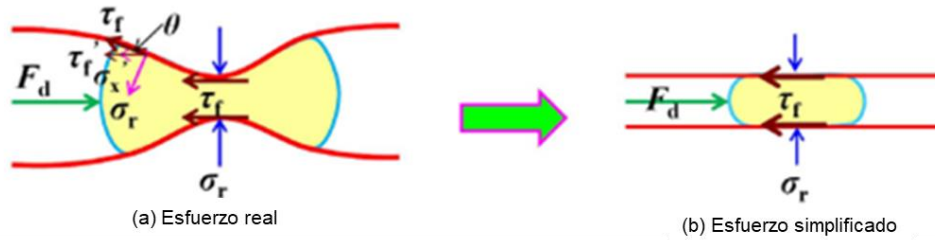


Figura 25. Esquema del diagrama simplificado del esfuerzo cuando el PPG pasa por la garganta. Reproducido de [59] con el permiso de *Society of Petroleum Engineers*.

Se obtiene la siguiente ecuación de la presión de entrada:

Ecuación 9. Diferencia en la variación de la presión de entrada.

$$\Delta P = \sigma_1 = \frac{4\pi f_t E}{(1 - \nu^2)} \left[\frac{2}{3} \left(\frac{R}{r_c}\right)^2 \sqrt{\left(\frac{R}{r_c}\right)^2 - 1} - \frac{1}{6} \sqrt{\left(\frac{R}{r_c}\right)^2 - 1} - \frac{1}{2} \left(\frac{R}{r_c}\right)^2 \arcsin \left(\sqrt{1 - \left(\frac{r_c}{R}\right)^2} \right) \right]$$

Donde σ_1 es el esfuerzo axial, E es el módulo de Young, ν es el coeficiente de Poisson, r_c es el radio del capilar y R es el radio del PPG. Se observa que la presión de entrada es una función del módulo Young, el coeficiente de Poisson, la relación del diámetro del PPG a la garganta y el coeficiente de fricción.^[59]

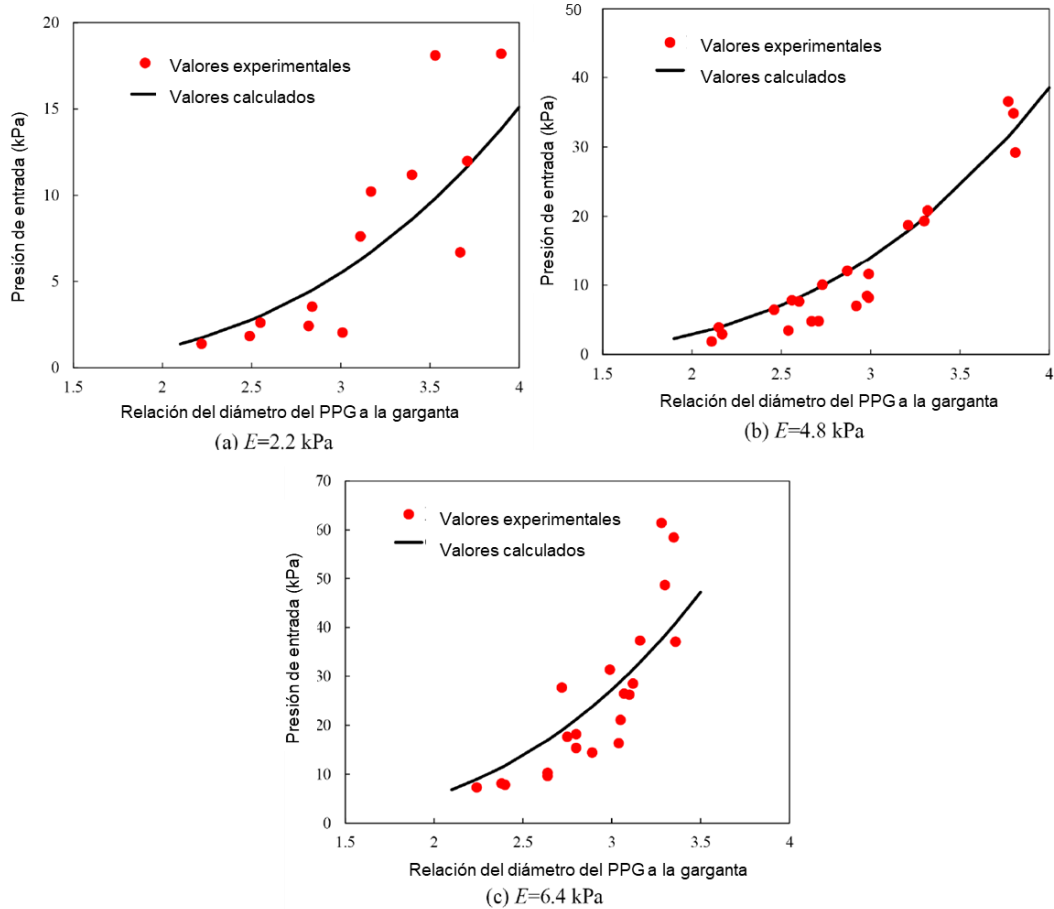


Figura 26. Presión de entrada a partir de la relación del diámetro del PPG a la garganta de poro a diferentes módulos de Young utilizando el modelo propuesto y datos experimentales. Reproducido de [59] con el permiso de *Society of Petroleum Engineers*.

En la figura 26, se observa que un incremento en el módulo de Young impacta en el aumento de la presión de entrada.

3.1.4.4. Creep-Recovery Test

Las evaluaciones Creep-Recovery permiten determinar y obtener conocimiento sobre la respuesta del material ante una carga constante y su comportamiento cuando se remueve la carga. Estas evaluaciones son útiles para estudiar los materiales bajo tasas de esfuerzos o frecuencias muy bajas, bajo largos tiempos de prueba o bajo condiciones reales.^[60]

Las evaluaciones creep se realizan de la siguiente manera:

La prueba de estrés es aplicada de manera muy rápida y los cambios en las respuestas del material son registradas como porcentaje de esfuerzo. Después, el material se mantiene

bajo esta tensión durante cierto periodo hasta que alcanza el equilibrio y una tasa constante de cambio que es graficado contra el tiempo.

En general, se han utilizado las evaluaciones creep para obtener información básica de polímeros o para examinar la respuesta de los polímeros bajo condiciones que se aproximan a aplicaciones reales.^[60]

La primera parte de una curva de creep (figura 27) se divide en tres regiones: respuesta elástica instantánea (región de la deformación inicial), deformación elástica retardada (zona de transición) y flujo viscoso en estado estacionario (región de equilibrio). La respuesta elástica instantánea es la respuesta inmediata de un material cuando se le aplica un esfuerzo, la deformación elástica retardada representa la respuesta elástica del material, pero de manera retardada y el flujo viscoso en estado estacionario representa la respuesta totalmente viscosa del material una vez que la respuesta elástica ha alcanzado su límite de esfuerzo aplicado.^[61]

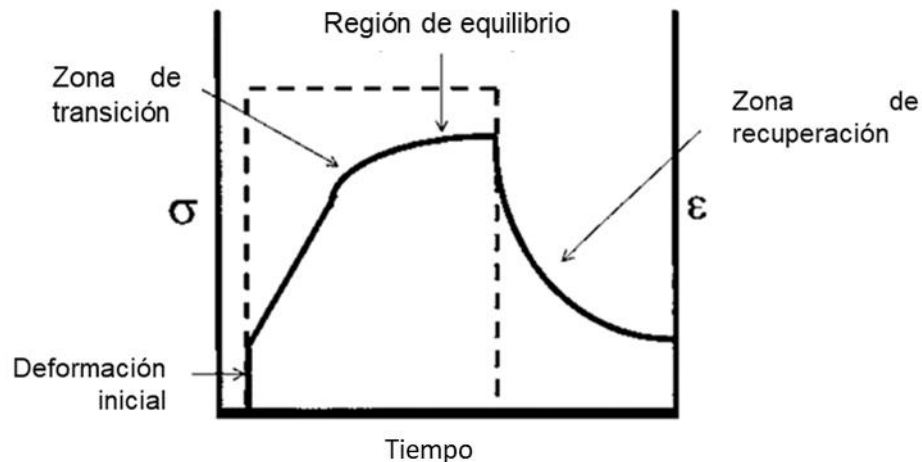


Figura 27. Curva creep-recovery vista desde un análisis mecánico dinámico mostrando la curva de esfuerzo aplicado (línea punteada) y la curva de deformación resultante (línea continua). Reproducido de [60] con el permiso de *Taylor & Francis Group LLC - Books*.

Otro tipo de evaluación es el de creep-recovery por ciclos (figura 28), donde múltiples pruebas creep se aplican a la muestra para determinar si las propiedades se degradan después de múltiples ciclos o hasta la fractura. Se utiliza para comparar materiales y predecir cuáles tienen mejor rendimiento a largo plazo.^[60]

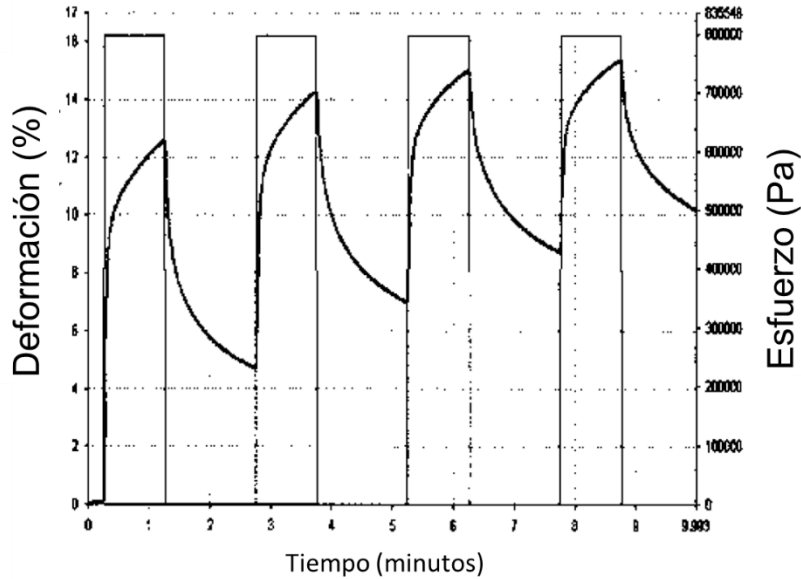


Figura 28. Curva creep-recovery por ciclos. Reproducido de [60] con el permiso de *Taylor & Francis Group LLC - Books*.

3.1.5. Caracterización analítica

3.1.5.1. Análisis elemental

Es una técnica que permite determinar el contenido total de carbono, hidrógeno, oxígeno, nitrógeno y azufre en muestras orgánicas e inorgánicas, tanto sólidas como líquidas. Esta técnica analítica es complementaria de otras de análisis estructural para la validación de la fórmula molecular de compuestos orgánicos e inorgánicos.^[62,63]

3.1.5.2. Análisis termogravimétrico (TGA por sus siglas en inglés)

Es un procedimiento para evaluar los cambios en peso de una muestra con respecto a la temperatura (o el tiempo). El TGA realiza un pesaje continuo de una pequeña muestra en un ambiente controlado mientras se aumenta la temperatura de manera lineal y una curva termoanalítica ilustra las pérdidas de masa por descomposición o desorción de gases. Este tipo de análisis es una técnica sencilla para analizar cuantitativamente el contenido de un compuesto polimérico.

La figura 29 muestra una curva típica de TGA, donde los ejes horizontal y vertical representan a la temperatura T ($^{\circ}\text{C}$) y al porcentaje de pérdida de masa. Un polímero presenta pérdida de masa por etapas cuando se somete a calor y una curva TGA presenta dicha pérdida de masa en una o múltiples etapas. El porcentaje de pérdida de masa es calculado a partir de la altura de cada etapa. De esta manera, la temperatura de pérdida de masa inicial T_i y la temperatura de pérdida de masa final T_f representan las temperaturas a

las cuales la masa comienza a disminuir y cuando deja de disminuir. El pico de temperatura en la curva DTG representa T_{max} que corresponde a la tasa máxima de pérdida de peso.^[64]

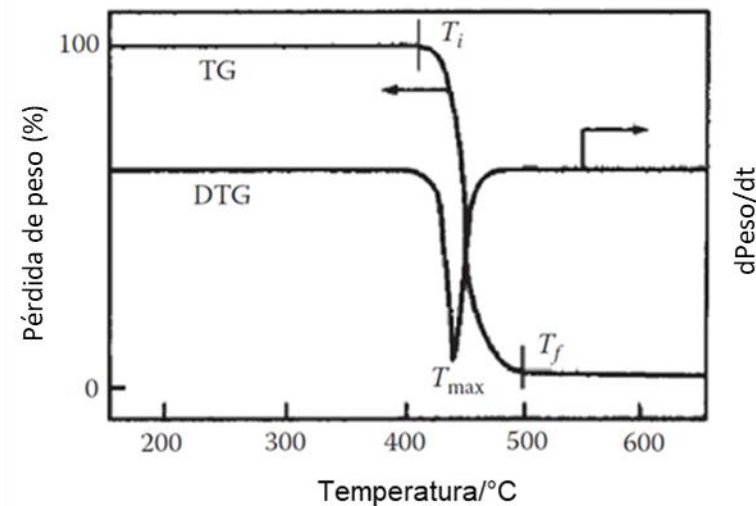


Figura 29. Curva típica de TGA. Reproducido de [64] con el permiso de *Taylor & Francis Group LLC – Books*.

La estabilidad térmica de polímeros puede ser evaluada a partir de la comparación inicial de temperaturas de descomposición, o T_{max} , en las curvas TGA.^[64]

3.1.5.3. Calorimetría diferencial de barrido (DSC por sus siglas en inglés)

Es un análisis térmico que mide la energía diferencial (calor por unidad de tiempo) entre el peso de una pequeña muestra de polímero y un molde vacío de referencia. Esta técnica es utilizada sobre todo para la caracterización de T_g (temperatura de transición vítrea), T_m (temperatura de fusión), T_c (temperatura de cristalización) y fusión de polímeros.^[65]

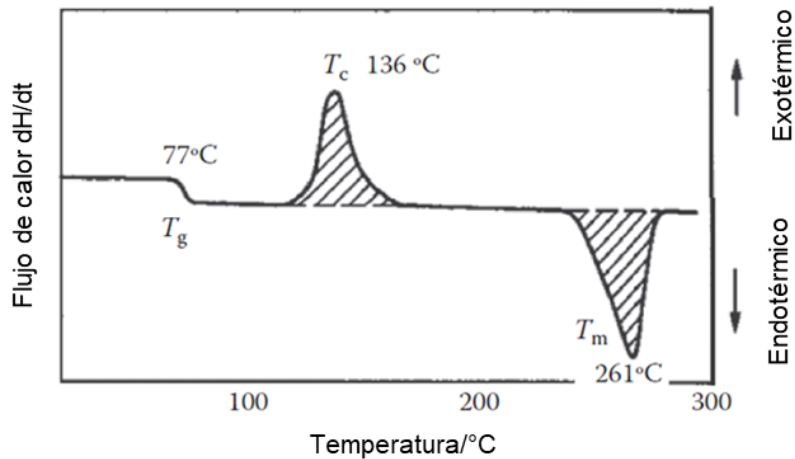


Figura 30. Ejemplo de curva DSC de polietileno tereftalato (PET). Reproducido de [65] con el permiso de *Taylor & Francis Group LLC – Books*.

En la literatura^[66] se describe que la diferencia en el comportamiento térmico entre polímeros con diferentes grados de cristalinidad está relacionada con el ordenamiento molecular y la cantidad de regiones cristalinas presentes en cada material. En general, los polímeros con estructura cristalina presentan un punto de fusión más alto que los polímeros con estructura amorfa debido a la presencia de regiones cristalinas. Estas regiones cristalinas son más densas y tienen un orden molecular más regular, por lo que requieren una mayor cantidad de energía para romper enlaces y fundir el polímero. Por otro lado, los polímeros con un bajo grado de cristalinidad o amorfos, presentan un punto de fusión menor debido al orden molecular irregular y la presencia de cadenas poliméricas desordenadas. En estos casos, las cadenas se encuentran menos organizadas y presentan menos enlaces intermoleculares, lo que ocasiona su fusión a temperaturas más bajas y con menores flujos de calor requeridos. La figura 31 es una gráfica representativa de dicho comportamiento en polímeros con diferente nivel de cristalinidad.

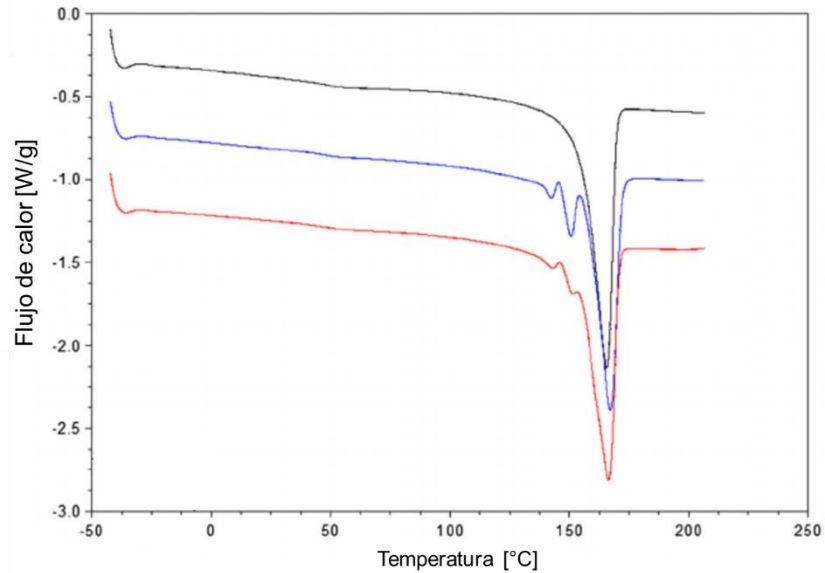


Figura 31. Curvas DSC de polímeros con diferente nivel de cristalinidad. Reproducido de [67] el cual se encuentra bajo la licencia *CC-BY 4.0* y no requiere permiso de *Springer Nature* para su reuso siempre y cuando se proporcione el crédito correspondiente a la publicación original.

El instrumento DSC se compone de un horno, controlador de temperatura, unidad de compensación de potencia y un recolector de datos (figura 32).

- Dos crisoles están presentes en el horno: uno para la muestra y otro para la referencia.
- El controlador de temperatura es el responsable de controlar la temperatura del horno.
- La unidad de compensación de potencia es la responsable de calentar un crisol para asegurar que ambos crisoles se encuentren a la misma temperatura.

El DSC determina la temperatura y el calentamiento. En el rango de temperatura objetivo, se obtiene una línea recta (línea base) bajo temperaturas programadas para mediciones realizadas sin muestras en los crisoles de muestra y referencia.^[65]

Ya que los materiales poliméricos presentan baja conductividad térmica, los resultados son afectados significativamente por la tasa de escaneo.^[65]

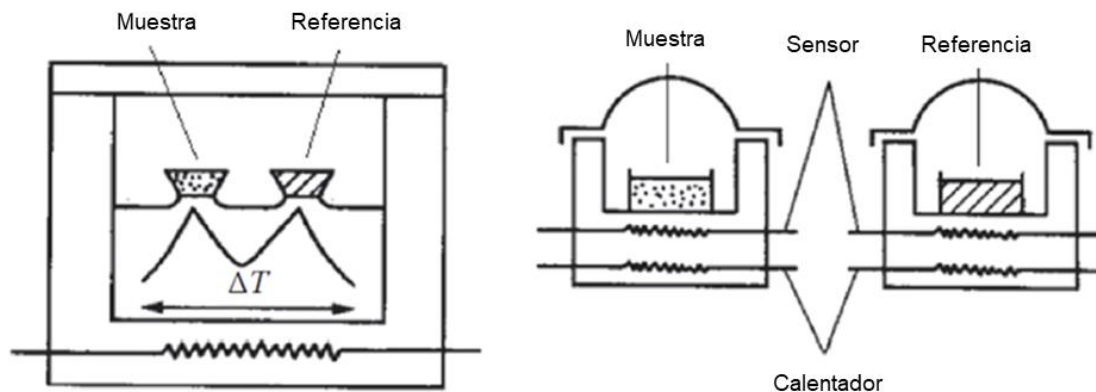


Figura 32. Esquema de un sistema DSC (izquierda: DSC de tipo flujo de calor; derecha: DSC de tipo de compensación de potencia). Reproducido de [65] con el permiso de *Taylor & Francis Group LLC – Books*.

Con el desarrollo de las técnicas de análisis térmico se han utilizado cada vez más técnicas de acoplamiento entre métodos de análisis térmico o con otros métodos cualitativos y cuantitativos. Se han podido medir, a partir de utilizar los métodos TGA-DSC de manera simultánea, comportamientos endotérmicos (pérdida de masa en descomposición térmica) o exotérmicos (pérdida de masa en proceso de combustión).^[65,66]

3.1.5.4. Espectrómetro infrarrojo de la transformada de Fourier (FTIR)

Un espectrómetro infrarrojo de la transformada de Fourier (Fourier Transform IR) que fue desarrollado a finales de los años 60. Constituye un mejoramiento del espectrómetro infrarrojo tradicional ya que puede medir simultáneamente la absorbancia de la muestra en un rango amplio de luz infrarroja con un tiempo de aproximadamente una milésima parte del tiempo que se requería por el difractor de luz del espectrómetro infrarrojo tradicional.^[68]

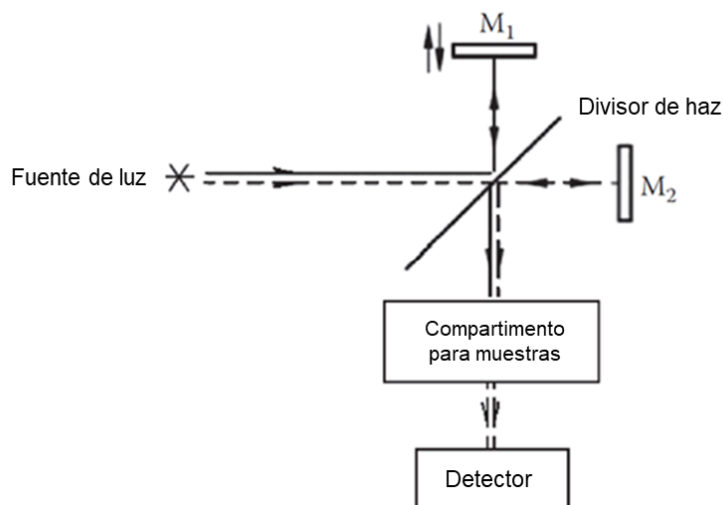


Figura 33. Esquema de un espectrómetro infrarrojo de transformada de Fourier (FTIR). Reproducido de [68] con el permiso de *Taylor & Francis Group LLC – Books*.

Varios grupos funcionales presentan vibraciones específicas, por lo tanto, estos grupos absorben la luz infrarroja (IR) de diferentes longitudes resultando en absorciones con ciertas características. Un espectro IR puede ser interpretado solamente cuando se conocen estas frecuencias (tabla 4, figura 34).^[68]

Tabla 4. Características de las frecuencias de grupos funcionales.^[68]

Rango [cm^{-1}]	Vibraciones principales de grupos funcionales
4000-3000	Vibración de estiramiento de O–H y N–H
3300-2700	Vibración de estiramiento de C–H
2500-1900	–C≡C–, –C≡N, –C=C=C– Vibración de estiramiento de C=C=O y –N=C=O
1900-1650	Vibración de estiramiento de C=O Combinación de frecuencias de vibración de flexión de C–H en aromáticos
1675-1500	Vibración de estiramiento de anillos aromáticos C=CC=N–
1500-1300	Vibración de flexión en el plano de C–H
1300-1000	Vibración de estiramiento de C–O, C–F, Si–O y C–C
1000-650	Vibración de flexión fuera del plano de C–H Vibración de estiramiento de C–Cl

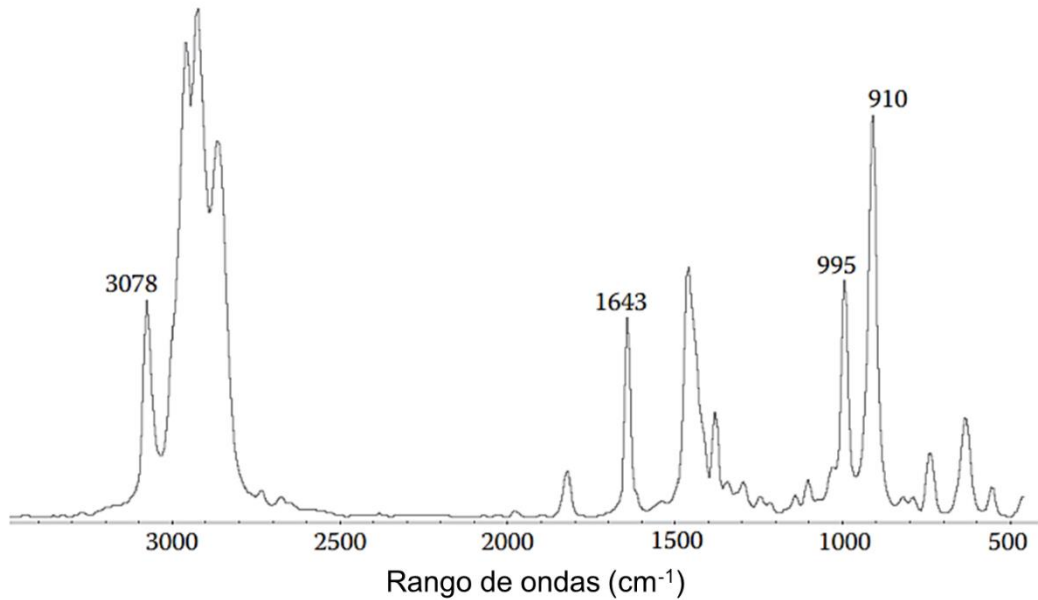


Figura 34. Espectrómetro infrarrojo del n-hexeno. Reproducido de [68] con el permiso de *Taylor & Francis Group LLC – Books*.

3.1.5.5. Microscopia electrónica de barrido (SEM por sus siglas en inglés)

Cuando un rayo de electrones escanea la superficie de una muestra, la retrodispersión de electrones resultante y electrones secundarios son detectados en una imagen SEM (*Scanning Electron Microscopy*). Es una herramienta muy útil para observaciones de morfología de superficies a alta resolución, alto rango de amplificación, alto contraste, alta intensidad de campo e intensidad de enfoque y aspecto tridimensional. Este método se ha convertido en el más utilizado para análisis microestructural.^[69]

Un SEM tiene las siguientes partes (figura 35):^[69]

- 1) Un haz de electrones de alta energía generado por un cañón de electrones que pasa por lentes electromagnéticas y enfoca la superficie de la muestra.
- 2) Escaneo punto por punto de la superficie de la muestra.
- 3) Amplificación y emisión de electrones retrodispersados excitados y electrones secundarios.

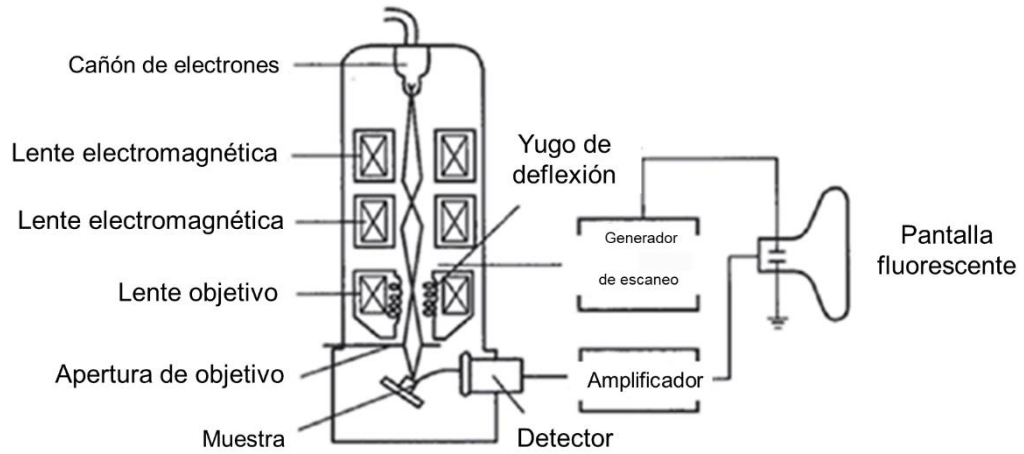


Figura 35. Esquema de un SEM. Reproducido de [69] con el permiso de *Taylor & Francis Group LLC – Books*.

Capítulo IV: Desarrollo experimental

4.1. Lista de reactivos, materiales, equipos, instrumentos y muestras utilizadas.

A continuación, se presenta la siguiente información:

- Lista de reactivos (tabla 5)
- Lista de materiales (tablas 6 y 7)
- Lista de equipos e instrumentos (tabla 8)
- Lista de las aguas utilizadas para el hinchamiento de las muestras (tabla 9)
- Lista de procedimientos utilizados (tabla 10)

Tabla 5. Lista de reactivos.

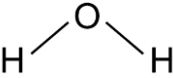
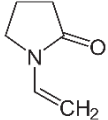
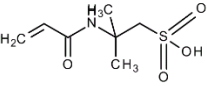
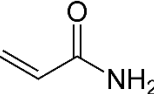
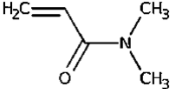
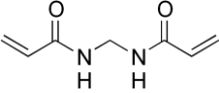
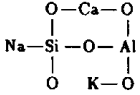
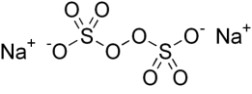
Estructura química	Nombre reactivo	Pureza	P.M. [g/mol]	Proveedor
	Agua desionizada	100%	18.02	MILLIPORE
	1-vinil-2-pirrolidona (VP)	98%	111.14	MERCK
	Ácido 2-acrilamido- 2-metilpropano sulfónico (AMPS)	99%	207.25	SIGMA
	Acrilamida (AAm)	99.8%	71.09	MERCK
	N,N- dimetilacrilamida (DMA)	99%	99.13	SIGMA ALDRICH
	N,N'-Metilenbis- acrilamida (MBA)	99%	154.17	SIGMA
	Montmorillonita sódica	99%	180.06	USIP-UNAM
	Persulfato de amonio (APS)	98%	228.18	TECSIQUIM

Tabla 6. Lista del material utilizado.

Material	Especificaciones
Vasos de precipitados	Preparación y contención de sustancias y disoluciones. Volumen de 50, 100 y 200 ml.
Pipeta volumétrica	Medición y transferencia de volumen. Volumen de 5 ml.
Espátula	Manipulación de las muestras sólidas. Metálica de doble punta.
Frascos de vidrio	Contención del producto de la reacción y las aguas sintéticas que se utilizarán para añejar el producto. Volumen de 100 y 1000 ml.
Viales de vidrio	Contención de muestras y disoluciones. Volumen de 30 ml.
Jeringas	Toma de muestras de reactivos líquidos y disoluciones. Volumen de 5 y 10 ml.
Mortero con pistilo	Moler el polímero resultante hasta obtener partículas de tamaño homogéneo.
Moldes de vidrio	Formación de placas de gel
Separadores de teflón	Establecer forma de las placas. Dimensiones de 10 cm de largo x 7 cm de alto x 0.5 cm de espesor.
Broches tipo sujeta documentos	Sujetar los moldes de vidrio y garantizar la formación de las placas de gel.
Cúter	Cortar las placas de gel que se encuentran en los moldes.
Naves de pesado	Pesar los reactivos sólidos. Charolas de plástico.

Tabla 7. Lista del material utilizado (continuación de la tabla 6).

Material	Especificaciones
Matraz bola de dos bocas	Realizar síntesis Volumen de 500 ml
Agitador magnético	Mezclar reactivos
Set de mallas para el molino IKA	Controlar el tamaño de las partículas
Set de mallas para el tamizador	Controlar el tamaño de las partículas
Geometría plato-plato 25 mm	Realizar pruebas de deformación a grandes esfuerzos, a las placas de gel, tanto de corte constante como en oscilación en el Reómetro DHR-3
Matraz aforado	Medir el volumen de los líquidos Volumen de 100 ml
Embudos	Canalizar líquidos y sólidos en recipientes con bocas estrechas Plástico para reactivos sólidos y vidrio para reactivos líquidos
Crisol de porcelana	Contención del gelante que se va a introducir en el horno
Tapones de hule sólido	Tapar las bocas del matraz bola

Tabla 8. Lista de equipos e instrumentos utilizados para la síntesis y evaluaciones de los PPG.

Equipo/Instrumento	Marca	Función
Balanza analítica	SANTORIUS	Pesado de reactivos
Recirculador F25	JULABO	Bombeo de agua
Horno de vacío	MEMMERT	Secado de productos
Molino	IKA	Moler sustancias duras o quebradizas en seco y con pocas pérdidas
Tamizador	ORTOALRESA	Colar materiales de acuerdo con los tamaños de partícula deseados
Reómetro DHR-3	TA INSTRUMENTS	Medición del flujo de materiales bajo la acción de fuerzas
Baño de temperatura	-	Control de la temperatura
Parrilla de agitación y calentamiento	THERMO SCIENTIFIC	Homogeneizar la mezcla
Medidor multiparamétrico	WTW	Medir pH
Reactor enchaquetado	ATLAS	Síntesis de AMPSNa
Sonicador	BRANSON	Homogeneización de arcilla sódica

Tabla 9. Lista de las aguas utilizadas para el hinchamiento de las muestras.

Parámetros	Medios de hinchamiento		
	Agua desionizada	Agua de baja dureza	Agua de alta dureza
Salinidad NaCl [mg/L]	0	90,984.3	200,389.0
Ca ²⁺ [mg/L]	0	4,131.2	46,476.5
Mg ²⁺ [mg/L]	0	431.1	3,488.7

Tabla 10. Lista de procedimientos.

ID USIP	Nombre del documento
MT008	Análisis termogravimétrico
MT008	Análisis de calorimetría diferencial de barrido
MT041	Método general para la realización de análisis elemental por combustión/pirólisis en muestras orgánicas
MT051	Síntesis de sal de AMPS
MT080	Preparación de arcilla sódica
MT089	Determinación de la relación de hinchamiento de PPG
MT092	Reología viscoelástica lineal
MT095	Reología oscilatoria
MT098	Análisis mecánico por compresión
MT099	Obtención de espectros FTIR utilizando la técnica de reflectancia total atenuada (ATR)
MT189	Creep Recovery Test

4.2. Procedimientos técnicos experimentales

A continuación, se describen los procedimientos técnicos que se utilizaron durante el desarrollo experimental del presente trabajo:

- Preparación de componentes para la síntesis de los PPG.
- Síntesis de PPG línea base y PPG asociativo.
- Evaluación de las propiedades mecánicas.

- Determinación de la relación de hinchamiento al equilibrio.
- Caracterización analítica del PPG que presenta las mejores propiedades mecánicas de elasticidad.

4.2.1. Síntesis

4.2.1.1. Preparación de componentes

Monómero de AMPSNa

A continuación, se describen los principales pasos de la metodología MT051_Síntesis de sal de AMPS implementada en la USIP y desarrollada de acuerdo con lo reportado en la literatura.^[70] El diagrama de flujo del procedimiento se presenta en la figura 36.

Disolución 1

- Realizar los cálculos de la cantidad deseada de reactivos.
- Pesarse la cantidad de reactivos previamente calculada.
- Colocar $\frac{3}{4}$ del volumen de agua desionizada, para la disolución 1, en el reactor enchaquetado.
- Dosificar lentamente el AMPS al agua desionizada.
- Mantener la agitación por 30 minutos a 350 RPM y disminuir la temperatura del baño a 3°C al concluir la adición del ácido.

Disolución 2

- Colocar un vaso de precipitados con agua desionizada y una barra magnética sobre una parrilla de agitación.
- Agitar a 600 RPM y dosificar lentamente el NaOH al vaso de precipitados (con el fin de evitar el calentamiento de la disolución).
- Asegurar una apariencia translúcida, de la disolución 2, al concluir la adición de NaOH.

Disolución 1 y 2

- Dosificar la disolución 2 en la disolución contenida en el reactor enchaquetado, con ayuda de una jeringa y dispensar 1 ml de la disolución cada 30 segundos.

Disolución 3

- Colocar 50 ml de agua desionizada en un vaso de precipitados de 100 ml.
- Dosificar lentamente el NaOH al vaso de precipitados evitando el calentamiento de la disolución.
- Trasvasar la disolución a un matraz aforado de 100 ml y enjuagar el remanente con agua desionizada.
- Aforar con agua desionizada a 100 ml.

- Agitar el matraz hasta diluir por completo el NaOH y obtener una disolución translúcida.

Titulación de la disolución

- Titular la mezcla de la disolución 1 y 2 con la disolución 3 hasta obtener un pH de 6.00 ± 0.30 .
- Mantener la agitación durante 14 horas y registrar el pH.

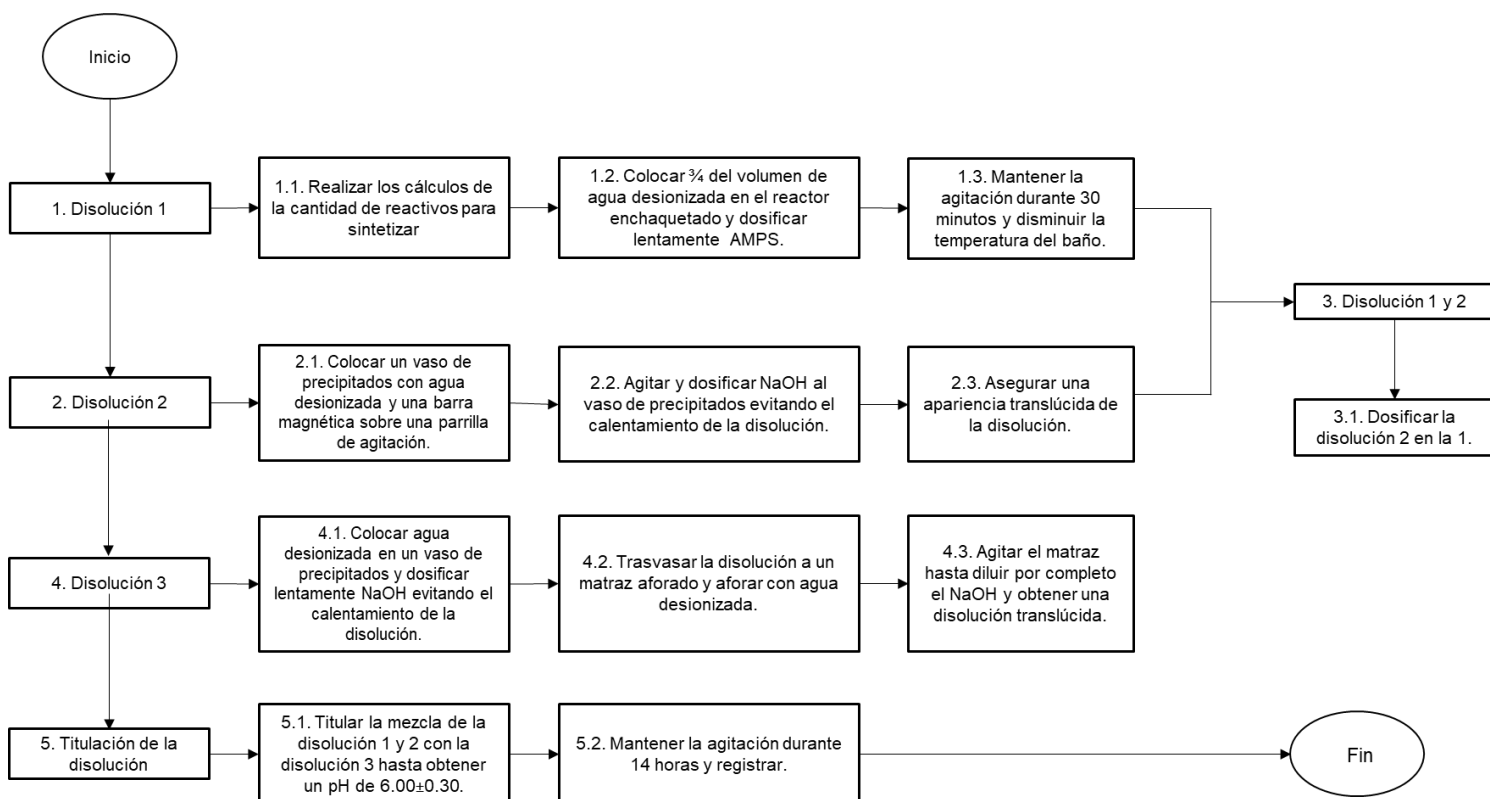


Figura 36. Diagrama de flujo de la preparación de AMPSNa.

Bentonita modificada (BM)

A continuación, se describen los principales pasos de la metodología MT080_Preparación de arcilla sódica implementada en la USIP y desarrollada de acuerdo con lo descrito en la literatura.^[3] El diagrama de flujo del procedimiento se presenta en la figura 37.

- Realizar los cálculos de la cantidad deseada de reactivos.
- Pesar la cantidad de reactivos previamente calculada.
- Colocar en un vaso de precipitados la cantidad de agua desionizada requerida y colocar una barra magnética.
- Dosificar lentamente la montmorillonita sódica en el vaso con el agua desionizada, con una agitación de 700 RPM en una parrilla de agitación magnética. Mantener la agitación hasta asegurar que la dispersión sea homogénea y no se observe la presencia de grumos o también llamados *ojos de pescado*.
- Determinar el comportamiento reológico de la bentonita dispersada, registrar la primera determinación como BM t=0h.
- Colocar la dispersión en un frasco de vidrio de 100 ml.
- Sonicar durante 60 minutos.
- Determinar el comportamiento reológico de la bentonita dispersada, registrar como reología a tiempo de una hora como BM t=1h.
- Repetir los dos puntos anteriores para el tiempo de dos horas como BM t=2h.
- Comparar los tres comportamientos reológicos de la dispersión y si no se observa un comportamiento similar después del segundo y tercer ciclo de sonicación, se debe repetir el procedimiento.

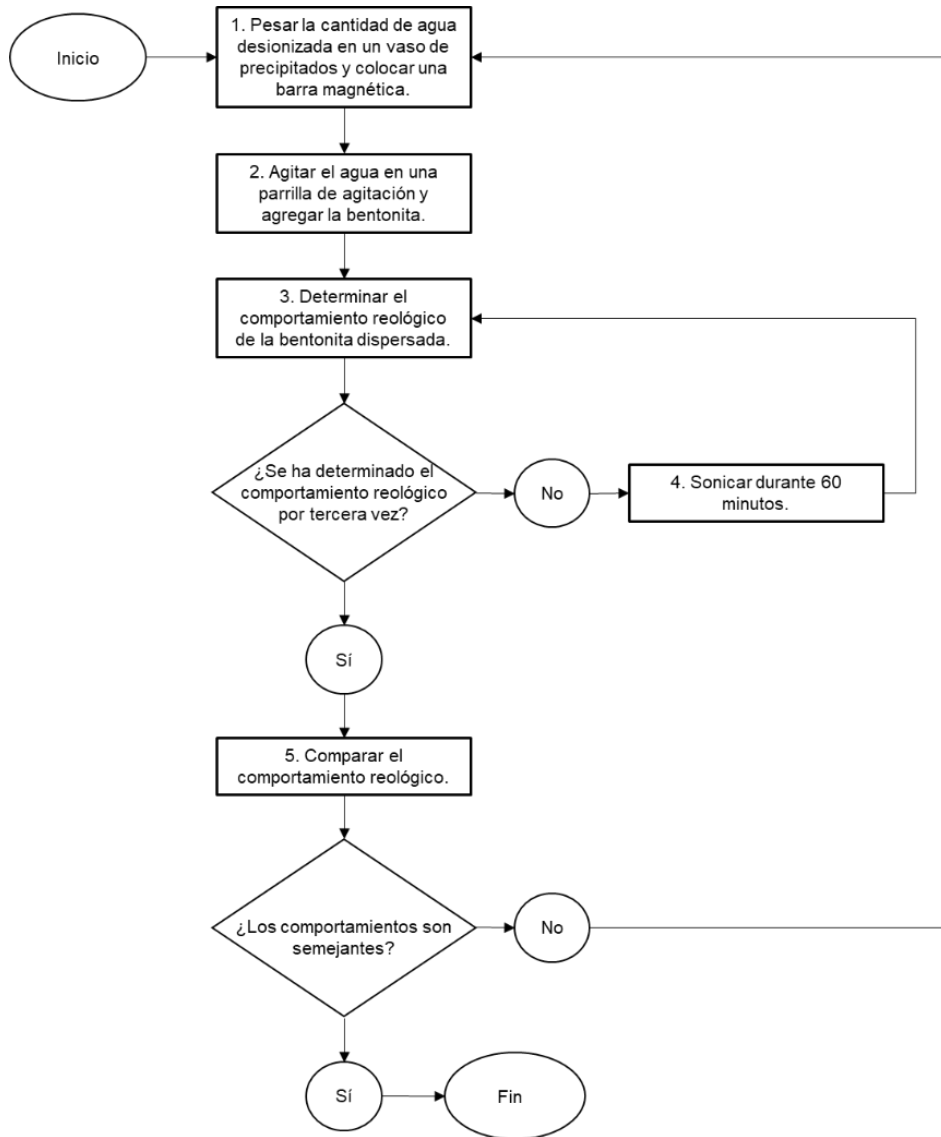


Figura 37. Diagrama de flujo de la preparación de bentonita modificada.

4.2.1.2. Síntesis del PPG línea base

A continuación, se presenta el procedimiento de síntesis del PPG línea base de acuerdo con lo especificado en la literatura.^[3] El diagrama del procedimiento se presenta en la figura 38.

- Montar el sistema de síntesis para PPG como se muestra en la figura 39.
- Pesar la cantidad de los monómeros VP, AMPSNa y AAm, del entrecruzante MBA, el iniciador APS, la BM y el agua desionizada, calculados previamente.
- Agregar el agua y la VP al matraz bola manteniendo una agitación de 700 RPM durante 10 minutos.
- Agregar con flujo lento y constante sal AMPSNa, mantener la agitación durante 10 minutos.
- Agregar la AAm, mantener la agitación durante 10 minutos.
- Medir el pH de la disolución y registrarla como pH₁.
- Agregar el entrecruzante MBA y mantener la agitación durante 20 minutos.
- Incorporar a la mezcla la suspensión completamente dispersa de BM y continuar la agitación durante 60 minutos.
- Medir el pH de la disolución y registrarla como pH₂. Este pH no debe exceder un valor de mayor del pH₁+1.
- Introducir la línea de N₂ con el objetivo de desplazar el oxígeno disuelto que actúa como inhibidor de radicales libres. Esta línea de N₂ debe tener una apertura del 5% bajo una presión de 40 psi.
- Agregar el iniciador APS y mantener las condiciones de la síntesis durante 5 minutos.
- Trasvasar el gelante a un crisol de porcelana o a un molde de vidrio si se requiere que la presentación final del PPG sea en forma de partículas o placas, respectivamente (ver actividad 4.2.1.4.),
- Introducir el (los) recipiente(s) al horno y mantener durante 60 minutos para la polimerización completa.

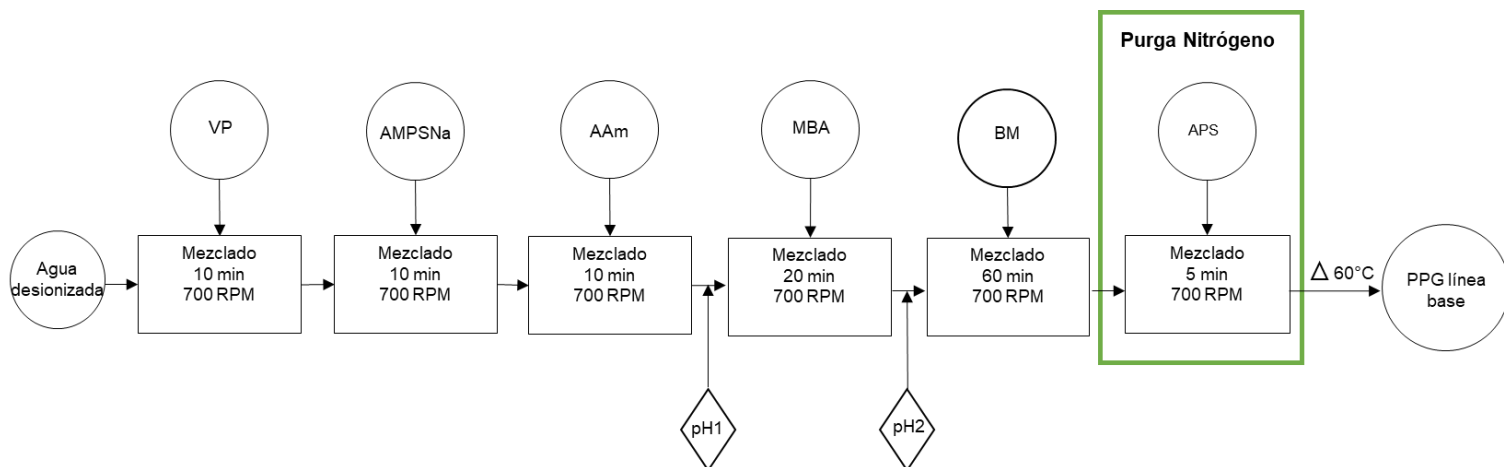


Figura 38. Diagrama de flujo de la propuesta de síntesis del PPG línea base.

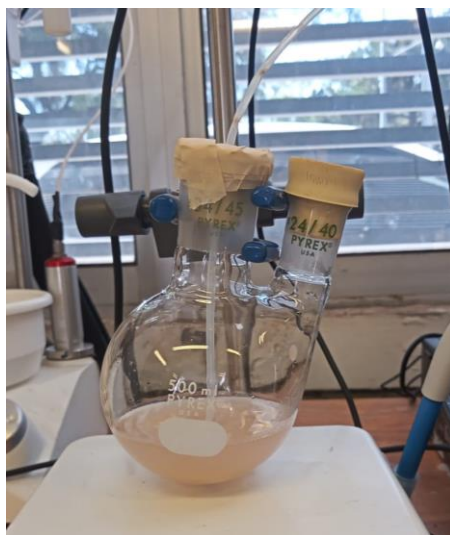


Figura 39. Sistema de síntesis de PPG línea base y PPG asociativo.

4.2.1.3. Síntesis del PPG asociativo

A continuación, se presenta el procedimiento de síntesis del PPG asociativo a partir de lo reportado en la literatura.^[71] El diagrama de flujo del procedimiento se presenta en la figura 40.

- Montar el sistema de síntesis para PPG como se muestra en la figura 39.
- Pesar la cantidad de los monómeros VP, AMPSNa, AAm y MH, el entrecruzante MBA, el iniciador APS, la BM y el agua desionizada, calculados previamente.
- Agregar el agua y la VP al matraz bola manteniendo una agitación de 700 RPM durante 10 minutos.

- Agregar con flujo lento y constante sal AMPSNa, mantener la agitación durante 10 minutos.
- Agregar la AAm, mantener la agitación durante 10 minutos.
- Medir el pH de la disolución y registrarla como pH₁.
- Agregar el MH y mantener la agitación durante 10 minutos.
- Medir el pH de la disolución y registrarla como pH₂. Este pH no debe exceder un valor de mayor del pH₁+1.
- Agregar el entrecruzante MBA y mantener la agitación durante 20 minutos.
- Incorporar a la mezcla la suspensión completamente dispersa de bentonita modificada (BM) y continuar la agitación durante 60 minutos.
- Medir el pH de la disolución y registrarla como pH₃. Este pH no debe exceder un valor de mayor del pH₂+1.
- Introducir la línea de N₂ con el objetivo de desplazar el oxígeno disuelto que actúa como inhibidor de radicales libres. Esta línea de N₂ debe tener una apertura del 5% bajo una presión de 40 psi.
- Agregar el iniciador APS y mantener las condiciones de la síntesis durante 5 minutos.
- Trasvasar el gelante a un crisol de porcelana o a un molde de vidrio si se requiere que la presentación final del PPG sea en forma de partículas o placas, respectivamente (ver actividad 4.2.1.4.),
- Introducir el (los) recipiente(s) al horno y mantener durante 60 minutos para la polimerización completa.

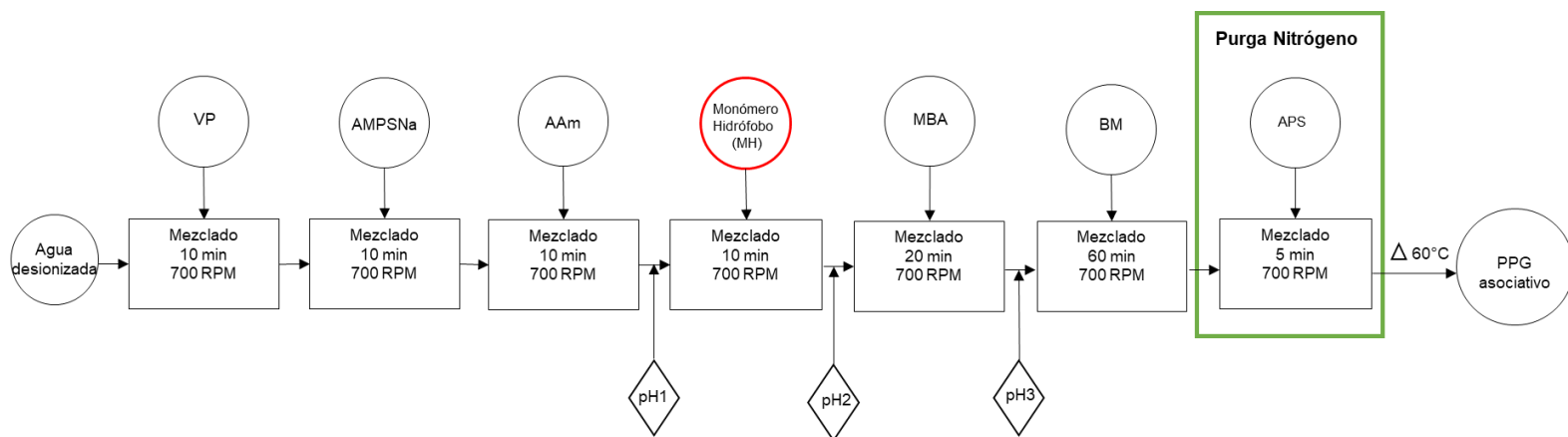


Figura 40. Diagrama de flujo de la propuesta de síntesis del PPG asociativo.

4.2.1.4. Presentación final del PPG

Placas

Se presenta el procedimiento para la preparación de las placas de PPG. En la figura 41 se presenta el diagrama de flujo del procedimiento.

- Preparar tres moldes de vidrio, que servirán para realizar las placas de PPG, de la siguiente manera:
 - Colocar un separador de teflón con forma de U en medio de dos placas de vidrio dejando 1 mm de espesor entre ambos moldes.
 - Sujetar las placas de vidrio con broches de tipo sujeta documentos.
- Extraer con una jeringa, de manera inmediata, muestra de gel e inyectarlo en los moldes de vidrio previamente preparados.
- Meter los moldes de vidrio al horno, a una temperatura de 60°C, durante una hora.

La figura 42 presenta el aspecto físico de la placa después del tiempo de gelación.

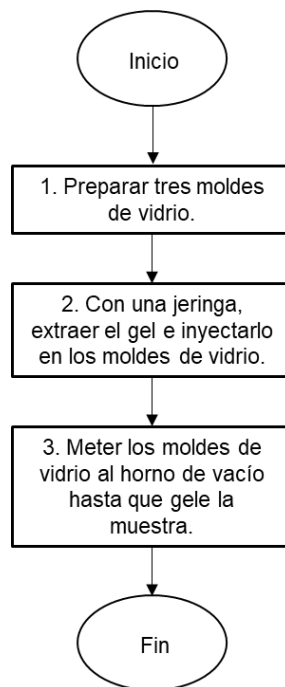


Figura 41. Diagrama de flujo para la obtención de placas de PPG.

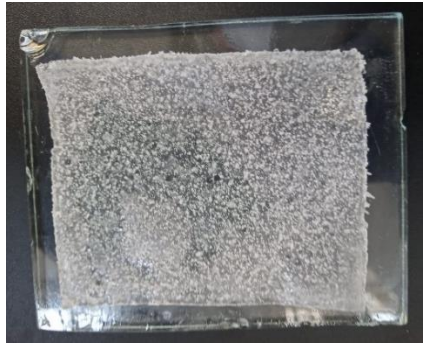


Figura 42. Placa de PPG.

Partículas

Se presenta a continuación el procedimiento para la preparación de las partículas de PPG. En la figura 43 se muestra el diagrama de flujo del procedimiento.

- Verter en el crisol de porcelana la disolución gelante, cubrirlo y colocarlo en el horno, a una temperatura de 60 °C, durante una hora.
- Cortar en fragmentos pequeños el gel que se encuentra en el crisol de porcelana.
- Secar durante 24 horas en un horno de vacío a condiciones de presión de 220 mb y temperatura de 60°C.
- Moler las partículas secas en el molino.
- Triturar las partículas en un mortero.
- Realizar un tamizado en un sistema de mallas (figura 44) para retener las partículas entre las mallas 100 y 140 hasta obtener por lo menos 6 gramos de gel con un tamaño de partícula entre 150 y 106 μm (figura 45).

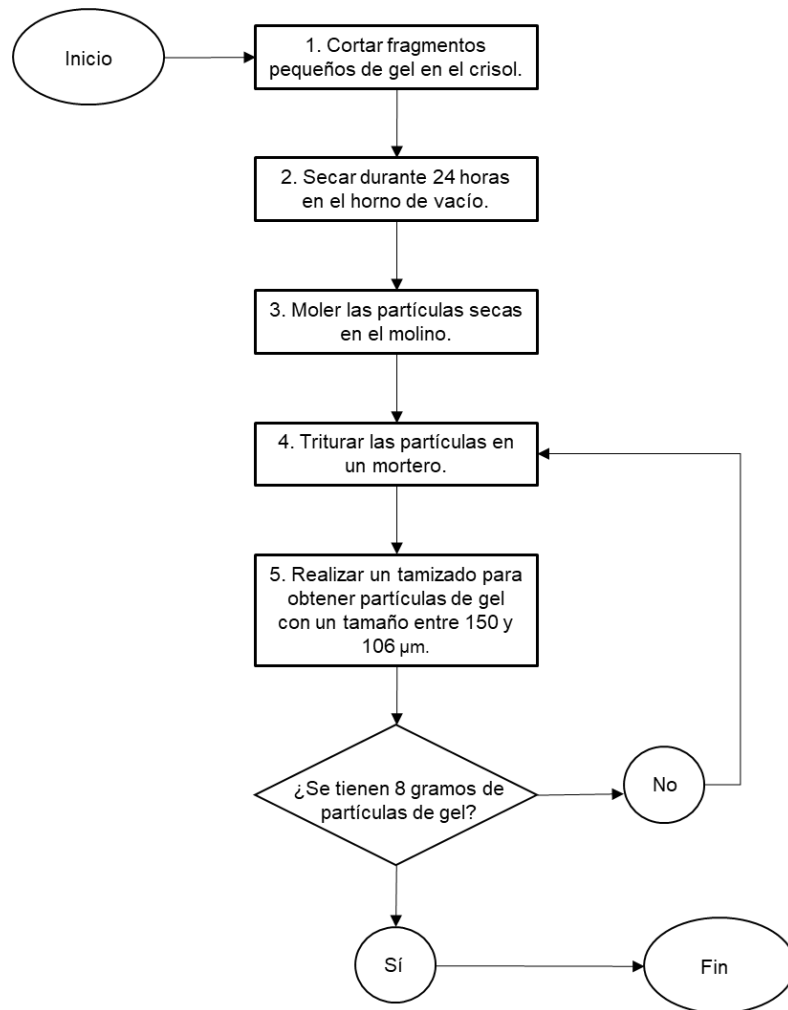


Figura 43. Diagrama de flujo para la obtención de partículas de PPG línea base y PPG asociativo.



Figura 44. Tamizador para la homogeneización del tamaño de partícula de PPG.



Figura 45. Partículas de PPG entre 150 y 106 μm de tamaño.

4.2.2. Evaluación de propiedades mecánicas

La evaluación de las propiedades mecánicas de los PPG sintetizados se realizó de la siguiente manera:

4.2.2.1. Preparación de las placas

4.2.2.2. Determinación del comportamiento viscoelástico

4.2.2.3. Evaluación de Creep-Recovery

4.2.2.4. Determinación del módulo de Young (E)

A continuación, se describe la metodología empleada para la evaluación de las propiedades mecánicas de los PPG sintetizados (figura 46).

4.2.2.1. Preparación de las placas

- Cortar 12 placas cuadradas de 25 mm a partir de los moldes obtenidos de la síntesis de PPG.

Nota: La medida de las placas es de acuerdo con el tamaño del husillo de la geometría utilizada plato-plato del reómetro DHR-3.

- Preparar tres vasos de precipitados, debidamente etiquetados, que contengan uno de los medios de hinchamiento a evaluar: agua desionizada, agua de baja dureza y agua de alta dureza.
- Colocar en cada vaso cuatro placas de PPG.
- Añejar a temperatura ambiente durante 24 horas.

4.2.2.2. Determinación del comportamiento viscoelástico

A continuación, se describen los principales pasos de la metodología MT095_Reología oscilatoria implementada en la USIP.

- Colocar la placa añejada en el Peltier y centrarla a la posición de la geometría plato-plato.
- Ajustar manualmente la distancia de la geometría al Peltier (gap) hasta una fuerza axial de 1 N.
- Cortar la muestra de gel que sobresale del perímetro de la geometría utilizada, como se muestra en la figura 47.
- Ajustar, mediante el software del equipo, la distancia de la geometría al Peltier (gap) hasta una fuerza axial de 2 N.
- Establecer los parámetros de medición en el software del equipo:
 - Temperatura: 25°C
 - Deformación: 0.1%
 - Barrido de frecuencia angular: 0.1 a 100 rad/s

4.2.2.3. Evaluación de Creep-Recovery

A continuación, se describen los principales pasos de la metodología MT189_Creep Recovery Test implementada en la USIP.

- Colocar la placa añejada en el Peltier y centrarla a la posición de la geometría plato-plato.
- Ajustar manualmente la distancia de la geometría al Peltier (gap) hasta una fuerza axial de 1 N.
- Cortar la muestra de gel que sobresale del perímetro de la geometría utilizada, como se muestra en la figura 47.
- Ajustar mediante el software del equipo la distancia de la geometría al Peltier (gap) hasta una fuerza axial de 2 N.
- Establecer los parámetros de medición en el software del equipo:
 - Temperatura: 25°C
 - Esfuerzo de corte inicial: 50 Pa
 - Barrido de esfuerzos de corte por etapas: 100 a 2000 Pa
 - Incremento de esfuerzo de corte por etapa: 100 Pa
 - Tiempo de deformación: 900 s
 - Tiempo de recuperación: 900 s

4.2.2.4. Determinación del módulo de Young (E)

A continuación, se describen los principales pasos de la metodología MT098_Análisis mecánico por compresión implementada en la USIP.

- Colocar la placa añejada en el Peltier y centrarla a la posición de la geometría plato-plato.
- Ajustar manualmente la distancia de la geometría al Peltier (gap) hasta una fuerza axial de 1 N.
- Cortar la muestra de gel que sobresale del perímetro de la geometría utilizada, como se muestra en la figura 47.
- Ajustar mediante el software del equipo la distancia de la geometría al Peltier (gap) hasta una fuerza axial de 1 N.
- Establecer los parámetros de medición en el software del equipo:
 - Temperatura: 25°C
 - Desplazamiento axial de compresión: 1100 μm
 - Velocidad de desplazamiento: 5 $\mu\text{m/s}$

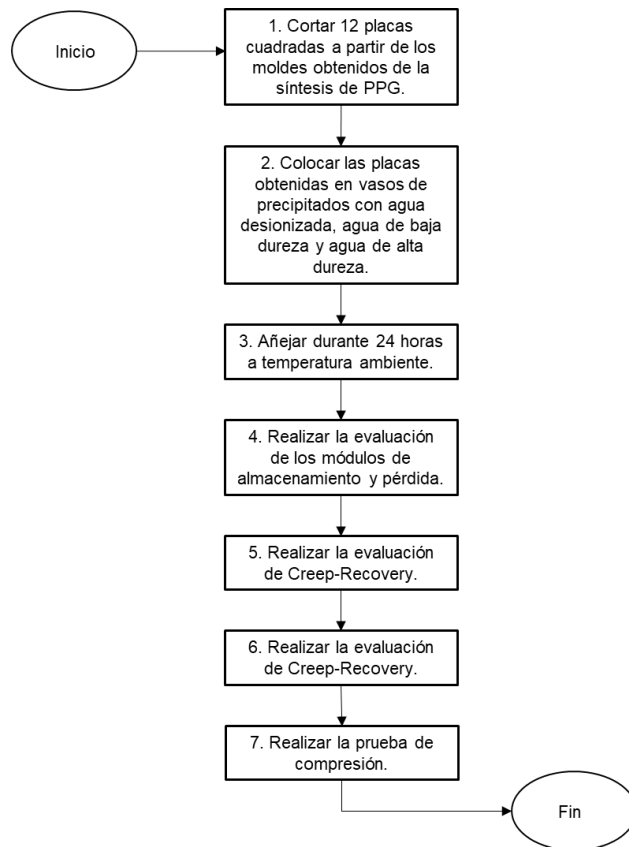


Figura 46. Diagrama de flujo del procedimiento de evaluación de las propiedades mecánicas de los geles.



Figura 47. Reómetro DHR-3 donde se realizaron las evaluaciones mecánicas de los PPG.

4.2.3. Relación de hinchamiento al equilibrio

Se describen los principales pasos de la metodología MT089_Determinación de la relación de hinchamiento de PPG implementada en la USIP. En la figura 48 se presenta el diagrama de flujo del procedimiento.

- Pesar un vial de vidrio junto con un vaso de precipitados de 50 ml y registrar el valor como W_{v+v} .
- Pesar 0.5 gramos de las partículas de PPG (W_D) y trasvasarlo al vial.
- Agregar 20 ml de agua al vial.
- Añejar durante 24 horas a temperatura ambiente.
- Pesar el vaso de precipitados con el vial y registrar el valor como (W_0).
- Trasvasar el PPG, que se encuentra dentro del vial, a un sistema de filtración al vacío.
- Pasar el PPG del sistema de filtración al vaso de precipitados, después de 60 minutos, y pesar. Este valor se va a registrar como W_1 .
- Regresar el PPG al sistema de filtración al vacío.
- Realizar el mismo procedimiento para 120 y 180 minutos. Registrar los valores como W_2 y W_3 respectivamente.
- Realizar los cálculos, para conocer el valor de la ESR, con los valores obtenidos.

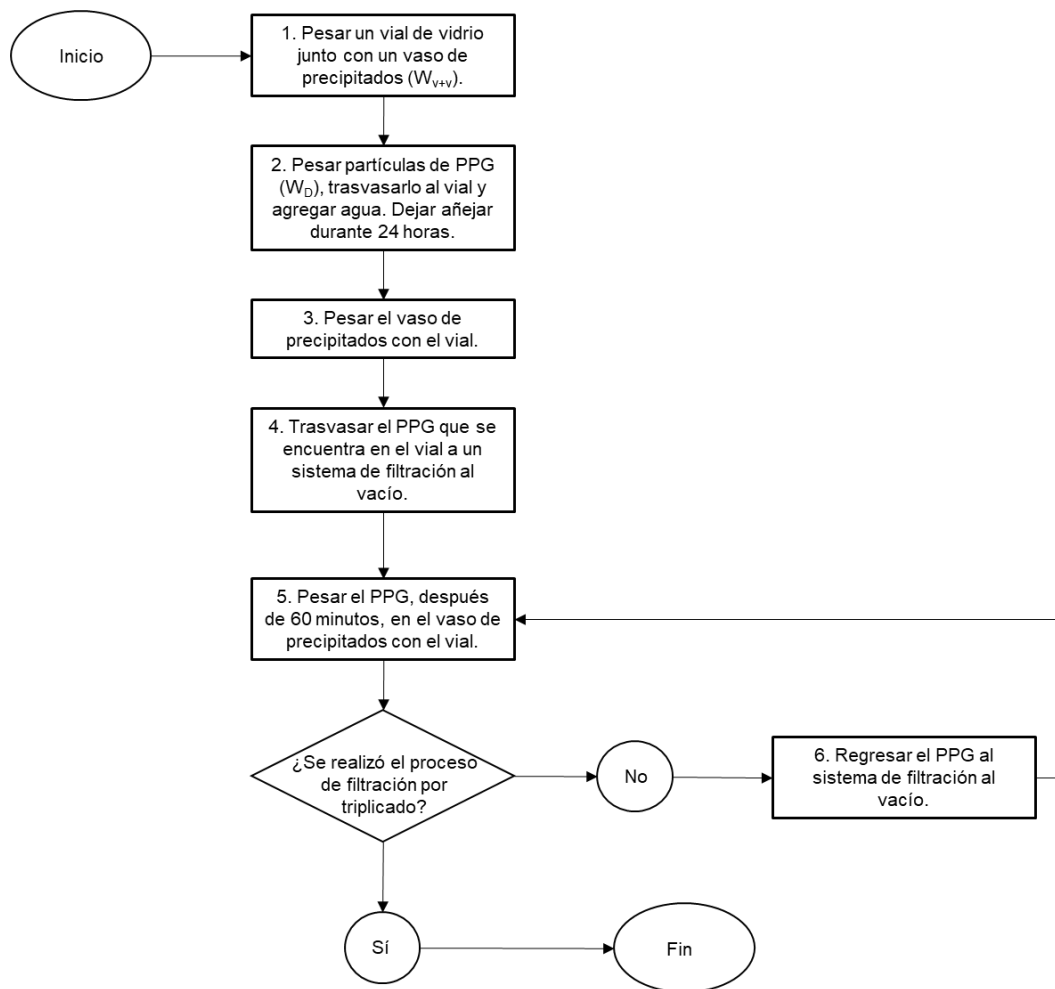


Figura 48. Diagrama de flujo para la determinación de la relación de hinchamiento al equilibrio.

4.2.4. Caracterización analítica

4.2.4.1. TGA

A continuación, se describen los principales pasos de la metodología MT008_Análisis termogravimétrico implementada en la USIP:

- Encender los servicios auxiliares del equipo.
- Encender el equipo y esperar hasta que la microbalanza interna se estabilice.
- Encender CPU del equipo y abrir el software.
- Seleccionar el método de acuerdo con la rampa de calentamiento necesaria para el análisis, colocar un crisol de alúmina en el equipo y tarar.
- Retirar el crisol del equipo, pesar aproximadamente 4 mg de muestra en el crisol y colocarlo dentro del equipo.

- Introducir la masa reportada en el equipo en el software e iniciar la secuencia de medición.
- Identificar la descomposición de la muestra con respecto al aumento de la temperatura.

En la figura 49 se presenta el diagrama de flujo de las actividades realizadas durante el desarrollo experimental.

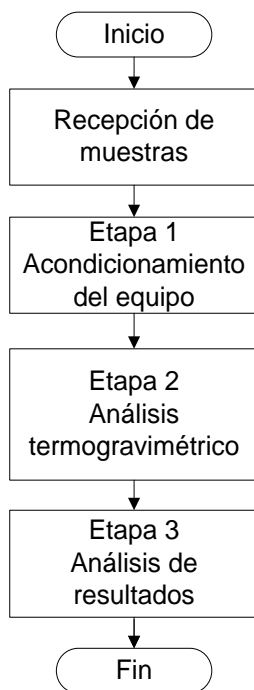


Figura 49. Diagrama de flujo de las actividades experimentales del TGA.

4.2.4.2. DSC

A continuación, se describen los principales pasos de la metodología MT008_ Análisis de calorimetría diferencial de barrido implementada en la USIP:

- Encender los servicios auxiliares del equipo.
- Encender el equipo y esperar hasta que se estabilice.
- Encender CPU del equipo y abrir el software.
- Seleccionar el método de acuerdo con la rampa de calentamiento necesaria para el análisis y pesar en la ultra micro balanza 4 mg de muestra en un crisol de aluminio.
- Colocar el crisol del equipo y sellar el equipo.
- Introducir la masa pesada en la micro ultra balanza en el software e iniciar la secuencia de medición en el equipo.
- Identificar si existe transiciones endotérmicas y exotérmicas en la muestra.

En la figura 50 se presenta el diagrama de flujo de las actividades realizadas durante el desarrollo experimental.

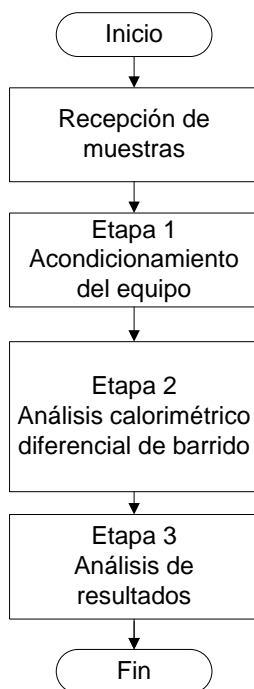


Figura 50. Diagrama de flujo de las actividades experimentales del DSC.

4.2.4.3. FTIR

A continuación, se describen los principales pasos de la metodología MT008_Obtención de espectros FTIR utilizando la técnica de reflectancia total atenuada (ATR) implementada en la USIP:

- Adquirir el espectro FTIR de la muestra.
- Procesar el archivo .csv.
- Caracterizar e interpretar el espectro.

En la figura 51 se presenta el diagrama de flujo de las actividades realizadas durante el desarrollo experimental.

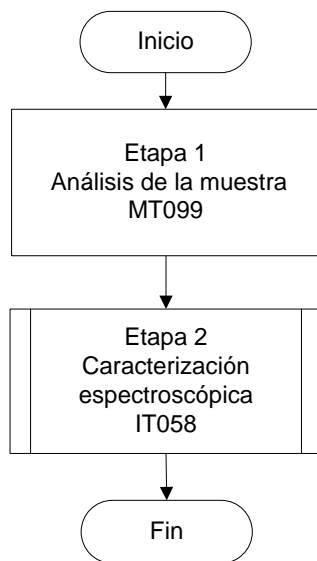


Figura 51. Diagrama de flujo de las actividades experimentales del FTIR.

4.2.4.4. Análisis elemental

A continuación, se describen los principales pasos de la metodología MT041_Método general para la realización de análisis elemental por combustión/pirólisis en muestras orgánicas implementada en la USIP:

- Verificar que la cantidad de muestra sea de mínimo 6 mg (sólido o líquido) y que sea homogénea.
- Verificar que las condiciones de análisis en el instrumento sean las adecuadas para cada reactor, siendo crítico la temperatura del reactor para la determinación de CHNS (950°C) y oxígeno (1060°C, pirólisis).
- Realizar la curva de calibración para la medición de CHNS pesando de 2 a 3 mg del estándar utilizando pocillos de estaño y en presencia de pentóxido de vanadio.
- Realizar el análisis de las muestras en las mismas condiciones que las sustancias calibradoras en el proceso de medición de CHNS.
- Realizar la curva de calibración para la medición de oxígeno en condiciones de pirolisis utilizando pocillos de plata.
- Realizar el análisis de las muestras en las mismas condiciones que las sustancias calibradoras en la medición de oxígeno.

La figura 52 presenta el diagrama de flujo de las actividades realizadas durante el desarrollo experimental.

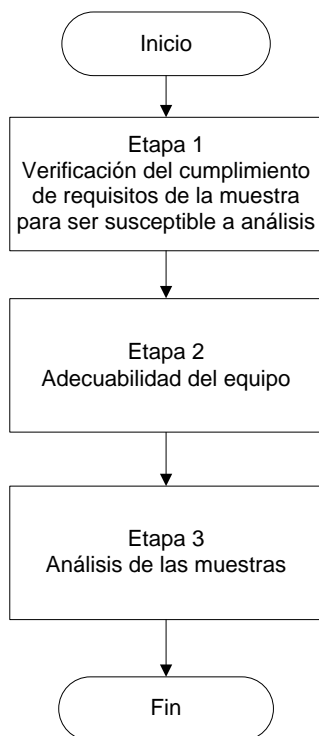


Figura 52. Diagrama de flujo de las actividades experimentales.

4.3. Diseño experimental del desarrollo de los PPG.

En la figura 53 se presenta el diagrama general con las etapas experimentales principales utilizadas para el desarrollo, evaluación y caracterización de los PPG y a continuación se describen cada una de estas etapas:

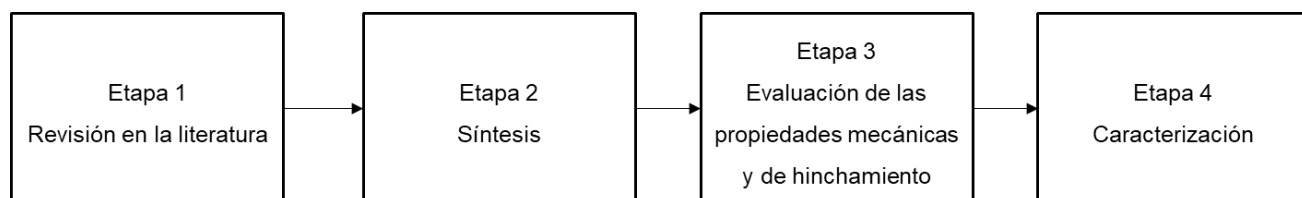


Figura 53. Diagrama general para el desarrollo experimental.

Etapa 1: Revisión en la literatura.

Realizar una revisión en la literatura para seleccionar un monómero hidrófobo adecuado para su uso en la síntesis del PPG asociativo. El monómero debe resistir las condiciones de alta temperatura, salinidad y dureza.

Etapa 2: Síntesis.

Realizar la síntesis de un PPG utilizado como línea base para evaluar las propiedades mecánicas por contribución únicamente de arcilla sódica. Estos valores se compararán con los valores obtenidos de las evaluaciones de los PPG asociativos sintetizados para conocer el efecto de la adición del monómero hidrófobo (MH) en la estructura del PPG línea base.

Las síntesis se realizarán a partir de la relación molar, concentración de los monómeros, concentración de entrecruzante, iniciador y arcilla sódica que se presentan en la tabla 11:

Tabla 11. Determinación de la relación molar y concentración de los monómeros y concentración del entrecruzante, del iniciador y de la arcilla sódica.

Síntesis	ID	Concentración de monómeros [%]	Relación molar				Entrecruzante [%] (Enlaces covalentes)	Iniciador [%]	Arcilla [%] (Enlaces electrostáticos)	Relación entre los enlaces electrostáticos o enlaces van der Waals con respecto a los enlaces covalentes
			AAm (Enlaces electrostáticos)	AMPSNa (Enlaces electrostáticos)	VP (Enlaces van der Waals)	Monómero hidrófobo (MH) (Enlaces van der Waals)				
1	PPG-0.5A	24	1	1	1	0	0.5	0.15	0.5	18 ^A , 18 ^B , 18 ^C , 0 ^D
2	PPG-0.5A-MH-1	30	1	1	1	1	0.5	0.15	0.5	18 ^A , 18 ^B , 18 ^C , 18 ^D
3	PPG-0.5A-MH-2	35.8	1	1	1	2	0.5	0.15	0.5	18 ^A , 18 ^B , 18 ^C , 36 ^D
4	PPG-0.5A-MH-3	41.6	1	1	1	3	0.5	0.15	0.5	18 ^A , 18 ^B , 18 ^C , 54 ^D

Donde A, B, C y D equivalen a las relaciones molares entre los monómeros AAm, AMPSNa, VP y MH, respectivamente, y el entrecruzante MBA.

Etapa 3: Evaluación de las propiedades mecánicas y de hinchamiento

Con base en la evaluación de las propiedades mecánicas se seleccionará el PPG asociativo que presente las mejores propiedades mecánicas.

Etapa 4: Caracterización.

Esta actividad tiene el propósito de verificar si los componentes, que integran la formulación, son parte de la estructura molecular del PPG asociativo seleccionado en la etapa anterior.

Capítulo V: Resultados y discusión

Etapa 1: Revisión en la literatura.

Se realizó una búsqueda en la literatura especializada de trabajos que reportaran la síntesis de geles que incluyeran en su estructura un monómero hidrófobo. Se encontraron trabajos donde se reporta el uso de N-isopropilacrilamida y N,N-dimetilacrilamida los cuales fueron utilizados para transferir al PPG una mejor estabilidad térmica, estabilidad química y resistencia a la salinidad. Esto indica que el uso de cualquiera de estos dos monómeros permite al PPG que no sufra una degradación significativa ni sinéresis a condiciones de altas temperaturas y salinidad.^[3,72]

Durante la revisión de varios artículos sobre la recuperación mejorada de petróleo^[27,71,72,73,74] se encontró que, entre los dos monómeros hidrófobos considerados, la DMA es el monómero más utilizado para mejorar la estabilidad de los PPG. Basados en esta información, se seleccionó el monómero hidrófobo N,N-dimetilacrilamida para la síntesis de los PPG asociativos. Esta elección se hizo debido a los beneficios reportados en la literatura en términos de mejora de la estabilidad del PPG en aplicaciones relacionadas con la recuperación mejorada de petróleo.

Etapa 2: Síntesis

Se realizaron las síntesis del PPG línea base y PPG asociativo (tabla 12), en las cuales se llevó a cabo la variación de la relación molar del monómero hidrófobo tomando como base la formulación descrita en la tabla 11.

Tabla 12. Pesos experimentales de los reactivos utilizados para la síntesis de PPG línea base y PPG asociativo.

Síntesis	ID	Pesos experimentales de los reactivos [g]							
		AAm	AMPSNa	VP	DMA	MBA	APS	BM	H ₂ O
1	PPG-0.5A (PPG línea base)	4.2495	38.4486	6.6208	0.0000	0.5240	0.1576	10.1567	40.0002
2	PPG-0.5A-DMA-1	4.2355	38.5338	6.7531	5.8997	0.5289	0.1573	10.1018	34.2315
3	PPG-0.5A-DMA-2	4.2245	38.4736	6.6922	11.7735	0.5266	0.1609	10.127	28.2545
4	PPG-0.5A-DMA-3	4.2162	38.4747	6.6687	17.6698	0.5278	0.1543	10.0463	22.3745

Etapa 3: Evaluación de las propiedades mecánicas y de hinchamiento.

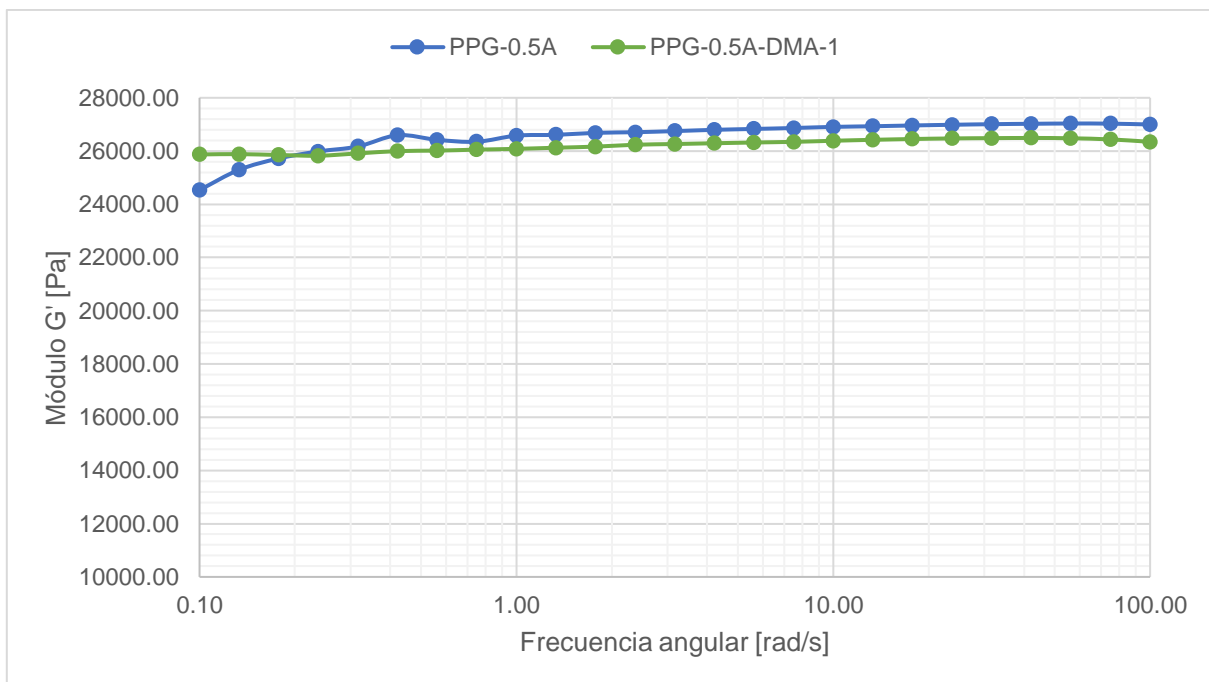
A continuación, se muestran las gráficas con los resultados obtenidos para las evaluaciones mecánicas, así como la relación de hinchamiento al equilibrio de cada uno de los PPG sintetizados.

Nota: Durante el proceso experimental de añejamiento de placas en agua desionizada, las placas del PPG-0.5A-DMA-2 y PPG-0.5A-DMA-3 presentaron alta fragilidad después de 24 horas. Por lo tanto, no se pudieron realizar ninguna de las evaluaciones mecánicas en este medio de hinchamiento.

5.1. Módulo de almacenamiento (G')

En las gráficas 1, 2 y 3 se presentan las curvas del comportamiento del módulo de almacenamiento de los PPG sintetizados (PPG-0.5A línea base, PPG-0.5A-DMA-1, PPG-0.5A-DMA-2 y PPG-0.5A-DMA-3) e hinchados en agua desionizada, de baja dureza y de alta dureza, respectivamente.

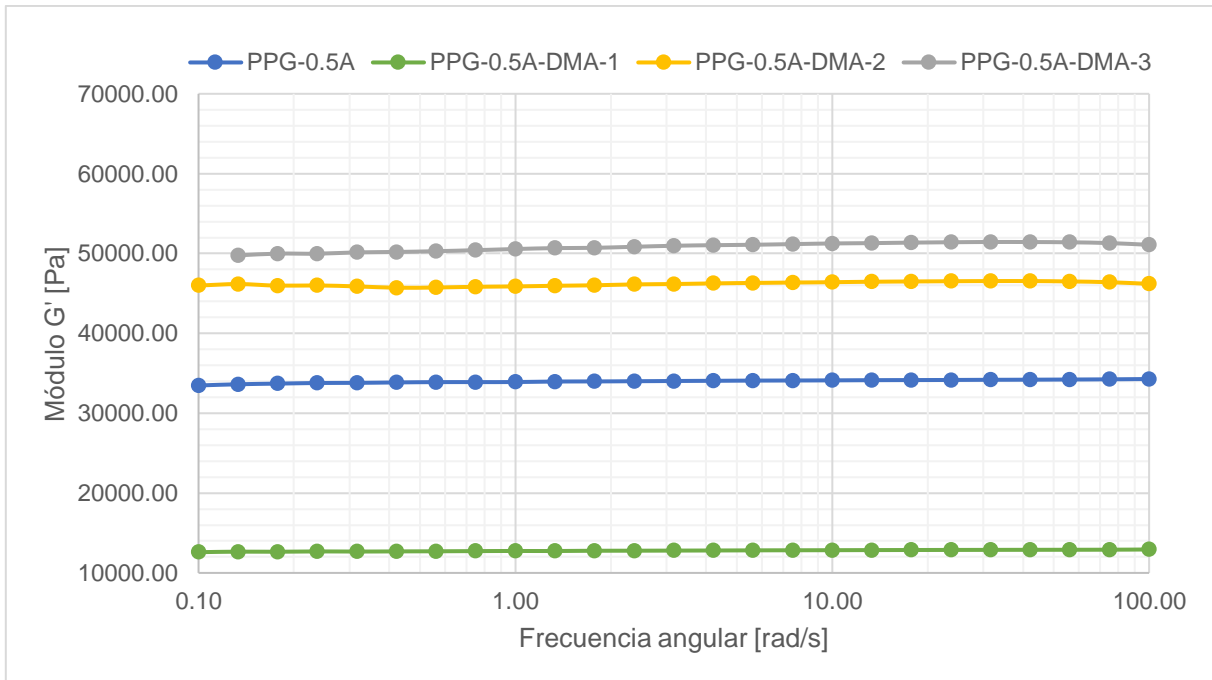
Las pruebas de reología oscilatoria se llevaron a cabo aplicando una deformación constante de 0.1%. Esta deformación fue seleccionada al determinar la región viscoelástica lineal de cada PPG. En el anexo A se incluye una gráfica representativa (gráfica 20) que muestra los resultados obtenidos en esta prueba.



Gráfica 1. Comparación del módulo de almacenamiento (G') en agua desionizada.

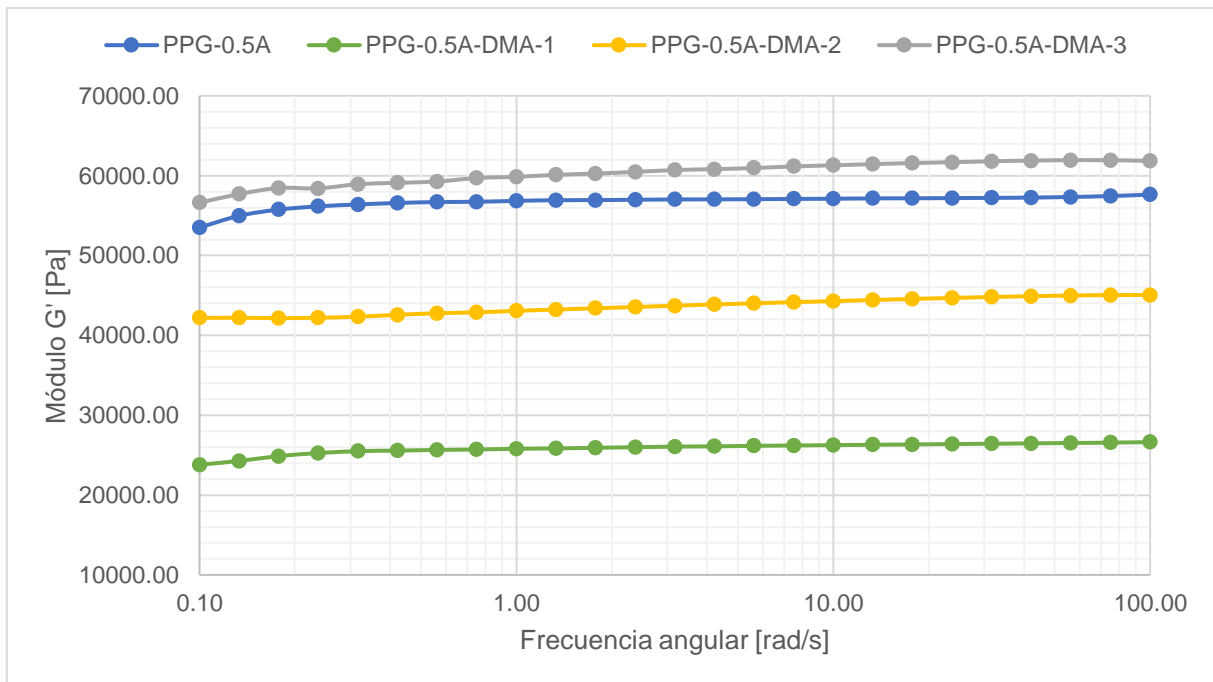
En la gráfica 1 se observa que la adición del monómero hidrófobo (DMA) no tiene un efecto significativo en el comportamiento de las curvas del módulo de almacenamiento a frecuencias mayores de 1 rad/s. Esto implica que a altas frecuencias angulares las propiedades elásticas de los PPG-0.5A (línea base) y PPG-0.5A-DMA-1 son similares, ya que se requieren esfuerzos equivalentes para deformar ambas muestras a un valor establecido del 0.1%. Además, se observa una disminución del esfuerzo entre ambos PPG de 521 Pa a una frecuencia angular de 10 rad/s; esto indica que, a pesar de la adición de moléculas provenientes de la DMA para formar interacciones del tipo van der Waals, estas interacciones no se manifiestan de manera importante en este medio. Lo anterior se puede atribuir al hecho de que las moléculas no se encuentran lo suficientemente cercanas entre sí para generar una influencia apreciable en el comportamiento elástico, ya que en agua desionizada (tabla 15) se tiene el mayor hinchamiento en los PPG.

En el PPG línea base y a bajas frecuencias angulares, se manifiesta principalmente la influencia de los enlaces físicos del tipo puentes de hidrógeno, ya que la relación entre el esfuerzo de corte y la deformación no es constante, mientras que para el PPG-0.5A-DMA-1 se observa una relación constante e independiente de la frecuencia angular. Estas diferencias en el comportamiento elástico a bajas frecuencias angulares se atribuyen a las interacciones adicionales proporcionadas por la DMA, las cuales permiten una mayor estabilidad en el material durante su deformación a diferentes frecuencias angulares.



Gráfica 2. Comparación del módulo de almacenamiento (G') en agua de baja dureza.

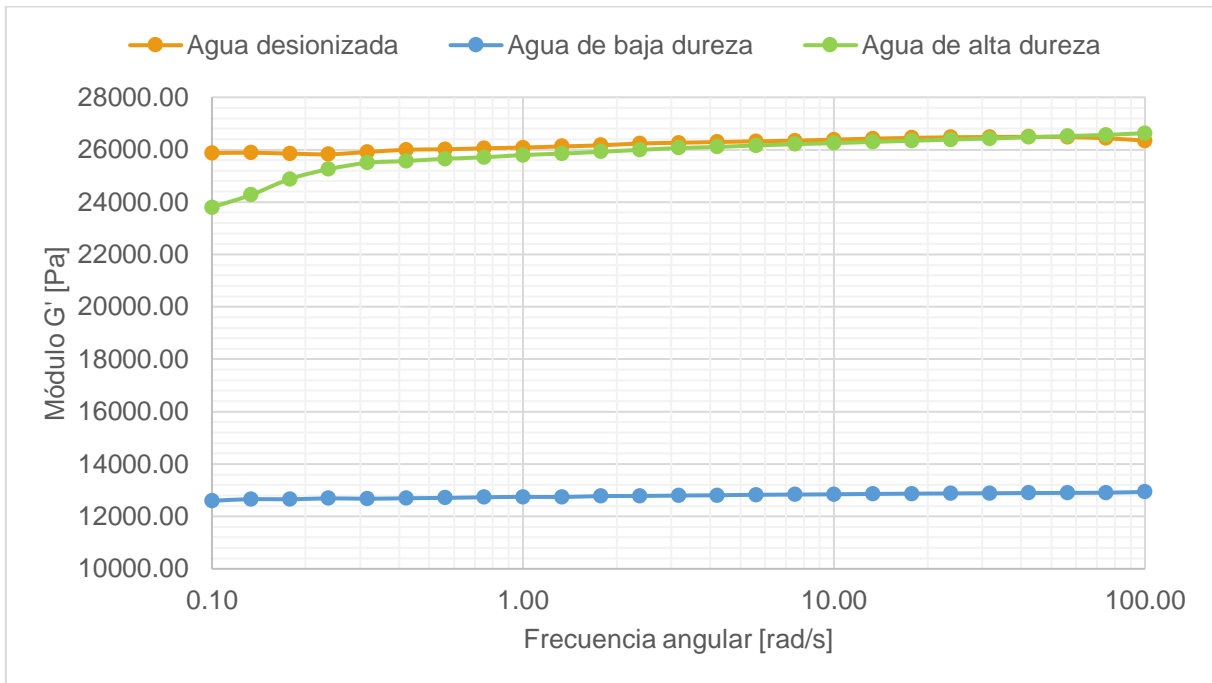
En la gráfica 2 se observa que el PPG-0.5A-DMA-1 presenta una disminución en la curva del módulo de almacenamiento en comparación con la curva del PPG línea base. Esto indica que se requiere un menor esfuerzo para generar una deformación del 0.1% en el PPG-0.5A-DMA-1 en comparación con el PPG línea base. Este comportamiento se atribuye a las interacciones electrostáticas debido a la presencia de iones divalentes en el medio de hinchamiento que ocasionan una mayor cercanía entre las moléculas del PPG, lo que a su vez permite que las fuerzas de van der Waals se manifiesten y otorguen elasticidad a la estructura del PPG línea base. Mientras que, en las curvas del módulo de almacenamiento del PPG-0.5A-DMA-2 y PPG-0.5A-DMA-3, se observa un aumento en comparación con la curva del PPG línea base, probablemente por consecuencia de un exceso de interacciones de fuerzas de van der Waals que le otorgan rigidez a la estructura del PPG. Esto indica que se requiere aplicar un mayor esfuerzo en estas muestras para generar una deformación del 0.1%.



Gráfica 3. Comparación del módulo de almacenamiento (G') en agua de alta dureza.

En la gráfica 3 se observa un valor alto en el módulo de almacenamiento del PPG línea base. Este comportamiento está asociado a las interacciones electrostáticas debido a una mayor cantidad de iones presentes en el medio de hinchamiento, lo cual le otorga rigidez a la estructura del PPG. Este mismo comportamiento se observa en el PPG-0.5A-DMA-3, donde existe un exceso de fuerzas de van der Waals que contribuyen a su rigidez. En contraste, el PPG-0.5A-DMA-1 posee la cantidad suficiente de enlaces de van der Waals que le otorgan elasticidad al PPG, lo que se refleja en una disminución en el módulo de almacenamiento. En el caso del PPG-0.5A-DMA-2, se observa un equilibrio entre las interacciones electrostáticas y las fuerzas de van der Waals, lo que resulta en una diferencia no significativa en comparación con su comportamiento en agua de baja dureza (gráfica 2).

La gráfica 4 presenta una comparación del módulo de almacenamiento del PPG-0.5A-DMA-1 en los tres medios de hinchamiento utilizados.



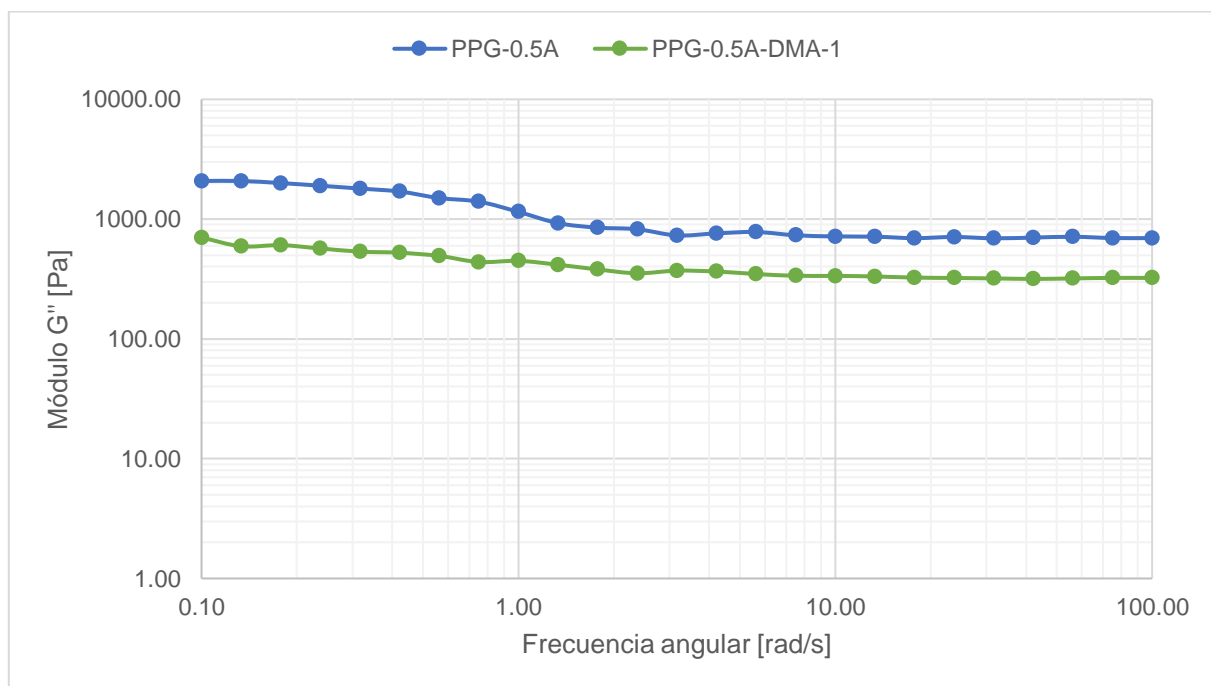
Gráfica 4. Comparación del módulo elástico (G') del PPG-0.5A-DMA-1 en los diferentes medios de hinchamiento.

En la gráfica 4 se observa que el PPG-0.5A-DMA-1 en agua de baja dureza presenta un menor módulo de almacenamiento en comparación con el agua desionizada. Una explicación de este comportamiento es la presencia de iones divalentes que acercan entre sí a las moléculas del PPG, ocasionando una manifestación de las fuerzas de van der Waals. En el agua de alta dureza, al adicionar una mayor cantidad de iones divalentes, se generan mayores interacciones electrostáticas que ocasionan un aumento en el módulo de almacenamiento.

5.2. Módulo de pérdida (G'')

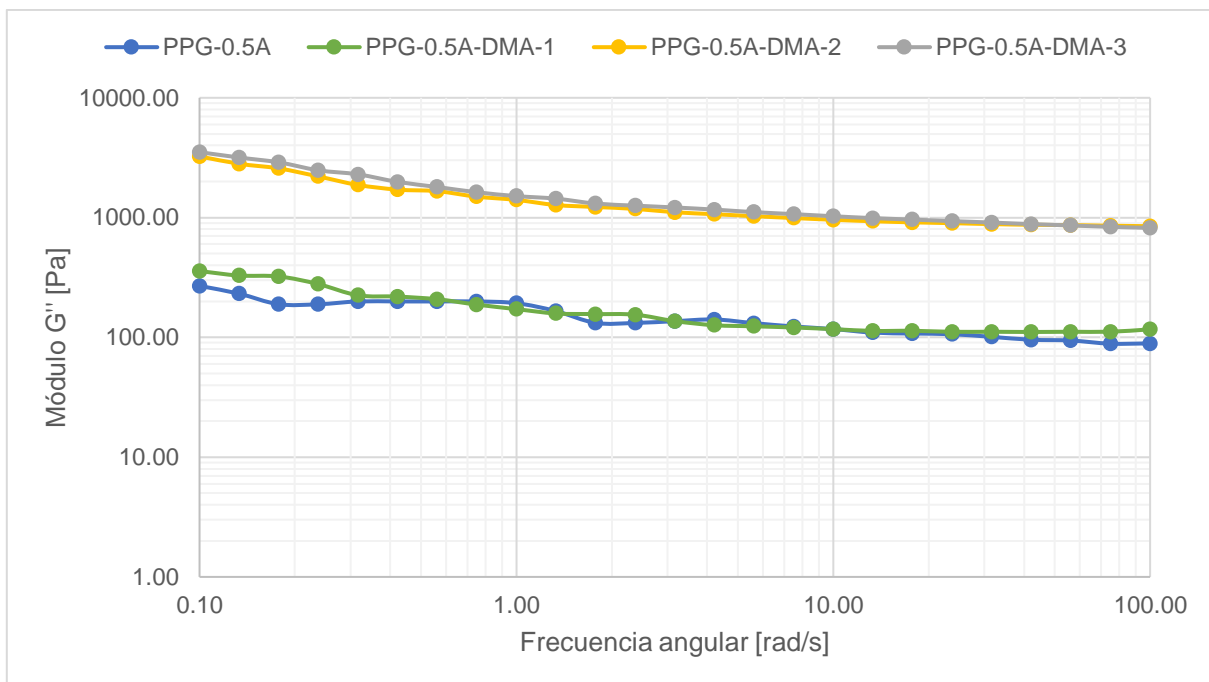
En las gráficas 5, 6 y 7 se presentan las curvas del comportamiento del módulo de pérdida de los PPG sintetizados (PPG-0.5A línea base, PPG-0.5A-DMA-1, PPG-0.5A-DMA-2 y PPG-0.5A-DMA-3) e hinchados en agua desionizada, de baja dureza y de alta dureza, respectivamente.

En el estudio realizado, las pruebas de reología oscilatoria se llevaron a cabo aplicando una deformación constante de 0.1%. Esta deformación fue seleccionada al determinar la región viscoelástica lineal de cada PPG. En el anexo A se incluye una gráfica representativa (gráfica 21) que muestra los resultados obtenidos en esta prueba.



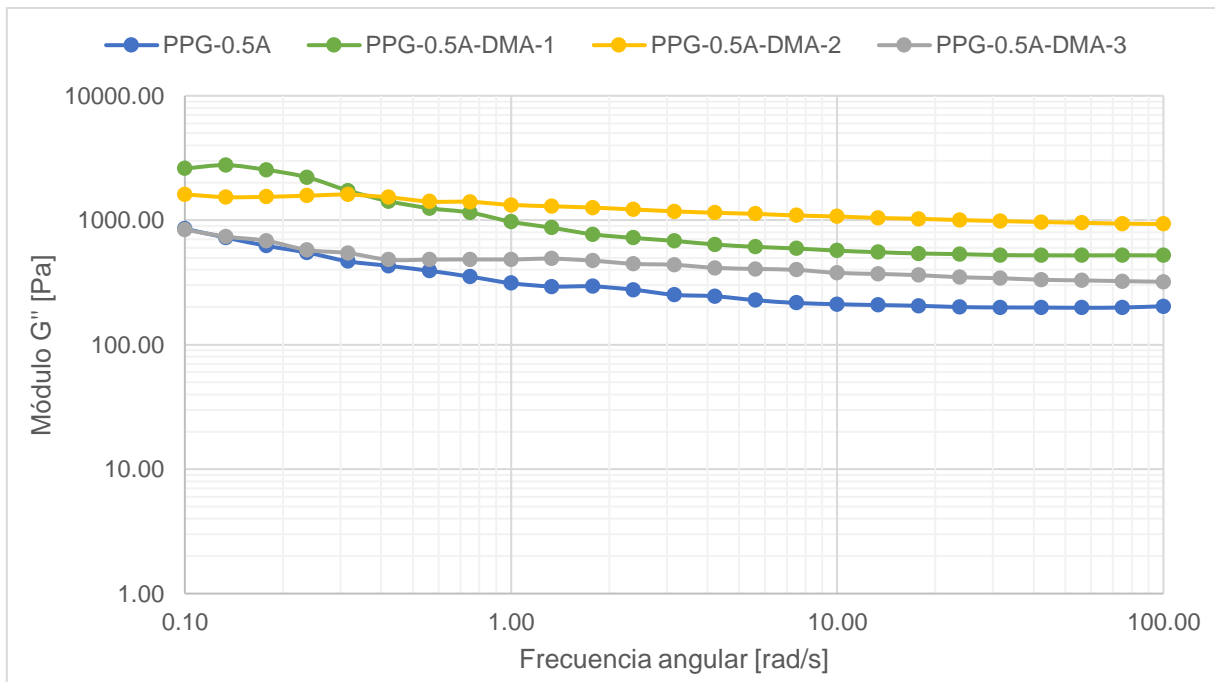
Gráfica 5. Comparación del módulo de pérdida (G'') en agua desionizada.

En la gráfica 5 se observa que la curva del módulo de pérdida del PPG-0.5A-DMA-1 disminuye en comparación con la curva del PPG línea base. De acuerdo con lo descrito por Li, J. et al., este comportamiento está asociado a la incorporación de enlaces físicos que disminuyen su contribución viscosa.^[75] Para esta evaluación, los enlaces físicos provienen de las interacciones supramoleculares de tipo van der Waals.



Gráfica 6. Comparación del módulo de pérdida (G'') en agua de baja dureza.

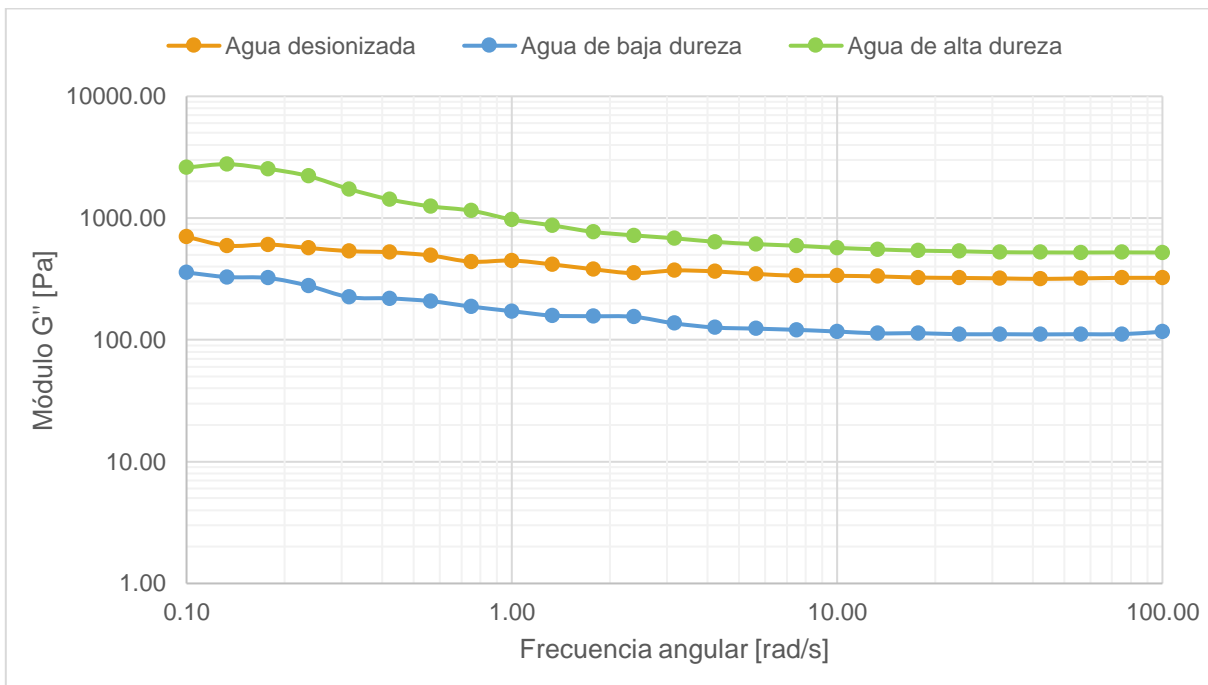
En la gráfica 6 no se observa una diferencia significativa entre las curvas del módulo de pérdida de los PPG línea base y PPG-0.5A-DMA-1. Esto indica que los enlaces físicos, proporcionados por las interacciones electrostáticas y fuerzas de van der Waals, son equivalentes en fuerza a los enlaces físicos aportados únicamente por las interacciones electrostáticas presentes en el PPG línea base. En contraste, para los PPG-0.5A-DMA-2 y PPG-0.5A-DMA-3, se observa un aumento en las curvas del módulo de pérdida en comparación con la curva del PPG-0.5A-DMA-1. Este comportamiento está asociado a una mayor cantidad de fuerzas de van der Waals que incrementan la contribución viscosa o la resistencia al flujo.



Gráfica 7. Comparación del módulo de pérdida (G'') en agua de alta dureza.

En la gráfica 7, se observa que las interacciones físicas, en agua de alta dureza, se manifiestan con mayor intensidad impactando en el incremento de la contribución viscosa en el medio.

A continuación, se presenta la comparación del módulo de pérdida del PPG-0.5A-DMA-1 en los tres medios de hinchamiento utilizados.



Gráfica 8. Comparación del módulo de pérdida (G'') del PPG-0.5A-DMA-1 en los diferentes medios de hinchamiento

En la gráfica 8 se observa el efecto de la contribución viscosa sobre los enlaces supramoleculares. En agua de baja dureza se tiene la menor contribución viscosa, mientras que al incrementar la concentración de iones divalentes el módulo de pérdida aumenta.

Con base en los resultados anteriores, se calculó el parámetro tangente de pérdida (ecuación 6) para determinar la naturaleza viscoelástica de los PPG sintetizados y envejecidos en los diferentes medios de hinchamiento. En general, los valores obtenidos de la tangente de pérdida ($\tan \delta$) con el PPG línea base, muestran que este material tiende a comportarse más como un sólido mientras que los materiales asociativos contribuyen con una aportación viscosa al material.

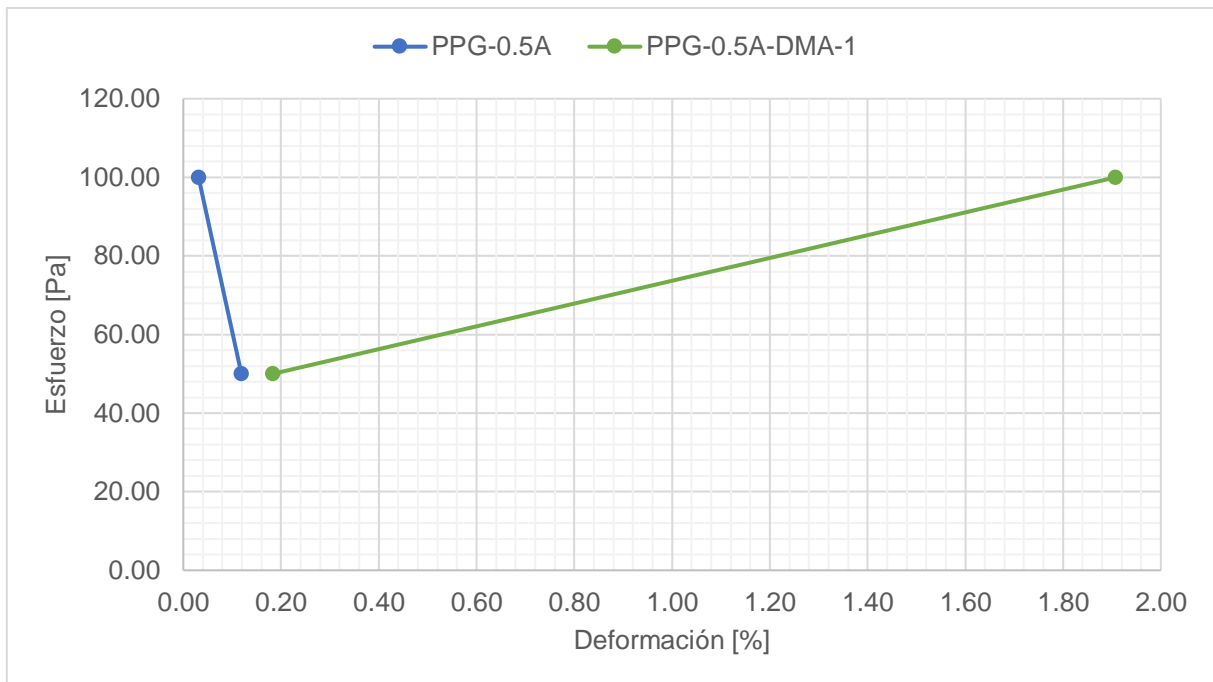
Tabla 13. Tangente de pérdida.

	Agua desionizada			Agua de baja dureza			Agua de alta dureza		
	G' [Pa]	G'' [Pa]	tan δ	G' [Pa]	G'' [Pa]	tan δ	G' [Pa]	G'' [Pa]	tan δ
PPG-0.5A	26907.00	717.49	0.027	34114.30	117.30	0.0034	57110.00	211.437	0.0037
PPG-0.5A-DMA-1	26386.00	335.78	0.013	12845.80	117.13	0.0091	26251.50	569.642	0.0217
PPG-0.5A-DMA-2	-	-	-	46405.20	958.89	0.0207	44284.20	1072.260	0.0242
PPG-0.5A-DMA-3	-	-	-	51259.20	1025.76	0.0200	61295.20	377.573	0.0062

5.3. Gráficas de esfuerzo de corte/deformación angular

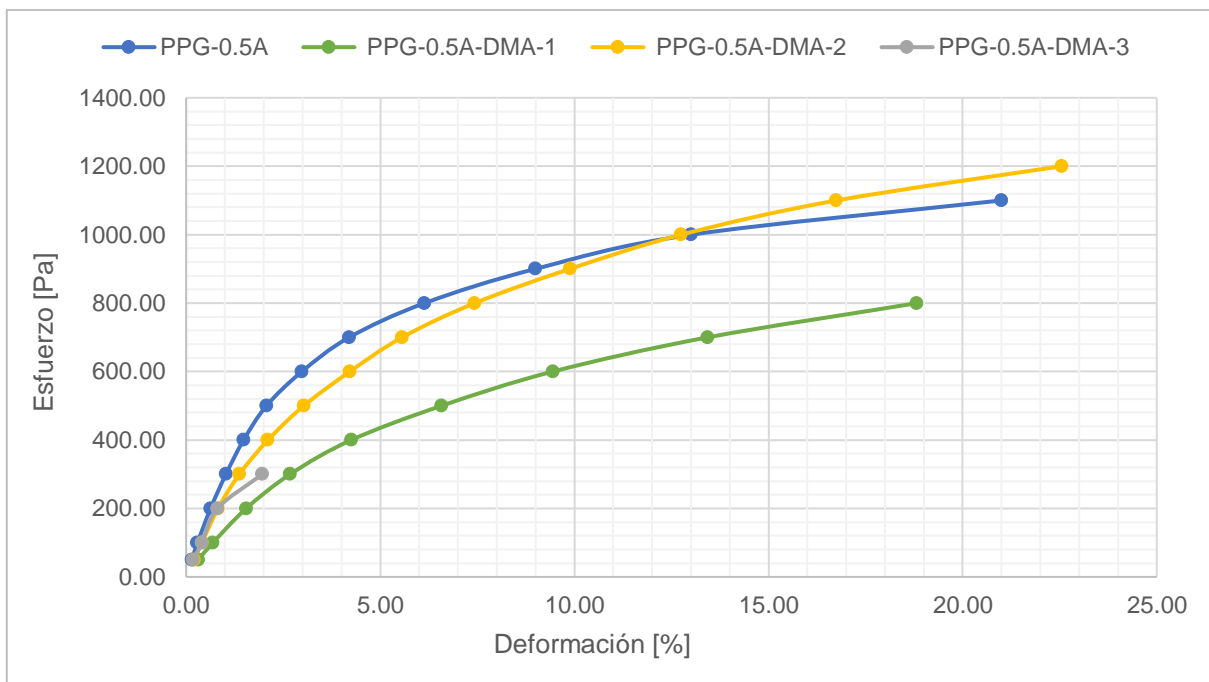
En las gráficas 9, 10 y 11 se presentan las curvas del comportamiento de esfuerzo de corte/deformación angular de los PPG sintetizados (PPG-0.5A línea base, PPG-0.5A-DMA-1, PPG-0.5A-DMA-2 y PPG-0.5A-DMA-3) e hinchados en agua desionizada, de baja dureza y de alta dureza, respectivamente.

Las curvas presentadas fueron generadas a partir de las deformaciones mínimas resultantes de las evaluaciones de Creep-Recovery, el cual corresponde a la deformación elástica instantánea.^[65] Estos datos se obtuvieron a través de pruebas para medir el comportamiento de deformación bajo diferentes cargas constantes y evaluar su posterior recuperación. Los gráficos correspondientes a estas evaluaciones se encuentran en el anexo B.



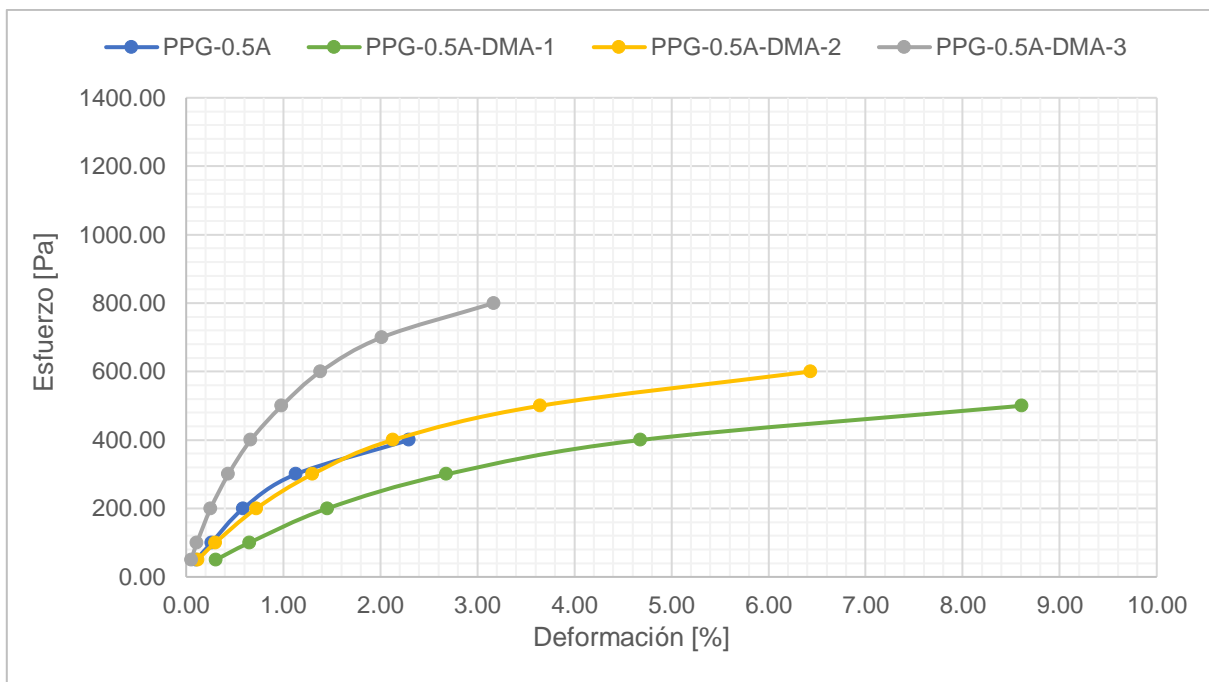
Gráfica 9. Curvas esfuerzo de corte/deformación angular de los PPG en agua desionizada.

Los resultados representados en la gráfica 9 indican que la estructura física de los PPG evaluados no mantienen su estabilidad en agua desionizada. Como resultado, la tendencia observada no permite establecer el comportamiento de la relación esfuerzo de corte/deformación angular (G) en este medio.



Gráfica 10. Curvas esfuerzo de corte/deformación angular de los PPG en agua de baja dureza.

En la gráfica 10 se observa que la adición de DMA en relación equimolar reduce la deformación máxima del PPG línea base en un medio de hinchamiento de baja dureza, sin embargo, permite alcanzar una deformación de hasta el 18.8% con un menor esfuerzo requerido. Este comportamiento se debe a la interacción de los enlaces físicos, proporcionados por la DMA, los cuales confieren al material una mayor elasticidad. Cuando se incrementa la relación molar de la DMA en el PPG se observa que el material se vuelve menos elástico, lo cual se refleja en un aumento de la pendiente en las curvas a bajas deformaciones en comparación con el PPG-0.5A-DMA-1. Este cambio se atribuye principalmente a la presencia de una mayor cantidad de interacciones de van der Waals las cuales contribuyen a disminuir la elasticidad del material.

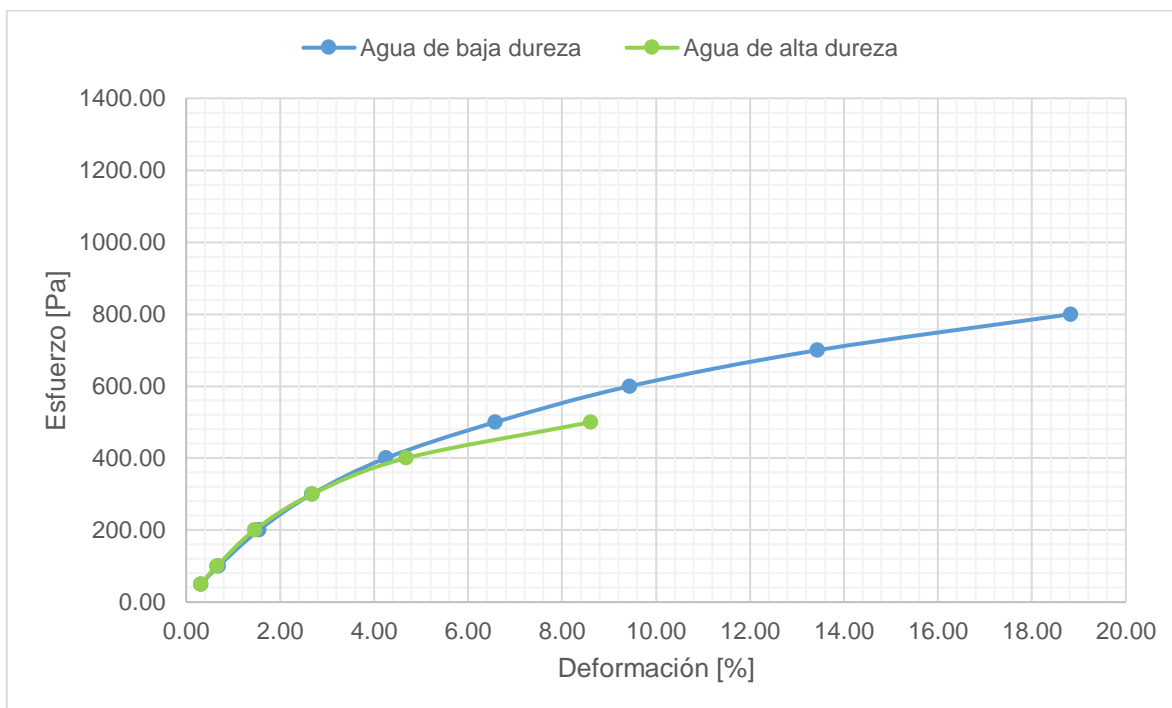


Gráfica 11. Curvas esfuerzo de corte/deformación angular de los PPG en agua de alta dureza.

En la gráfica 11 se observa que la adición equimolar de DMA incrementa la deformación máxima del PPG línea base en un medio de hinchamiento de alta dureza. Además, para una deformación del 2.3%, se requiere un menor esfuerzo en el equimolar en comparación a los otros PPG. Este comportamiento está relacionado con las interacciones de van der Waals, proporcionadas por la DMA, lo cual permite que el material sea más elástico. Por otro lado, al continuar agregando DMA el PPG se vuelve menos elástico, lo que se manifiesta en un aumento en la pendiente de la curva a bajas deformaciones. Se observa que el comportamiento del PPG-0.5A-DMA-2 es similar al del PPG línea base.

En general, los resultados de las gráficas 10 y 11 coinciden con lo reportado en la reología oscilatoria para el módulo de almacenamiento, donde las curvas tanto del módulo de almacenamiento como del esfuerzo de corte-deformación angular del PPG-0.5A-DMA-1 presentan una menor pendiente en comparación con los otros PPG.

La gráfica 12 compara las curvas de esfuerzo-deformación del PPG-0.5A-DMA-1 en los tres medios de hinchamiento utilizados.



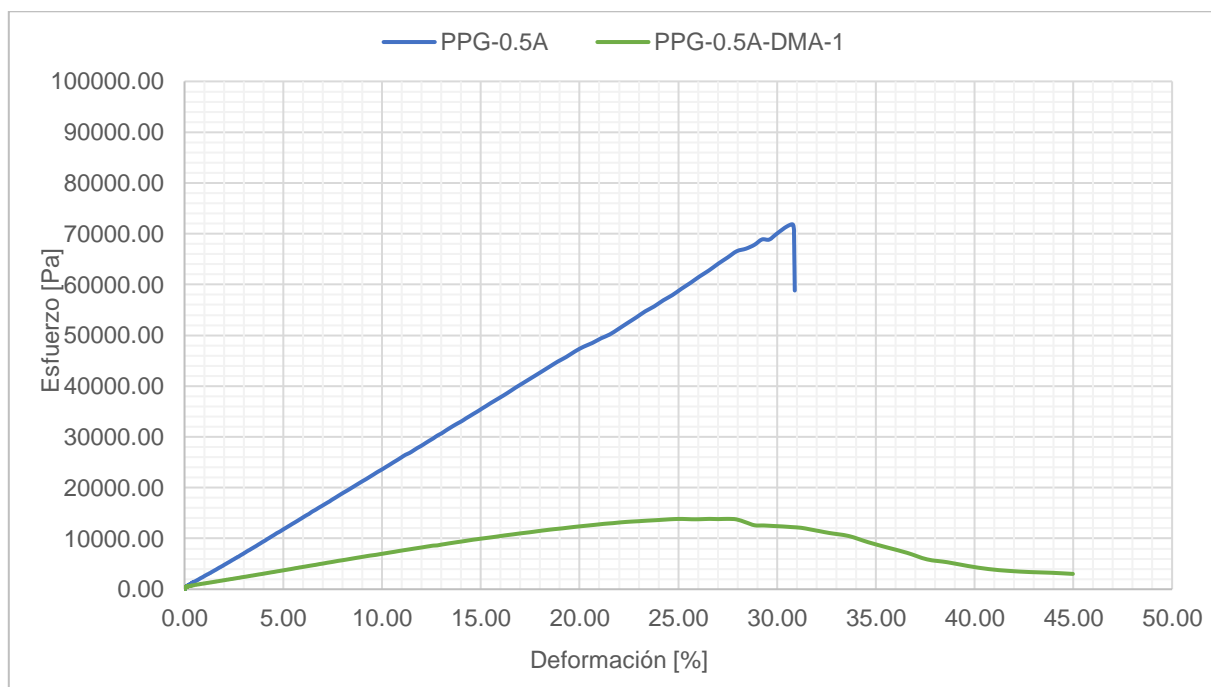
Gráfica 12. Curvas esfuerzo de corte/deformación angular del PPG-0.5A-DMA-1 en los diferentes medios de hinchamiento.

En la gráfica 12 se observa que en agua de alta dureza se obtienen menores esfuerzos a partir de una deformación del 2.7%, lo que indica que al aumentar la cantidad de iones divalentes ya no hay un efecto significativo en el esfuerzo aplicado para cierta deformación.

En la tabla 14 el PPG-0.5A-DMA-1 presenta los menores valores de esfuerzo de corte/deformación angular (G) en todos los medios de hinchamiento en comparación a los demás PPG.

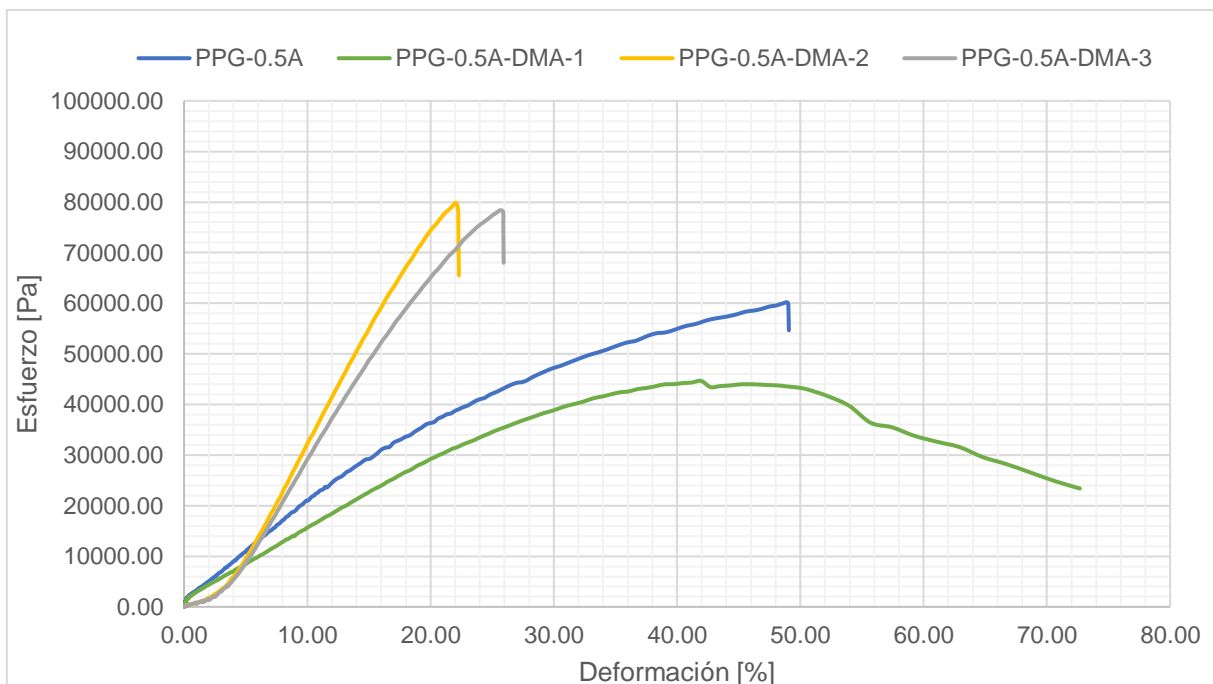
5.4. Módulo de Young (E)

En las gráficas 13, 14 y 15 se presenta el comportamiento de las curvas esfuerzo normal-deformación de los PPG sintetizados (PPG-0.5A línea base, PPG-0.5A-DMA-1, PPG-0.5A-DMA-2 y PPG-0.5A-DMA-3) e hinchados en agua desionizada, de baja dureza y de alta dureza, respectivamente. A partir del análisis de estas curvas se obtiene el valor del módulo de Young (anexo D). Estas curvas se realizaron por pruebas de compresión del material, las cuales fueron reportadas en este trabajo como el valor absoluto de la deformación porcentual.



Gráfica 13. Curvas Esfuerzo vs Deformación por pruebas de compresión en agua desionizada.

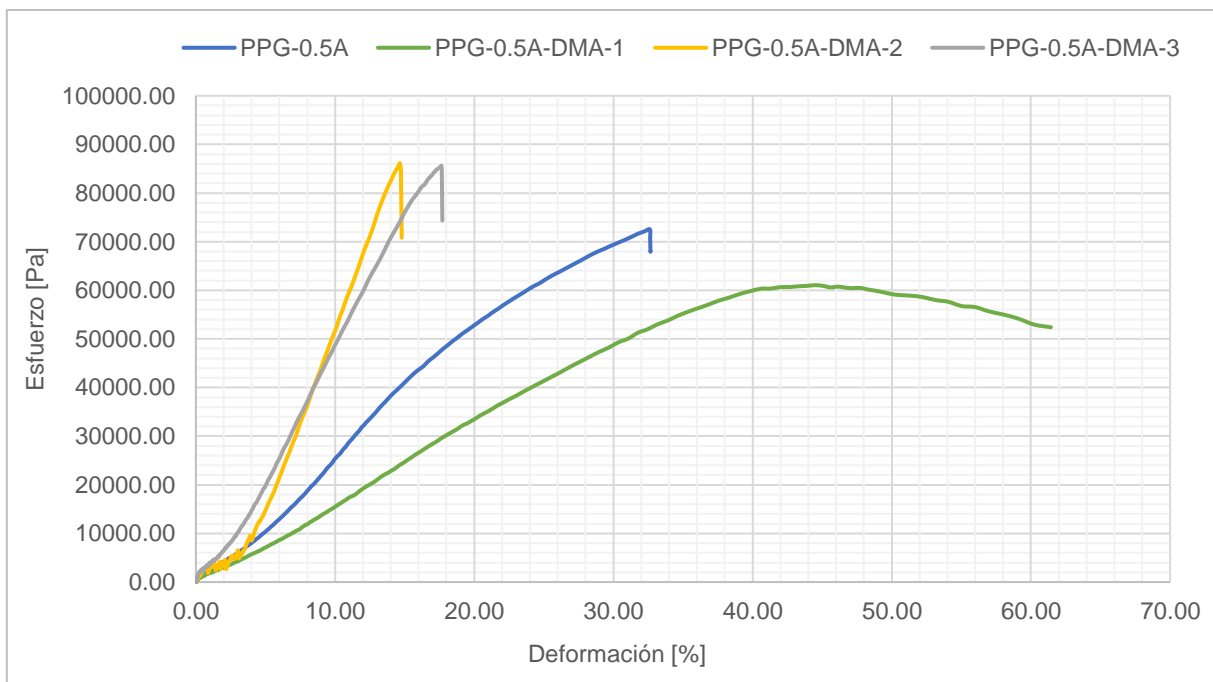
En la gráfica 13 se observa que la adición de DMA al PPG línea base reduce el esfuerzo máximo. El PPG línea base presenta un esfuerzo máximo de fractura de 71.2 kPa con una deformación de 30.8%, mientras que el PPG-0.5A-DMA-1 muestra un esfuerzo máximo de 13.8 kPa con una deformación del 27.5%, de igual manera presenta una zona plástica con un esfuerzo de fractura de 3.02 kPa y una deformación de 45%. Este cambio en el comportamiento se debe a las interacciones de van der Waals presentes en el PPG asociativo, las cuales confieren una sección plástica a la curva del material, otorgándole ductilidad a la estructura del PPG línea base.



Gráfica 14. Curvas Esfuerzo vs Deformación por pruebas de compresión en agua de baja dureza.

En la gráfica 14 se observa que la adición de DMA en una relación equimolar reduce el esfuerzo máximo del PPG lo que permite que la deformación continúe más allá del punto de esfuerzo máximo. El PPG línea base presenta un esfuerzo máximo de fractura de 60 kPa con una deformación del 49%, en cambio, el PPG-0.5A-DMA-1 muestra un esfuerzo máximo de 44.65 kPa con una deformación del 42%, presentando una zona plástica con un esfuerzo de fractura de 23.4 kPa y una deformación del 73%. Mientras que, el PPG-0.5A-DMA-2 tiene un esfuerzo máximo de 79.9 kPa con una deformación del 22% y el PPG-0.5A-DMA-3 presenta un esfuerzo máximo de 78.4 kPa con una deformación del 25.6%.

Estos resultados indican que la relación equimolar de DMA confiere características de ductilidad al PPG línea base, con una mayor deformación a menores esfuerzos de compresión debido a la diferente fuerza de las interacciones intermoleculares presentes en estos PPG. Sin embargo, al aumentar la cantidad de DMA, estas mismas interacciones hacen que el material sea menos elástico y adquiera características de un material frágil.



Gráfica 15. Curvas esfuerzo vs deformación por pruebas de compresión en agua de alta dureza.

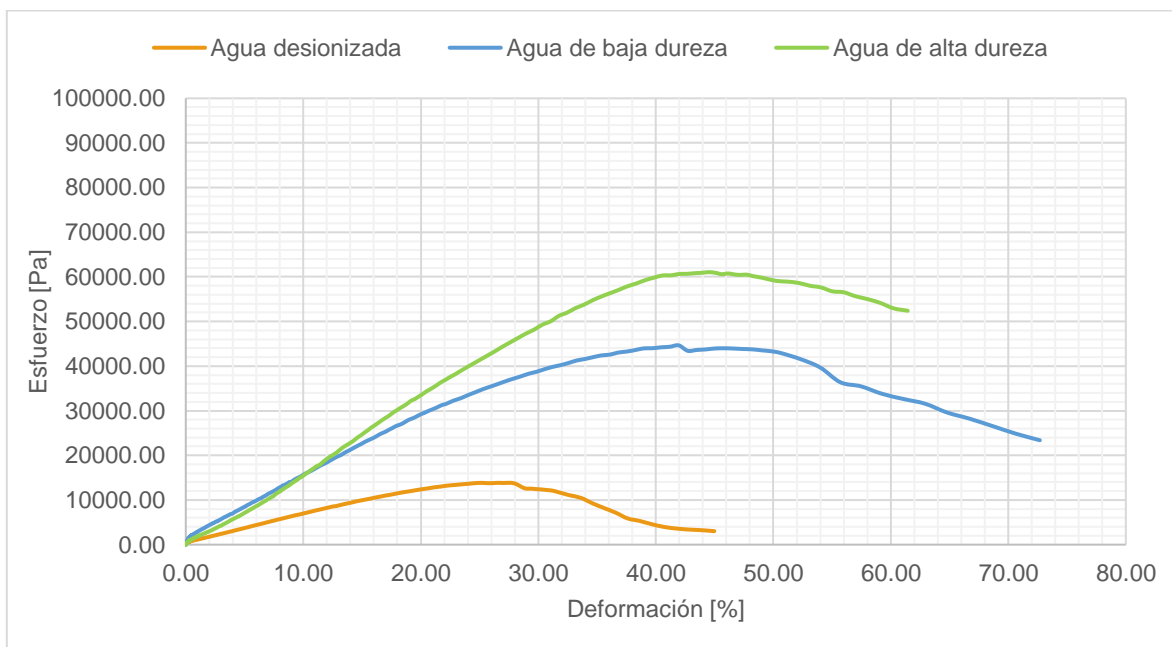
En la gráfica 15 se observa que la adición de una relación equimolar de DMA reduce el esfuerzo máximo del PPG línea base, lo que permite que la deformación continúe más allá del punto de esfuerzo máximo.

El PPG línea base presenta un esfuerzo máximo de 72.1 kPa con una deformación del 32.21%, en cambio, el PPG-0.5A-DMA-1 muestra un esfuerzo máximo de 61 kPa con una deformación del 44.5%, presentando una zona plástica con un esfuerzo de fractura de 52.4 kPa y una deformación del 61.4%.

Por otro lado, el PPG-0.5A-DMA-2 tiene un esfuerzo máximo de 86 kPa con una deformación del 15%, mientras que el PPG-0.5A-DMA-3 presenta un esfuerzo máximo de 85.5 kPa con una deformación de 17.6%.

Estos resultados indican que la relación equimolar de DMA confiere características de ductilidad al PPG línea base, con una mayor deformación a menores esfuerzos, debido a las diferentes fuerzas de las interacciones intermoleculares presentes en estos PPG. Sin embargo, al agregar una mayor cantidad de DMA estas mismas interacciones hacen que el material sea menos elástico y adquiera fragilidad.

La gráfica 16 presenta la comparación esfuerzo-deformación del PPG-0.5A-DMA-1 en los tres medios de hinchamiento utilizados.



Gráfica 16. Comparación de las curvas esfuerzo vs deformación del PPG-0.5A-DMA-1 en los diferentes medios de hinchamiento.

En la gráfica 16 se observa que al aumentar la dureza del agua existe un aumento en la pendiente de la curva, esto quiere decir que a mayor dureza se requiere más esfuerzo para una misma deformación. En el caso del agua de baja dureza y alta dureza, los esfuerzos para deformar el material son similares antes de una deformación del 12%, después de ese valor el PPG en agua de alta dureza requiere mayores esfuerzos para una misma deformación. De igual manera, el agua de baja dureza es el medio donde existe la mayor deformación, esto indicando que las interacciones electrostáticas en ese medio otorgan tanto ductilidad como la posibilidad de alcanzar mayores valores de deformación en comparación a los otros medios de hinchamiento. Adicionalmente, a mayor cantidad de iones divalentes, las interacciones intermoleculares obtienen más fuerza impidiendo que el PPG tenga la posibilidad de una mayor deformación.

En resumen, la relación equimolar de DMA proporciona características de ductilidad al PPG, con una mayor deformación a menores esfuerzos de compresión. Mientras que una mayor cantidad de DMA vuelve al material menos elástico y más frágil.

En la tabla 14 se observa, al comparar los valores del módulo de Young (E) y del esfuerzo de corte/deformación angular (G), que existe la misma tendencia del material tanto en compresión como en corte.

A continuación, se presenta la tabla 14 con un resumen de los valores obtenidos de las evaluaciones de las propiedades mecánicas de los PPG sintetizados en cada uno de los medios de hinchamiento.

Tabla 14. Valores de las propiedades mecánicas de los PPG-0.5A, PPG-0.5A-DMA-1, PPG-0.5A-DMA-2 y PPG-0.5A-DMA-3.

ID	Agua desionizada				Agua de baja dureza				Agua de alta dureza			
	Pruebas de compresión	Evaluaciones Creep-Recovery			Pruebas de compresión	Evaluaciones Creep-Recovery			Pruebas de compresión	Evaluaciones Creep-Recovery		
	Módulo de Young E [Pa]	Esfuerzo de corte / deformación angular G [Pa]	Porcentaje de recuperación óptima [%]	Esfuerzo máximo de recuperación óptima [Pa]	Módulo de Young E [Pa]	Esfuerzo de corte / deformación angular G [Pa]	Porcentaje de recuperación óptima [%]	Esfuerzo máximo de recuperación óptima [Pa]	Módulo de Young E [Pa]	Esfuerzo de corte / deformación angular G [Pa]	Porcentaje de recuperación óptima [%]	Esfuerzo máximo de recuperación óptima [Pa]
PPG-0.5A	221,554	Al no ser estables las evaluaciones, no se pudieron reportar los datos	66.861*	50**	253,326	26,180	97.880	50	345,442	30,795	86.853	200
PPG-0.5A-DMA-1	79,447		97.880	50	153,755	10,519	87.190	100	192,899	12,950	87.114	200
PPG-0.5A-DMA-2	-	-	-	-	395,464	21,459	89.097	300	594,758	21,029	88.694	300
PPG-0.5A-DMA-3	-	-	-	-	398,092	24,110	97.523	50	767,673	64,900	78.874*	50**

*Valor máximo de recuperación reportado en el caso de no tener un valor de porcentaje de recuperación de mínimo del 85%.

**Esfuerzo de recuperación óptima del porcentaje de recuperación máximo reportado.

Los valores del esfuerzo de corte/deformación angular (G) y del módulo de Young (E) reportados en la tabla anterior se obtuvieron mediante regresiones lineales de cada curva de esfuerzo vs. deformación. En este proceso, se identificó la sección más recta o lineal de cada curva y se realizó una regresión lineal para obtener la pendiente correspondiente, que corresponde al valor de cada parámetro. Los detalles completos de las regresiones lineales realizadas en cada gráfica se encuentran reportados en los anexos C y D.

Los valores de porcentaje de recuperación óptima y su esfuerzo máximo respectivo se obtuvieron a partir de las evaluaciones de Creep-Recovery. En cada evaluación, se seleccionaron porcentajes de recuperación cercanos al 85%. En los casos que no se alcanzara el valor mínimo del 85%, se reportan los valores máximos de recuperación obtenidos de las curvas. El esfuerzo máximo corresponde al esfuerzo aplicado para alcanzar el valor de recuperación óptima seleccionada.

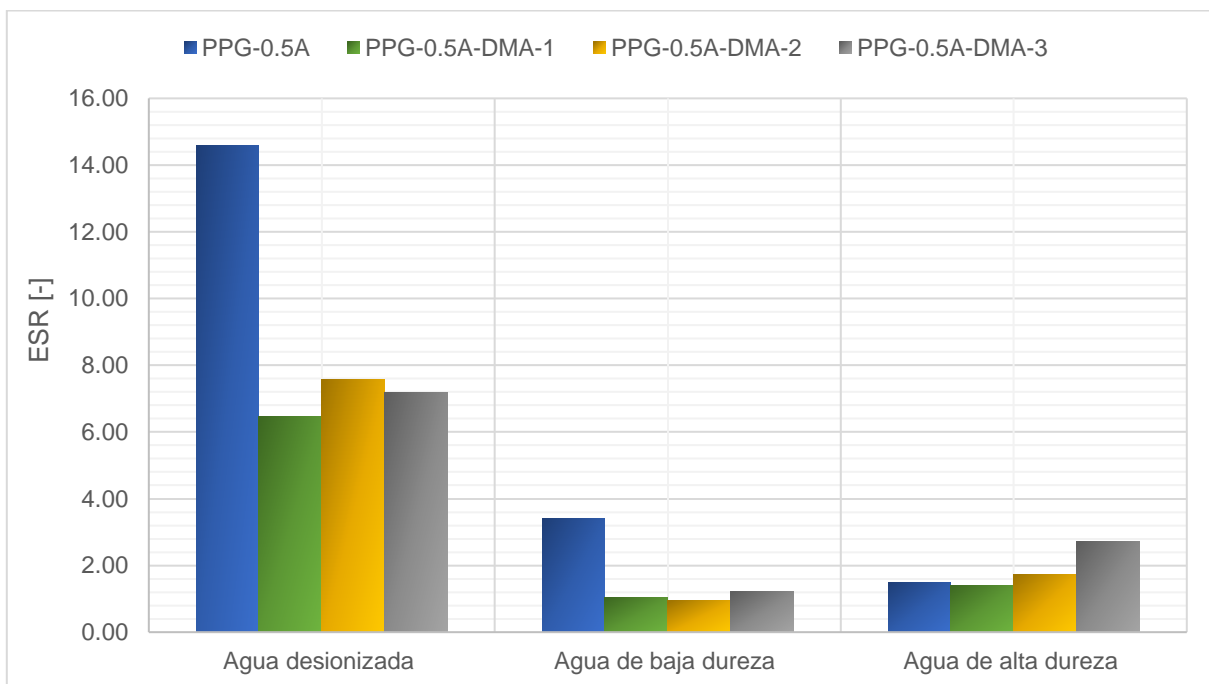
5.5. Relación de hinchamiento al equilibrio (ESR)

En la tabla 15 se presentan los valores de relación de hinchamiento al equilibrio de los PPG sintetizados y añejados. En el anexo E se presentan las tablas con los pesos registrados durante la determinación de la ESR de cada PPG.

Tabla 15. Relación de hinchamiento al equilibrio de los PPG sintetizados.

ID	ESR		
	Agua desionizada	Agua de baja dureza	Agua de alta dureza
PPG-0.5A	14.59	3.39	1.49
PPG-0.5A-DMA-1	6.45	1.03	1.41
PPG-0.5A-DMA-2	7.59	0.94	1.72
PPG-0.5A-DMA-3	7.19	1.20	2.72

En la gráfica 17 se presenta la comparación de los valores mostrados en la tabla 15.



Gráfica 17. Relación de hinchamiento al equilibrio de los PPG sintetizados.

En la gráfica 17 se observa que la capacidad de hinchamiento del PPG-0.5A (línea base) disminuye a medida que aumenta la salinidad y la dureza del medio. Esto se debe a que la interacción iónica juega un papel importante en un medio como el agua desionizada, donde se encuentran iones en la estructura del PPG capaces de atraer moléculas de agua. Los grupos funcionales hidrofílicos (-COOH, -CONH₂ y -SO₂OH) presentes en el PPG establecen interacciones intermoleculares como los puentes de hidrógeno que permiten la formación de redes no covalentes más extensas, lo que resulta en una mayor absorción de agua en la estructura del PPG. En cambio, en un medio de alta salinidad y con un aumento en la concentración de iones divalentes el proceso de expansión del PPG se ralentiza, lo que conduce a una menor absorción de agua. La presencia de iones divalentes genera interacciones electrostáticas fuertes con los grupos funcionales hidrofílicos que desplazan las moléculas de agua que interactúan con las cargas negativas en la estructura del PPG, lo que reduce el hinchamiento y restringe la capacidad de absorción de agua del material.

En el caso de los PPG con DMA, se observa que en agua desionizada mantienen una mayor capacidad de hinchamiento en comparación con el medio de alta dureza. Sin embargo, los valores de ESR son menores para los PPG con DMA en comparación con el PPG línea base sugiriendo que, aunque los PPG con DMA presenten un mayor

hinchamiento en agua desionizada, el equilibrio de absorción de agua se alcanza a un nivel más bajo en comparación con el PPG línea base.

En el caso del agua de alta salinidad y baja concentración de iones Ca^{2+} , se observa que los PPG-0.5A-DMA-1 y PPG-0.5A-DMA-2 tienen valores similares de ESR indicando que agregar más DMA a la estructura del PPG línea base no favorece la capacidad de absorción de agua. Sin embargo, el PPG-0.5A-DMA-3, que contiene una mayor cantidad de DMA y, por lo tanto, más enlaces de van der Waals en su estructura se observa una mayor absorción de agua en comparación con los otros PPG. Esto sugiere que el incremento en las interacciones intermoleculares en el PPG-0.5A-DMA-3 promueve una mayor absorción de agua en la estructura del material.^[76]

En agua de alta salinidad y concentración de iones Ca^{2+} , al aumentar la relación molar de DMA en el PPG también aumentan los enlaces de van der Waals presentes en la estructura del material, lo que permite un aumento proporcional de la ESR de los PPG asociativos en este medio de hinchamiento, lo cual contrasta con la tendencia mostrada por el PPG línea base. Esto puede estar determinado por el aumento de las interacciones entre las fuerzas intermoleculares presentes en la estructura del PPG promovidas por la presencia de iones Ca^{2+} que ocasionan una mayor atracción de las moléculas de agua hacia la estructura del PPG asociativo, lo que resulta en un mayor hinchamiento del material en este medio.

A continuación, las figuras 54 a la 61 presentan evidencia fotográfica de los PPG sintetizados e hinchados durante 24 horas, así como su apariencia después de las 3 horas de filtración.



Figura 54. Imágenes de PPG-0.5A hinchados en los diferentes medios después de 24 horas.



Figura 55. Imágenes de PPG-0.5A hinchados en los diferentes medios y después de 3 horas de filtración.



Figura 56. Imágenes de PPG-0.5A-DMA-1 hinchados en los diferentes medios después de 24 horas.



Figura 57. Imágenes de PPG-0.5A-DMA-1 hinchados en diferentes medios y después de 3 horas de filtración.



Figura 58. Imágenes de PPG-0.5A-DMA-2 hinchados en los diferentes medios después de 24 horas.

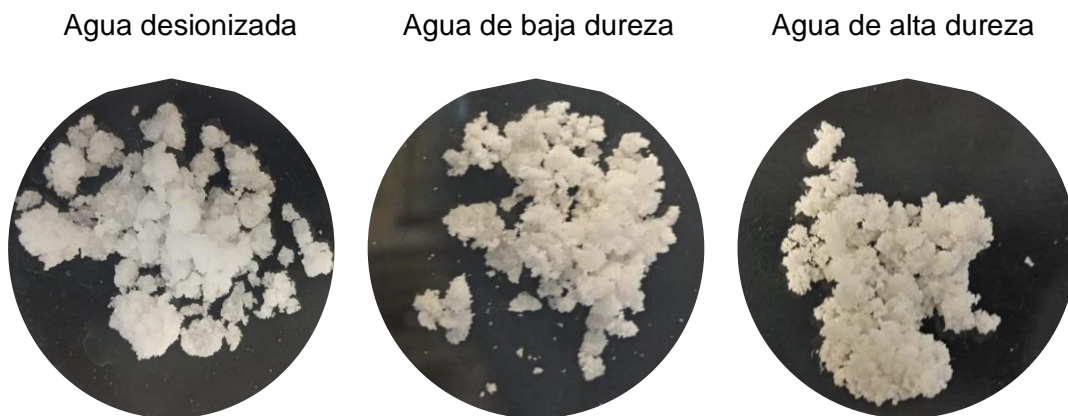


Figura 59. Imágenes de PPG-0.5A-DMA-2 hinchados en los diferentes medios y después de 3 horas de filtración.

Agua desionizada



Agua de baja dureza



Agua de alta dureza

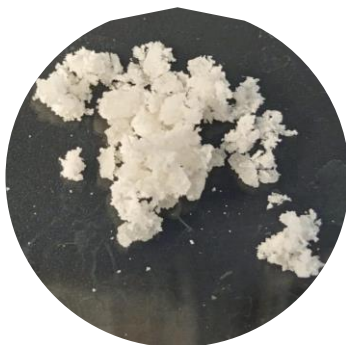


Figura 60. Imágenes de PPG-0.5A-DMA-3 hinchados en los diferentes medios después de 24 horas.

Agua desionizada



Agua de baja dureza



Agua de alta dureza

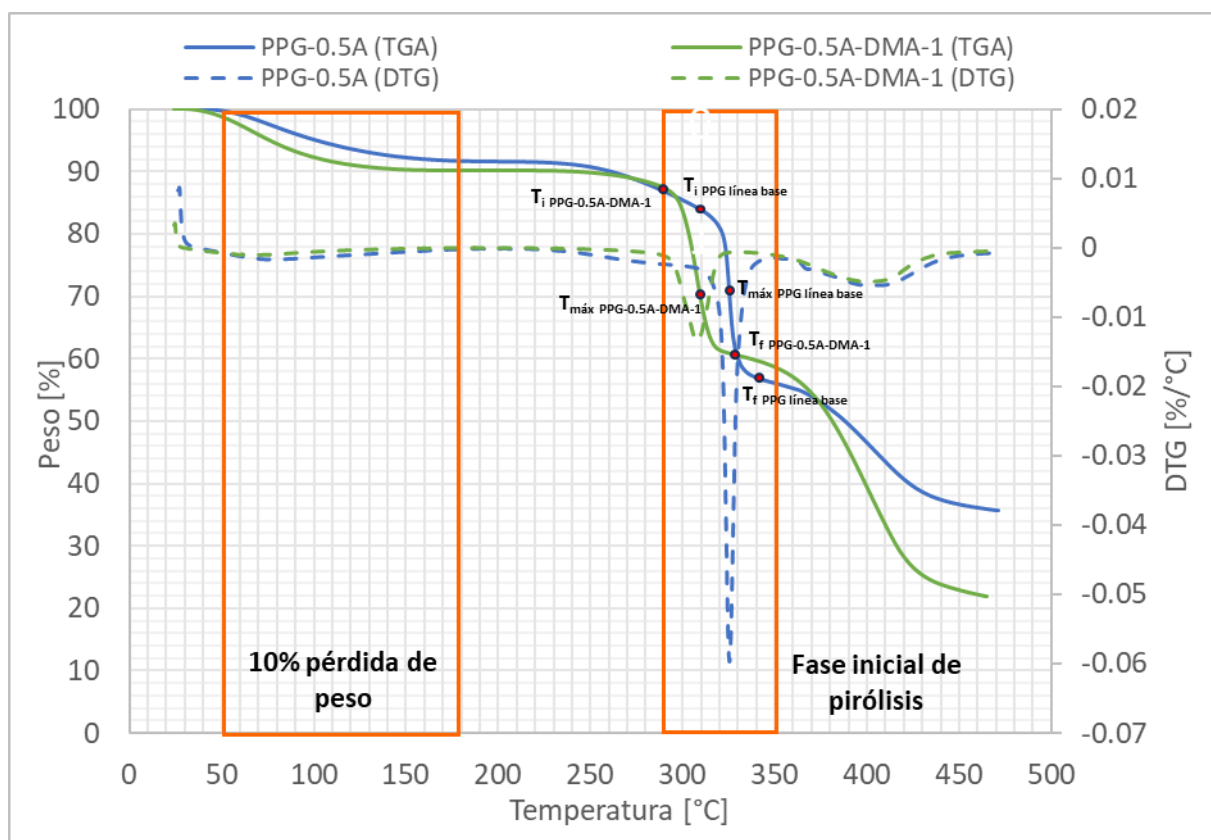


Figura 61. Imágenes de PPG-0.5A-DMA-3 hinchados en los diferentes medios y después de 3 horas de filtración.

Etapa 4: Caracterización

5.6. TGA

En la gráfica 18 se presentan las curvas correspondientes al análisis termogravimétrico de las muestras de gel PPG-0.5A y PPG-0.5A-DMA-1, realizadas por calentamiento a una rampa de temperatura de 30 a 500°C con un gradiente de 10°C/ min en una atmósfera de N₂.



Gráfica 18. Curva termoanalítica del análisis TGA/DTG de las muestras sólidas.

En las curvas termoanalíticas presentadas en la gráfica 18 se observa que en el intervalo de 50 a 170 °C se produce una pérdida de masa del 10%, la cual se atribuye a la presencia de agua y/o componentes volátiles en las muestras. En la etapa de pirólisis que se sitúa entre los 295 y 342 °C se observa que la temperatura de pérdida de masa inicial (T_i) y final (T_f) es menor para el PPG-0.5A-DMA-1 en comparación con el PPG-0.5A, esto sugiere una descomposición temprana del PPG asociativo.^[77,78] También, se observa a partir de las curvas de DTG que la temperatura de la tasa máxima de pérdida de peso ($T_{máx}$) del PPG asociativo es menor respecto al PPG base

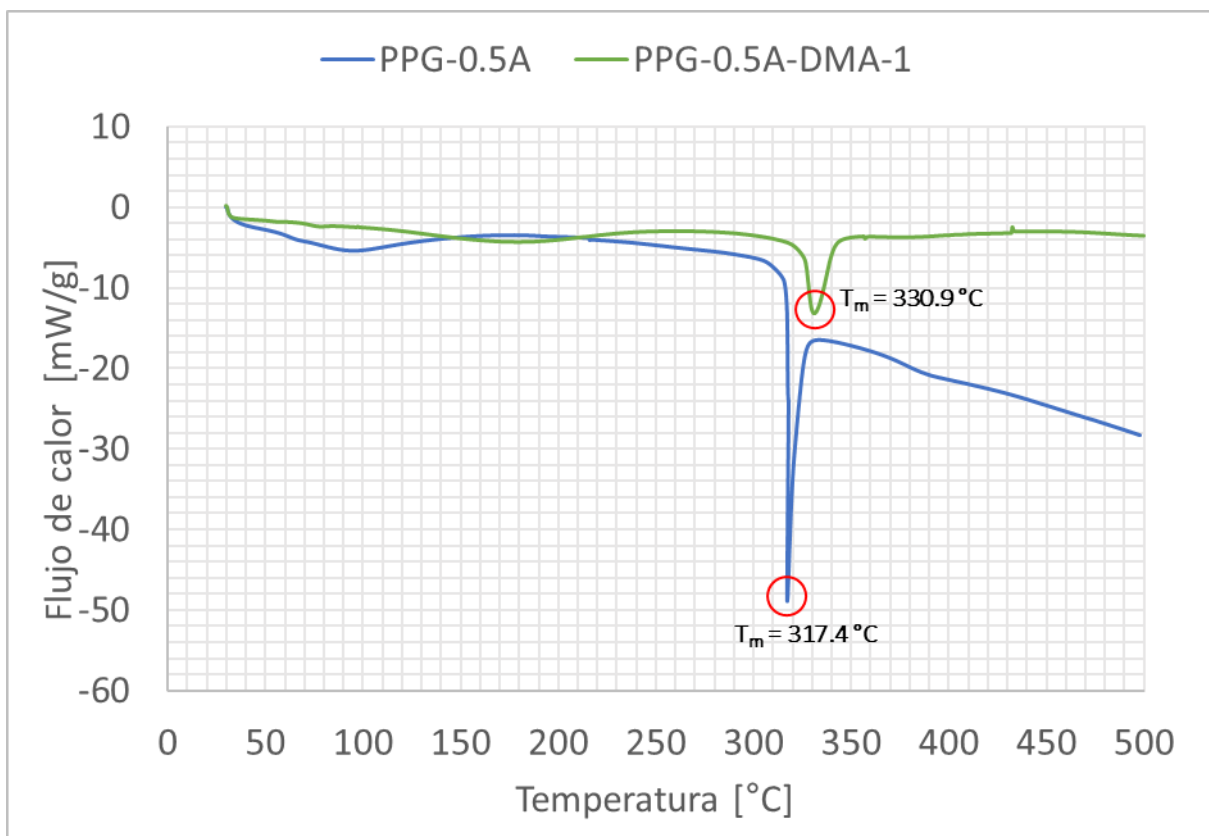
Esto indica que el PPG asociativo tiene una menor estabilidad térmica, ya que su descomposición comienza y termina antes que la del PPG línea base. Esto está relacionado con la estructura predominantemente amorfa y desordenada del PPG asociativo, mientras que el PPG línea base presenta una mayor estabilidad térmica ya que tiene predominantemente una estructura más ordenada y cristalina.^[78]

Tabla 16. Temperaturas características térmicas del PPG-0.5A y PPG-0.5A-DMA-1.

Muestra	T_i (°C)	$T_{m\acute{a}x}$ (°C)	T_f (°C)
PPG-0.5A (línea base)	315.2	325.4	341.9
PPG-0.5A-DMA-1	295	309.0	327.0

5.7. DSC

En la gráfica 19 se presentan los diagramas correspondientes al análisis de calorimetría de barrido diferencial de las muestras de gel PPG-0.5A y PPG-0.5A-DMA-1, realizadas por calentamiento a una rampa de temperatura de 30 a 500°C con un gradiente de 10°C/ min en una atmosfera de N₂.



Gráfica 19. Curva termoanalítica del análisis DSC de las muestras sólidas.

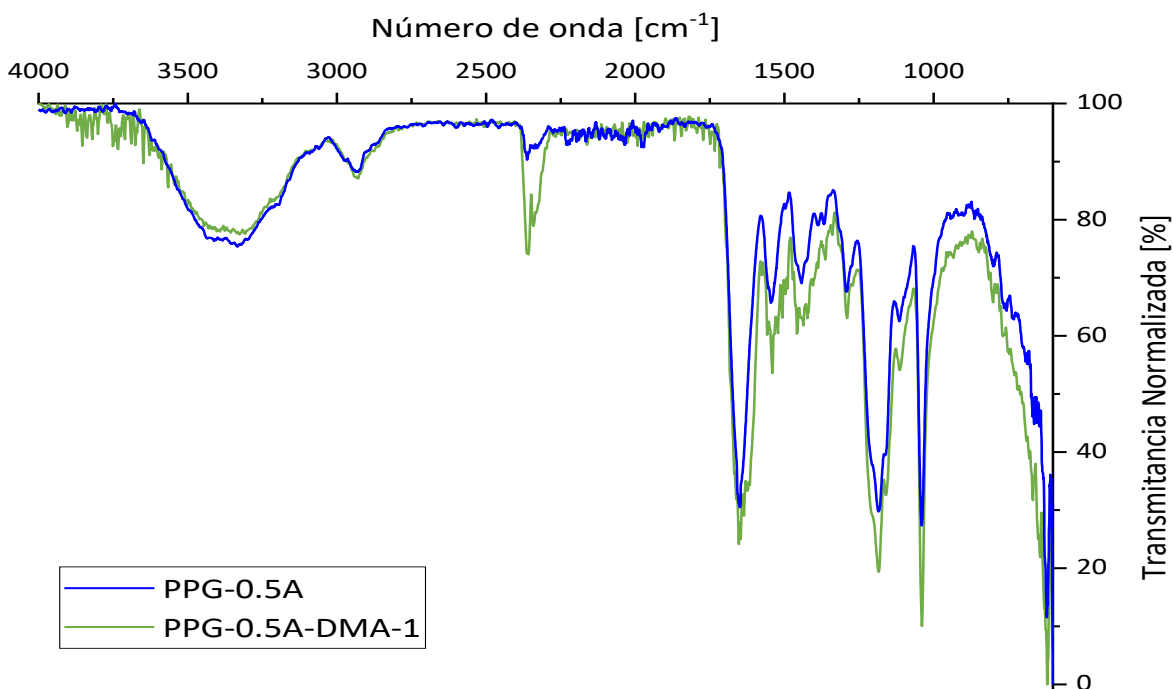
Los diagramas termoanalíticos muestran un comportamiento endotérmico en los PPG línea base y asociativo con picos a las temperaturas de 317.4 y 330.9°C, respectivamente, lo cual corresponde a la temperatura de fusión de la fracción cristalina de las muestras.

El proceso de fusión de la fracción cristalina del PPG-0.5A requirió una energía de 904.50 mJ, mientras que el PPG-0.5A-DMA-1 necesitó 748.51 mJ (Anexo G); esta diferencia puede atribuirse a la fuerza de van der Waals provenientes del monómero hidrófobo, ya que, al contraer la red polimérica, impide la formación de redes cristalinas de manera extensiva. La mayor cantidad de energía requerida por el PPG línea base plantea la posibilidad de la existencia de un mayor contenido cristalino con distribución heterogénea, mientras que el comportamiento térmico del PPG-0.5A-DMA-1 se asemeja al de un material elastómero; en el cual, zonas de morfología amorfa coexisten con un contenido cristalino más uniforme y homogéneo.^[67,77]

Se observa que la línea base del PPG-0.5A-DMA-1 regresa a los valores registrados previos al proceso de fusión de la fracción cristalina, por el contrario, el PPG-0.5A manifiesta procesos de fusión permanente al continuar con el incremento de temperatura.

5.8. FTIR

Los resultados del FTIR se presentan en la gráfica 20, donde se muestran los espectros obtenidos para los PPG evaluados por esta técnica analítica.



Gráfica 20. Espectro de FT-IR de los productos PPG-0.5A y PPG-0.5A-DMA-1, adquirido por el método de reflectancia total atenuada.

Tabla 17. Bandas asociadas a los grupos de los PPG-0.5A y PPG-0.5A-DMA-1.

Grupo funcional	Número de onda [cm ⁻¹]		Observaciones
	PPG-0.5A	PPG-0.5A-DMA-1	
-NH/-NH ₂	3405, 3325	3401, 3329, 628	
C-H (R-CH=CH ₂)	-	1656, 1442	Hidrógenos de Vinilo
-CH ₂ , -CH ₃	2976, 2930	2932, 2289	
-CO-N-(R) ₂	1652	1650	Carbonilo de amida
-NH-		1544	
R-CH=CH ₂	1184	1656, 1442	Vinilo
-S=O	1039	1039	

La muestra PPG-0.5A-DMA-1 fue caracterizada mediante FTIR, entre las principales bandas asociadas tanto al polímero como a los monómeros son las generadas por los carbonilos de los monómeros -CO-N(R)₂, así como la presencia de una banda característica del grupo SO₃. Además, se observó la presencia de bandas características a R-CH=CH₂ lo que sugiere presencia de monómero residual.

Las vibraciones características de los grupos funcionales metilo, carbonilo, vinílicos de la DMA están en las mismas regiones que los grupos funcionales que presentan la AAM, VP y AMPSNa. Por lo anterior y utilizando esta técnica analítica no es posible confirmar que el PPG-0.5A-DMA-1 contenga el monómero hidrófobo DMA en su estructura molecular, ya que las bandas características son coincidentes. Sin embargo, en el espectro del PPG-0.5A-DMA-1, se observa una mayor cantidad de vibraciones correspondientes a enlaces C-H en la banda de 2971 a 2889 cm^{-1} y más bandas correspondientes a las vibraciones C=O en 1650 a 1646 cm^{-1} .

5.9. Análisis Elemental (AE)

Los resultados del análisis elemental de las muestras se indican en la tabla 18. El análisis fue realizado por duplicado y se presenta únicamente el promedio, la desviación estándar y el porcentaje del coeficiente de variación.

Tabla 18. Resultado del análisis elemental y fórmula molecular más probable de las muestras PPG-0.5A (línea base) y PPG-0.5A-DMA-1.

ID	Nitrógeno [%]	Carbono [%]	Hidrógeno [%]	Azufre [%]	Oxígeno [%]	Suma CHNS-O [%]
PPG-0.5A	9.6	39.0	6.1	6.6	25.6	86.9
DE	0.460	0.949	0.107	0.232	0.183	1.930
%CV	4.8	2.4	1.8	3.5	0.7	2.2
PPG-0.5A-DMA-1	10.7	41.7	6.5	5.2	24.1	88.3
DE	0.451	0.486	0.066	0.026	0.596	1.625
%CV	4.2	1.2	1.0	0.5	2.5	1.8

DE: Desviación estándar.

%CV: Porcentaje del coeficiente de variación.

Con base en estos resultados se determinó la fórmula empírica y se presenta de acuerdo con los porcentajes de CHNS-O obtenidos experimentalmente. Los cálculos para obtener la fórmula empírica se encuentran en el anexo F.

- Fórmula empírica del PPG-0.5A



- Fórmula empírica del PPG-0.5A-DMA-1



La figura 62 muestra una estructura molecular representativa del PPG asociativo.

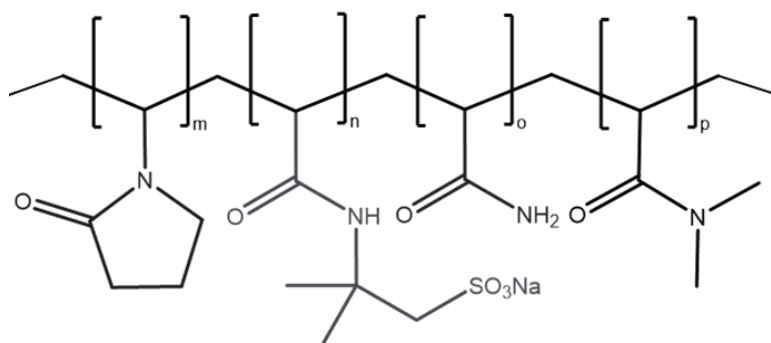


Figura 62. Propuesta de una estructura molecular representativa del PPG-0.5A-DMA-1.

Los resultados del análisis elemental indican la proporción relativa de átomos de diferentes elementos presentes en las moléculas de los compuestos PPG-0.5A (línea base) y PPG-0.5A-DMA-1. En el caso del PPG-0.5A, su fórmula empírica indica que, en promedio, hay 16 átomos de carbono, 30 átomos de hidrógeno, 3 átomos de nitrógeno, 1 átomo de azufre y 8 átomos de oxígeno presente. Por otro lado, la fórmula empírica del PPG-0.5A-DMA-1 indica que, en promedio, hay 21 átomos de carbono, 40 átomos de hidrógeno, 5 átomos de nitrógeno, 1 átomo de azufre y 9 átomos de oxígeno presentes en cada molécula de este compuesto. Al comparar las fórmulas empíricas del PPG línea base y del PPG-0.5A-DMA-

1 con la fórmula lineal de la DMA ($C_5H_9N_1O_1$), se infiere que la diferencia entre las fórmulas empíricas está relacionada con la presencia del monómero hidrófobo en la estructura del polímero base. La fórmula empírica del PPG-0.5A-DMA-1 tiene una mayor proporción de átomos de carbono (C), hidrógeno (H), nitrógeno (N) y oxígeno (O) en comparación con el PPG-0.5A. Lo que sugiere la incorporación de este monómero en la estructura. Adicionalmente, las diferencias de nitrógeno y oxígeno podrían ser atribuibles a otros componentes o grupos funcionales presentes.

Estas fórmulas empíricas proporcionan una representación simplificada de la composición elemental de los compuestos y su relación entre los diferentes elementos. Sin embargo, es importante destacar que la fórmula empírica no proporciona información detallada sobre la estructura química específica de las moléculas, sino solo la relación proporcional de los átomos de diferentes elementos. Para obtener una comprensión completa de la estructura y conectividad de los átomos en las moléculas, se requeriría información adicional mediante análisis complementarios.

5.10. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Con el fin de caracterizar la morfología, estructura y características superficiales del PPG, se obtuvieron imágenes de microscopía electrónica de barrido de los PPG sintetizados. Para llevar a cabo el análisis, las placas del PPG fueron sometidas a un proceso de añejamiento de 24 horas en tres medios de hinchamiento diferentes: agua desionizada, agua de baja dureza y agua de alta dureza. Posteriormente, estas placas hinchadas fueron sometidas a liofilización para su preparación. En las figuras 63 y 64 se muestran las imágenes obtenidas utilizando la técnica de SEM.

La figura 63 presenta las micrográficas SEM de los PPG-0.5A (línea base) y PPG-0.5A-DMA-1 como placas originales, es decir sin hinchar.

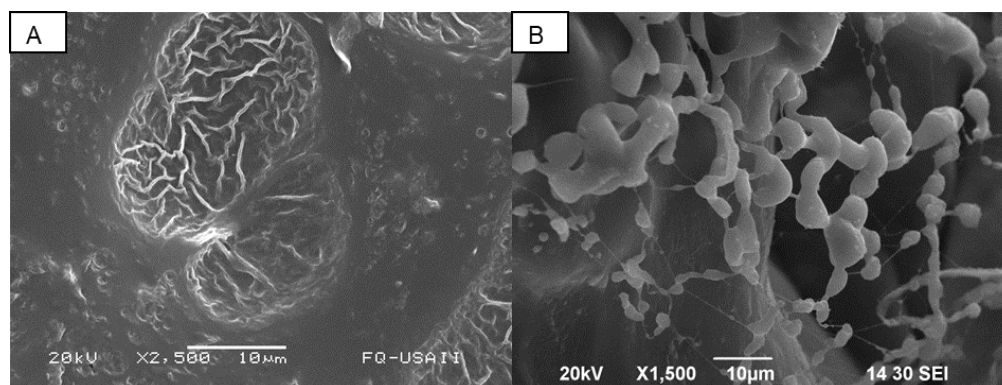


Figura 63. Micrografías SEM de A) PPG-0.5A (línea base) y B) PPG-0.5A-DMA-1, ambos sin hinchar.

La figura 63.A presenta estructuras porosas tridimensionales con pliegues internos formados durante el proceso liofilizado de la muestra. La morfología observada es el resultado de las interacciones entre los grupos funcionales en la estructura del PPG. Mientras que en la figura 63.B se observa la presencia de estructuras parecidas a microesferas, que estarían relacionadas a la incorporación de DMA a la estructura del PPG línea base.^[79,80,81,82]

La figura 64 presenta las micrografías SEM de los PPG-0.5A (línea base) y PPG-0.5A-DMA-1 hinchados en agua desionizada, agua de baja dureza y agua de alta dureza.

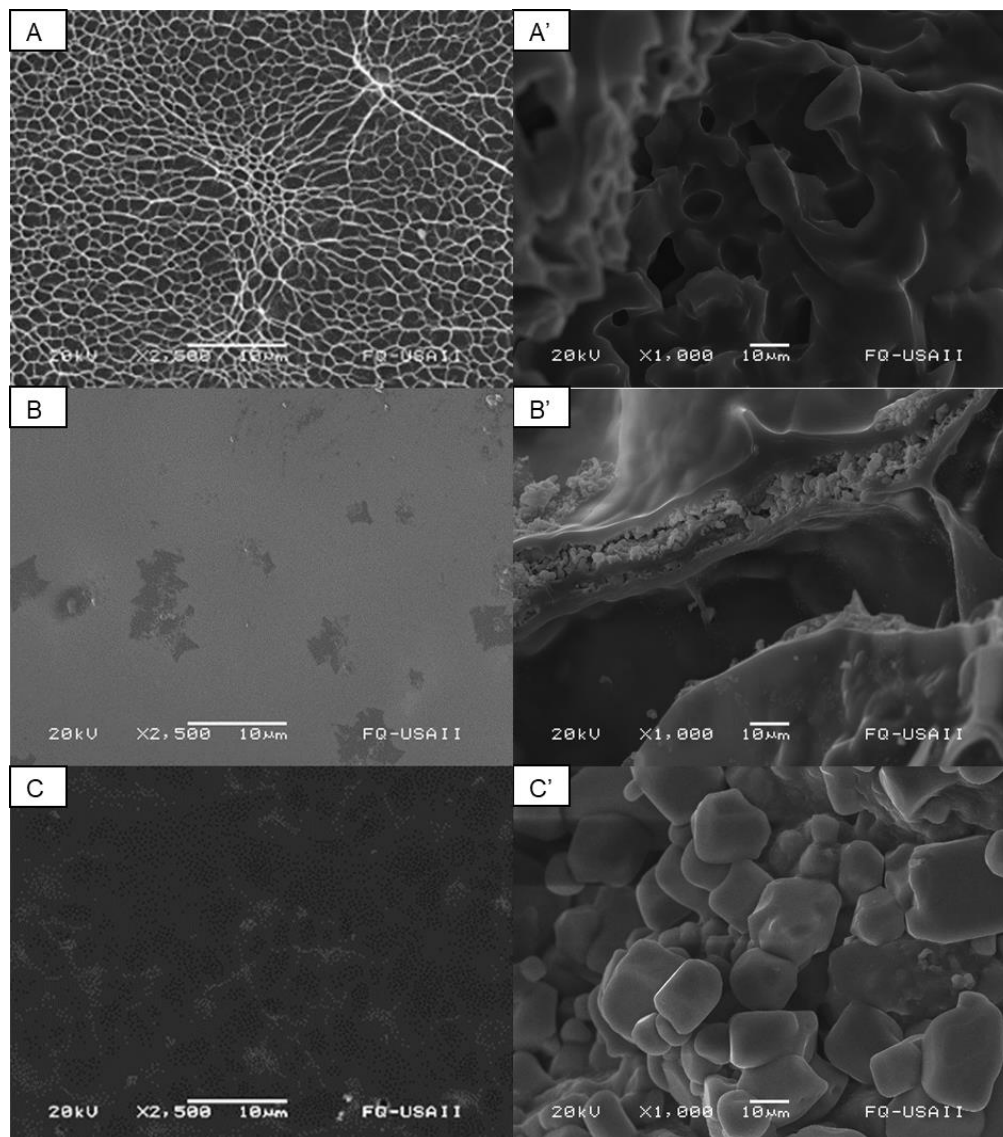


Figura 64. Micrografías SEM del PPG-0.5A (línea base) y PPG-0.5A-DMA-1 hinchados en A, A') agua desionizada B, B') agua de baja dureza y C, C') agua de alta dureza.

En la figura 64.A se aprecia una estructura de red fina en la estructura del PPG línea base. Por otro lado, en la figura 64.A' se observan estructuras más densas para el PPG-0.5A-DMA-1 en el mismo medio de hinchamiento. Al introducir iones divalentes se observa la presencia de pequeñas estructuras similares a bloques, como se muestra en la figura 64.B'.^[78,79] A medida que aumenta la salinidad y la dureza del medio, se aprecian con mejor definición las estructuras amorfas debido al efecto de interacciones electrostáticas y supramoleculares. Estas interacciones son el resultado de la presencia de una mayor cantidad de iones divalentes, las cuales modifican la densidad de la estructura, como se observa en la figura 64.C'.

Capítulo VI: Conclusiones

- Se desarrolló un procedimiento técnico para la síntesis de los PPG asociativos vía disolución y por iniciación térmica a 60°C.
- El PPG asociativo (PPG-0.5A-DMA-1) que presentó un mejor desempeño fue el sintetizado a una concentración de 30%w de monómeros AAm, VP, AMPSNa y DMA con una relación molar 1:1:1:1, respectivamente. Con un porcentaje de concentración de 0.5%w de entrecruzante MBA, 0.15%w de iniciador APS y 0.5%w de montmorillonita sódica.
 - La caracterización analítica por las técnicas de FTIR, AE, SEM, TGA y DSC muestran evidencias de la incorporación del monómero hidrófobo en el PPG sintetizado.
- Se evaluó el desempeño del PPG-0.5A-DMA-1 observándose las siguientes mejoras con respecto al PPG convencional:
 - Reducción del módulo de almacenamiento en un 38% en medios de baja salinidad y dureza, lo que implica un material menos rígido.
 - El valor de esfuerzo de corte/deformación angular presenta una disminución del 40% en medios de baja dureza y de alta dureza.
 - El material presenta resiliencia; recupera hasta el 87% de su tamaño original, a esfuerzos mayores, por ejemplo, de 100 Pa y 200 Pa en agua de baja y alta dureza, respectivamente, mientras que el PPG convencional de 50 Pa para ambas durezas.
 - Reducción del módulo de Young en un 61% en medios de baja salinidad y dureza, lo cual implica una mayor deformación a menores esfuerzos normales.

- Presenta una región plástica que se manifiesta en la determinación del módulo de Young. En esta región se deforma sin colapsar.
- Presenta un mayor hinchamiento en aguas de mayor dureza, lo cual implica un menor uso de la cantidad de material para aplicaciones en campo.
- Presenta características de un material con estructura mayoritariamente amorfa, lo cual brinda una mejor elasticidad, a diferencia del PPG convencional el cual presenta la estructura con mayor contenido de material cristalino.

REFERENCIAS

- [¹] Bai, B., Wei, M., & Liu, Y. (2012). Injecting large volumes of preformed particle gel for water conformance control. Obtenido de *Oil & Gas Science and Technology Journal*.
- [²] Yañes Silva, R. L., Mendoza Montes, M., & Báez Tino, E. (2014). *Estudio y análisis de yacimientos carbonatados de la zona del Golfo de México*. Tesis de pregrado, Universidad Nacional Autónoma de México.
- [³] Durán-Valencia, C., Bai, B., Reyes, H., Fajardo-López, R., Barragán-Arroche, F., & López-Ramírez, S. (2014). Development of Enhanced Nanocomposite Preformed Particle Gels for Conformance Control in High-Temperature and High-Salinity Oil Reservoirs. Obtenido de *Polymer Journal*.
- [⁴] Imqam, A., & Bai, B. (2015). Optimizing the strength and size of preformed particle gels for better conformance control treatment. Obtenido de *The Science and Technology of Fuel and Energy Journal*.
- [⁵] Comisión Nacional de Hidrocarburos (2012). *El Futuro de la Producción de Aceite en México: Recuperación Avanzada y Mejorada IOR-EOR*. Obtenido de https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/149844/IOR_EOR_published.pdf (Acceso 12 de mayo de 2023).
- [⁶] Besson, C. (2005). *Resources to Reserves: Oil & Gas Technologies for the Energy Markets of the Future*. Francia: IEA Publications.
- [⁷] Campos, C. M. (2019). *Aspectos técnico-económicos para la selección de un proceso de recuperación secundaria y/o mejorada para un yacimiento carbonatado de alta temperatura y alta salinidad*. Tesis que para obtener el título de Ingeniero Petrolero, Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Ingeniería, Ciudad de México.
- [⁸] *Tablero de producción de petróleo y gas*. (2023). Obtenido de Comisión Nacional de Hidrocarburos: <https://produccion.hidrocarburos.gob.mx/> (Acceso 14 de mayo de 2023)
- [⁹] Deolarte, C. et al. (2009). *Successful Combination of an Organically Crosslinked Polymer System and a Rigid-Setting Material for Conformance Control in Mexico*. Obtenido de *SPE Prod & Oper*.

- [10]León, J. B. (2020). *Evaluación del flujo bifásico de fluidos en un medio poroso altamente conductivo en presencia de gel de partículas preformadas (PPG)*. Tesis que para obtener el título de Ingeniero Petrolero, Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Ingeniería, Ciudad de México.
- [11]Azari, M., & Soliman, M. (1996). *Review of Reservoir Engineering Aspects of Conformance Control Technology*. Artículo presentado en Permian Basin Oil and Gas Recovery Conference.
- [12]Lei, W. et al. (2019). Transport mechanism of deformable micro-gel particle through micropores with mechanical properties characterized by AFM. Obtenido de *Scientific Reports*.
- [13]Hiemenz, P. C., & Lodge, T. P. (2007). How Big is Big? Obtenido de *Polymer Chemistry* (2da ed.). CRC Press.
- [14]Wade, L. (2017). Importancia comercial de los alquenos. Obtenido de *Química Orgánica* (9na ed., Vol. 1). Pearson.
- [15]Osswald, T., & Rudolph, N. (2015). Molecular Structure of Polymers. Obtenido de *Polymer Rheology: Fundamentals and Applications*. Cincinnati, Estados Unidos: Hanser Publications.
- [16]Fessenden, R., & Fessenden, J. (1983). Polímeros por radicales libres. Obtenido de *Química Orgánica* (2a ed.). Grupo Editorial Iberoamericana.
- [17]Boyd, & Morrison. (1985). Polimerización de alquenos por medio de radicales libres. Obtenido de *Química Orgánica* (2a ed.). Fondo Educativo Interamericano.
- [18]Odian, G. (2004). Other Emulsion Polymerization Systems. Obtenido de *Principles of Polymerization* (4ta ed.). Estados Unidos: Wiley.
- [19]Odian, G. (2004). Solution Polymerization. Obtenido de *Principles of Polymerization* (4ta ed.). Estados Unidos: Wiley.
- [20]Odian, G. (2004). Bulk (Mass) Polymerization. Obtenido de *Principles of Polymerization* (4ta ed.). Estados Unidos: Wiley.
- [21]Odian, G. (2004). Heterogeneous Polymerization. Obtenido de *Principles of Polymerization* (4ta ed.). Estados Unidos: Wiley.

- [22] Odian, G. (2004). Pure Thermal Initiation. Obtenido de *Principles of Polymerization* (4ta ed.). Estados Unidos: Wiley.
- [23] Odian, G. (2004). Redox Initiation. Obtenido de *Principles of Polymerization* (4ta ed.). Estados Unidos: Wiley.
- [24] Kumar Rajak, D., et. al. (2022). Polymers for aerospace structures. Obtenido de *Advanced Polymers in Aircraft Structures*. Springer.
- [25] Wang, Y., Bai, B., & Liu, Y. (2010). Applied Technologies and Prospects of Conformance Control Treatments in China. Obtenido de *Oil & Gas Science and Technology*.
- [26] Seidy-Esfahlan, M., Khodapanah, E., Alireza Tabatabaei-Nezhad, S., & Salami-Kalajahi, M. (2022). Swelling and rheological behavior of preformed particle gel nanocomposite: simultaneous effect of pressure, temperature, and salinity. Obtenido de *Polymer Bulletin*.
- [27] Farasat, A., Vafaie Sefti, M., Sadeghnejad, S., & Reza Saghafi, H. (2017). Effects of reservoir temperature and water salinity on the swelling ratio performance of enhanced preformed particle gels. Obtenido de *Korean Journal of Chemical Engineering*.
- [28] Abedi Lenji, M., Haghshenasfard, M., Vafaie Seftie, M., Baghban Salehi, M., & heidari, A. (2018). Experimental study of swelling and rheological behavior of preformed particle gel used in water shutoff treatment. Obtenido de *Journal of Petroleum Science and Engineering*.
- [29] Haraguchi, K., & Takehisa, T. (2002). Nanocomposite Hydrogels: A Unique Organic-Inorganic Network Structure with Extraordinary Mechanical, Optical, and Swellin/De-Swelling Properties. Obtenido de *Advanced Materials Journal*, 14(16).
- [30] Dong, R., Pang, Y., Su, Y., & Zhu, X. (2015). Supramolecular hydrogels: synthesis, properties and their biomedical applications. Obtenido de *Biomaterials Science Journal, The Royal Society of Chemistry*.
- [31] Du, X., Zhou, J., & Xu, B. (2014). Supramolecular Hydrogels Made of Basic Biological Building Blocks. Obtenido de *Chemistry an Asian Journal*.

- [32]Ramírez, A., Prin, J. L., Gómez, L., Rojas de Gáscue, B., & Müller, A. J. (2015). Síntesis y caracterización de un hidrogel híbrido de poliacrilamida y finos de ferrosilicomanganeso: estructura e hinchamiento. Obtenido de *Acta Microscópica*.
- [33]Lin, W.-C., Fan, W., Marcellan, A., Hourdet, D., & Creton, C. (2010). Large Strain and Fracture Properties of Poly(dimethylacrylamide)/Silica Hybrid Hydrogels. Obtenido de *Macromolecules Journal*.
- [34]Xu, J., Liu, X., Ren, X., & Gao, G. (2018). The role of chemical and physical crosslinking in different deformation stages of hybrid hydrogels. Obtenido de *European Polymer Journal*.
- [35]Steed, J. W., Turner, D. R., & Wallace, K. J. (2007). Supramolecular interactions. Obtenido de *Core Concepts in Supramolecular Chemistry and Nanochemistry*. Wiley.
- [36]Sharp, K., & Honig, B. (1990). Electrostatic Interactions in Macromolecules: Theory and Applications. Obtenido de *Annual Reviews*.
- [37]Israelachvili, J. (2011). Strong Intermolecular Forces: Covalent and Coulomb Interactions. Obtenido de *Intermolecular and Surface Forces* (3ra ed.). Academic Press.
- [38]Wade, L. (2017). Enlace covalente. Obtenido de *Química Orgánica* (9a ed.). Pearson.
- [39]Brown, LeMay, & Bursten. (2006). Chemical Bonds, Lewis Symbols, and the Octet Rule. Obtenido de *Chemistry the Central Science* (10a ed.). Pearson.
- [40]Wade, L. (2017). Enlace iónico. Obtenido de *Química Orgánica* (9a ed.). Pearson.
- [41]Brown, LeMay, & Bursten. (2006). Hydrogen Bonding. Obtenido de *Chemistry the Central Science* (10a ed.). Pearson.
- [42]Suleimanov, B., Veliyev, E., & Naghiyeva, N. (2020). Preformed particle gels for enhanced oil recovery. Obtenido de *International Journal of Modern Physics*, 34(28).
- [43]Bai, B., Li, L., Liu, Y., Liu, H., Wang, Z., & You, C. (2007). Preformed Particle Gels for Conformance Control: Factors Affecting Its Properties and Applications. Obtenido de *Society of Petroleum Engineers*.
- [44]Murali Mohan, Y., Keshava Murthy, P., & Mohan Raju, K. (2005). Synthesis, characterization and effect of reaction parameters on swelling properties of

acrylamide–sodium methacrylate superabsorbent copolymers. Obtenido de *Reactive & Functional Polymers*.

[45] Lloreda Blanco, S. A. (2005). El proceso de polimerización por suspensión inversa del ácido acrílico y acrilamida. Obtenido de *Ingeniería e investigación*.

[46] Kiatkamjornwong, S., & Phunchareon, P. (1999). Influence of reaction parameters on water absorption of neutralized poly(acrylic acid-co-acrylamide) synthesized by inverse suspension polymerization. Obtenido de *Journal of Applied Polymer Science*.

[47] Sun, X., Alhuraishawy, A., Bai, B., & Wei, M. (2018). Combining preformed particle gel and low salinity waterflooding to improve conformance control in fractured reservoirs. Obtenido de *The Science and Technology of Fuel and Energy*.

[48] Morris, B. A. (2017). Rheology of Polymer Melts. Obtenido de *The Science and Technology of Flexible Packaging*.

[49] Janmey, P., & Schliwa, M. (2008). *Rheology*. Obtenido de Current Biology: [https://www.cell.com/current-biology/comments/S0960-9822\(08\)00596-4](https://www.cell.com/current-biology/comments/S0960-9822(08)00596-4)

[50] Gallegos, C., & García-Morales, M. (2011). Rheology of polymer-modified bitumens. Obtenido de *Polymer Modified Bitumen Properties and Characterisation*.

[51] Malkin, A. Y., & Isayev, A. (2017). Viscoelasticity. Obtenido de *Rheology: Concepts, Methods and Applications*. Toronto: ChemTec Publishing.

[52] Guha, S. (2019). Quantification of inherent energy resilience of process systems for optimization of energy usage. Obtenido de *Environment Progress & Sustainable Energy*.

[53] Sheposh, R. (2023). Plasticity (physics). Obtenido de *Salem Press Encyclopedia of Science*.

[54] Beer, F. P., Russell Johnston Jr., E., DeWolf, J. T., & Mazurek, D. F. (2020). Stress and Strain-Axial Loading. Obtenido de *Mechanics of Materials* (8va ed.). McGrawHill Education.

[55] Jenkins, C. H., & Khanna, S. K. (2005). The Elastic Response. Obtenido de *Mechanics of Materials: A Modern Integration of Mechanics and Materials in Structural Design*. Elsevier Academic Press.

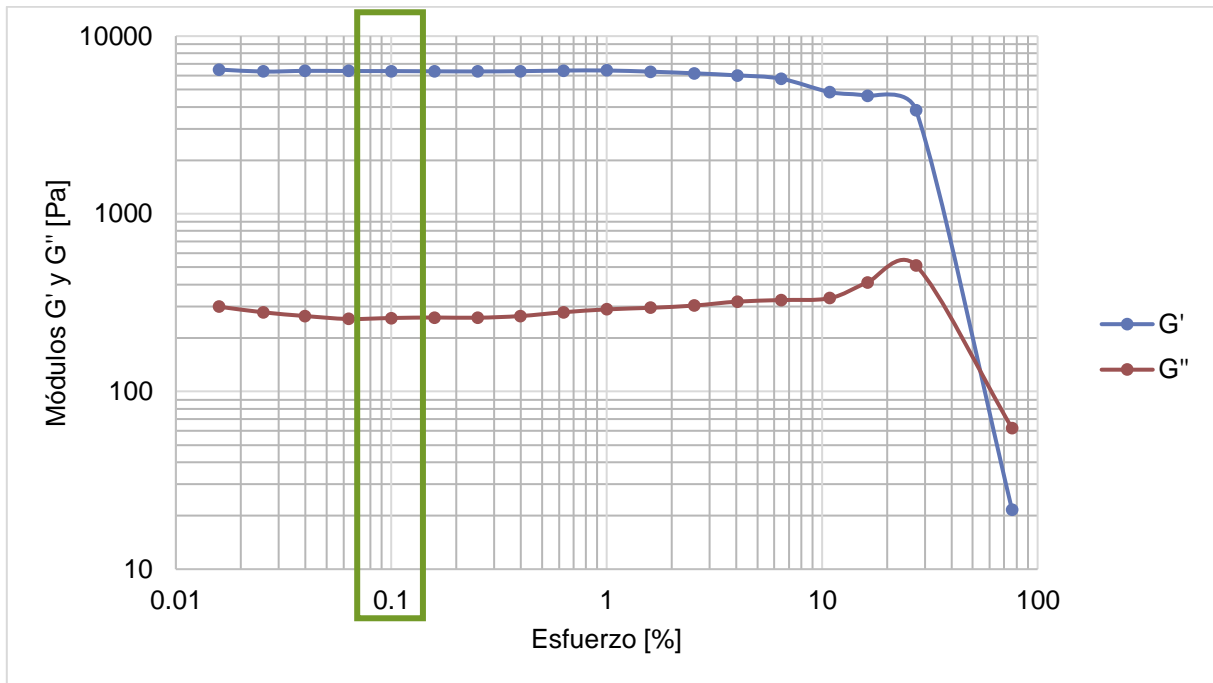
- [56] Meyers, M., & Chawla, K. (2009). Elasticity and Viscoelasticity. In *Mechanical Behavior of Materials* (2da ed.). Cambridge University Press.
- [57] Czerner, M., Sánchez Fellay, L., Suárez, M. P., Frontini, P. M., & Fasce, L. A. (2015). Determination of Elastic Modulus of Gelatin Gels by Indentation Experiments. Obtenido de *Procedia Materials Science*.
- [58] Lee, D., Zhang, H., & Ryu, S. (2018). Elastic Modulus Measurement of Hydrogels. Obtenido de *Polymers and Polymeric Composites: A Reference Series*.
- [59] Jing, W., et al. (2017). Quantification of Transportation of Deformable Gel Particles in Porous Media. Obtenido de *Society of Petroleum Engineers*.
- [60] Menard, K. P. (1999). Rheology Basics: Creep-Recovery and Stress Relaxation. Obtenido de *Dynamic Mechanical Analysis: A Practical Introduction*. CRC Press.
- [61] Rheology, C. d. (2020). *Understanding the results of a Creep Test*. Obtenido de Centre for Industrial Rheology: <https://www.rheologylab.com/articles/creep-test/>
- [62] López Balbiaux, N., & Lemus Neri, V. H. (2023). *Análisis elemental*. Obtenido de Facultad de Química Universidad Nacional Autónoma de México: <https://quimica.unam.mx/investigacion/servicios-para-la-investigacion/usaii/analisis-elemental/>
- [63] Morrison, R. T., & Boyd, R. N. (1983). Análisis elemental cualitativo. Obtenido de *Química Orgánica* (Segunda edición en español). Fondo Educativo
- [64] Yang, R. (2018). Thermogravimetric Analysis. Obtenido de *Analytical Methods for Polymer Characterization*. CRC Press.
- [65] Yang, R. (2018). Differential Scanning Calorimetry (DSC). Obtenido de *Analytical Methods for Polymer Characterization*. CRC Press.
- [66] Otsuka, M., Kato, F., & Matsuda, Y. (2000). Comparative Evaluation of the Degree of Indomethacin Crystallinity by Chemoinformetrical Fourier-Transformed Near-Infrared Spectroscopy and Conventional Powder X-Ray Diffractometry. Obtenido de *AAPS PharmaSci*.

- [67] Broda, J., Baczek, M., Fabia, J., & Binias, D. (2020). Nucleating agents based on graphene and graphene oxide for crystallization of the β -form of isotactic polypropylene. Obtenido de *Journal of Materials Science*.
- [68] Yang, R. (2018). Fourier Transform Infrared Spectrometer. Obtenido de *Analytical Methods for Polymer Characterization*. CRC Press.
- [69] Yang, R. (2018). Scanning Electron Microscopy (SEM). Obtenido de *Analytical Methods for Polymer Characterization*. CRC Press.
- [70] Durmaz, S., & Okay, O. (2000). Acrylamide/2-acrylamido-2-methylpropane sulfonic acid sodium salt-based hydrogels: synthesis and characterization. Obtenido de *Polymer* 41.
- [71] Saghafi, H. R. (2018). Retention characteristics of enhanced preformed particle gels (PPGs) in porous media: Conformance control implications. Obtenido de *Journal of Petroleum Science and Engineering*.
- [72] Song, T., et al. (2022). Evaluation of a Novel Recrosslinkable Hyperbranched Preformed Particle Gel for the Conformance Control of High-Temperature Reservoirs with Fractures. Obtenido de *Society of Petroleum Engineers Journal*.
- [73] Reza, S. H., et al. (2016). Performance Evaluation of Viscosity Characteristics of Enhanced Preformed Gels (PPGs). Obtenido de *Iranian Journal of Chemistry and Chemical Engineering*.
- [74] Saghafi, H. R., et al. (2016). Improvement in thermo-chemical stability of nanocomposite preformed particle gel for conformance control in harsh oil reservoir conditions. Obtenido de *The Canadian Journal of Chemical Engineering*.
- [75] Li, J., Liu, H., Wang, C., & Huang, G. (2017). A facile method to fabricate hybrid hydrogels with mechanical toughness using a novel multifunctional cross-linker. Obtenido de *RSC Advances*.
- [76] Ibrahim, A. G. (2016). Synthesis, Characterization, Swelling Studies and Dye Removal of Chemical Crosslinked Acrylic Acid/Acrylamide/N,N-Dimethyl Acrylamide Hydrogels. Obtenido de *American Journal of Applied Chemistry*.
- [77] Leng, E., et al. (2018). In situ structural changes of crystalline and amorphous cellulose during slow pyrolysis at low temperatures. Obtenido de *FUEL*.

- ^[78]Wang, S., et al. (2016). Structural Characterization and Pyrolysis Behavior of Cellulose and Hemicellulose Isolated from Softwood *Pinus armandii* Franch. *Energy Fuels*.
- ^[79]Shalibor, A., Reza Modarresi-Alam, A., & Kaner, R. (2018). Optically Active Poly[2-(sec-butyl)aniline] Nanofibers Prepared via Enantioselective Polymerization. Obtenido de *ACS Omega*.
- ^[80]Tongwa, P., & Bai, B. (2014). Degradable nanocomposite preformed particle gel for chemical enhanced oil recovery applications. Obtenido de *Journal of Petroleum Science & Engineering*.
- ^[81]Zhang, P., Wang, Y., Yang, Y., Zhang, J., Cao, X., & Song, X. (2012). The effect of microstructure on performance of associative polymer: In solution and porous media. Obtenido de *Journal of Petroleum Science & Engineering*.
- ^[82]Tongwa, P., & Bajoun, B. (2015). A more superior preformed particle gel with potential application for conformance control in mature oilfields. Obtenido de *Journal of Petroleum Exploration and Production Technology*.
- ^[83]Wade, L. (2017). Fórmulas moleculares y empíricas. Obtenido de *Química Orgánica* (9na ed., Vol. 1). Pearson.

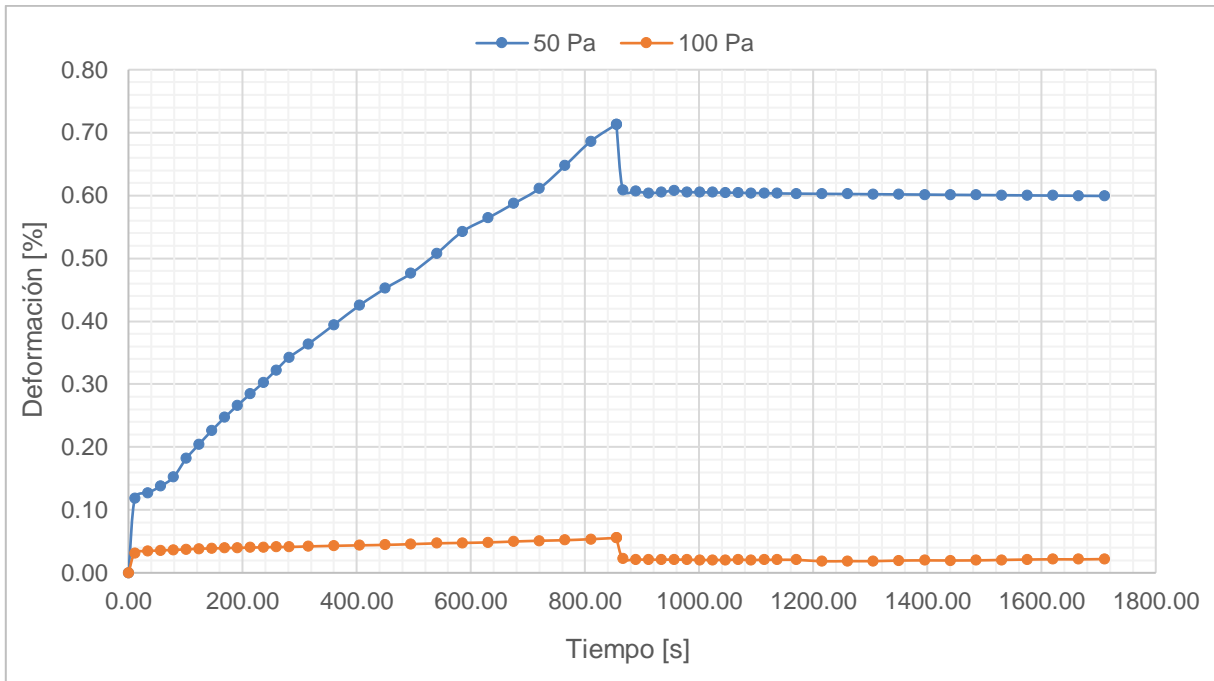
ANEXOS

Anexo A. Reología oscilatoria.

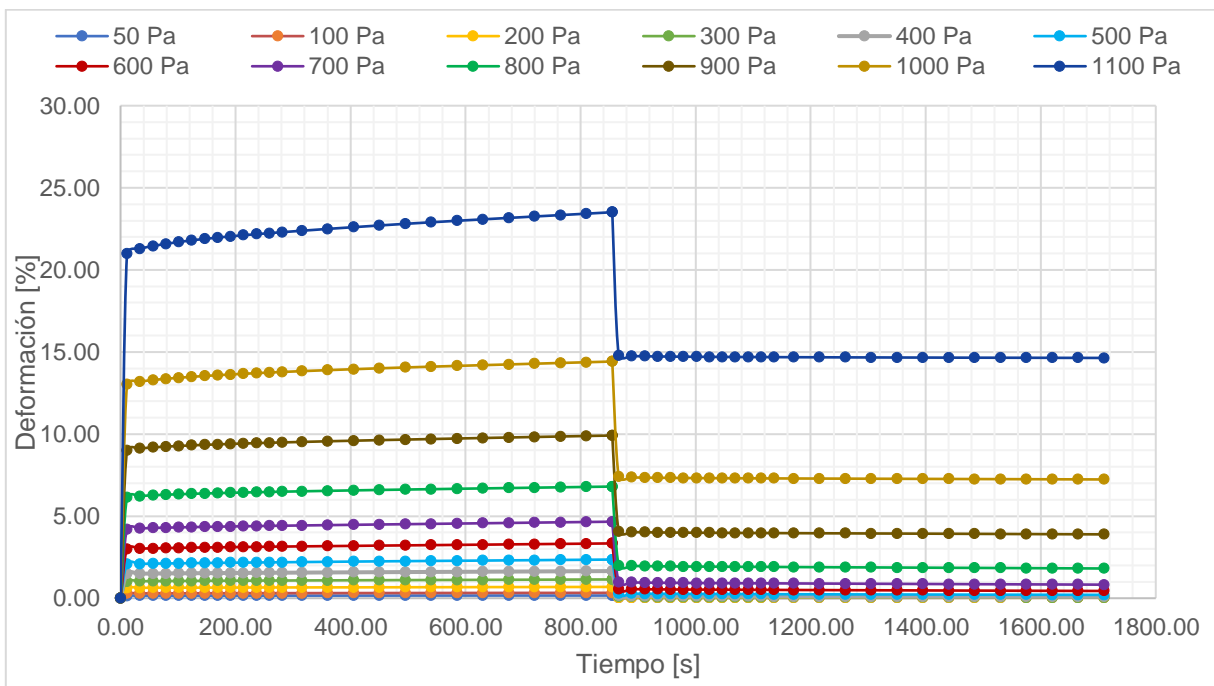


Gráfica 21. Región viscoelástica lineal de las placas iniciales sin añejar a una frecuencia constante de 10 rad/s y deformación seleccionada de 0.1%.

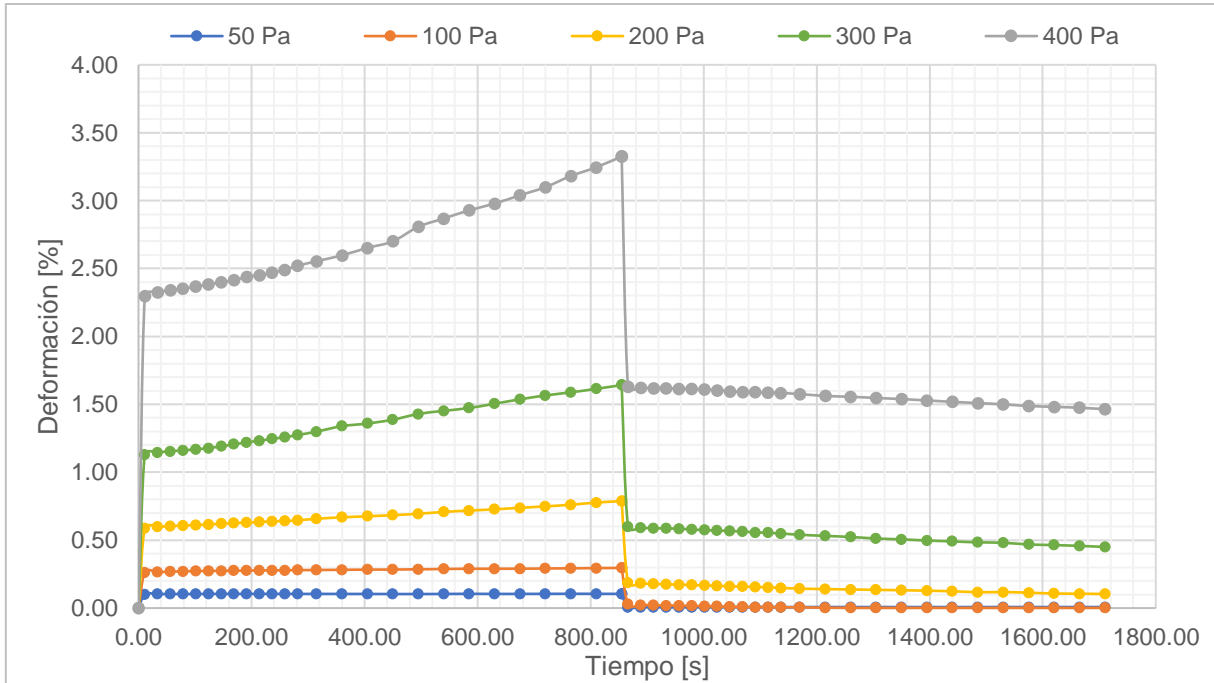
Anexo B. Gráficas de evaluaciones Creep-Recovery.



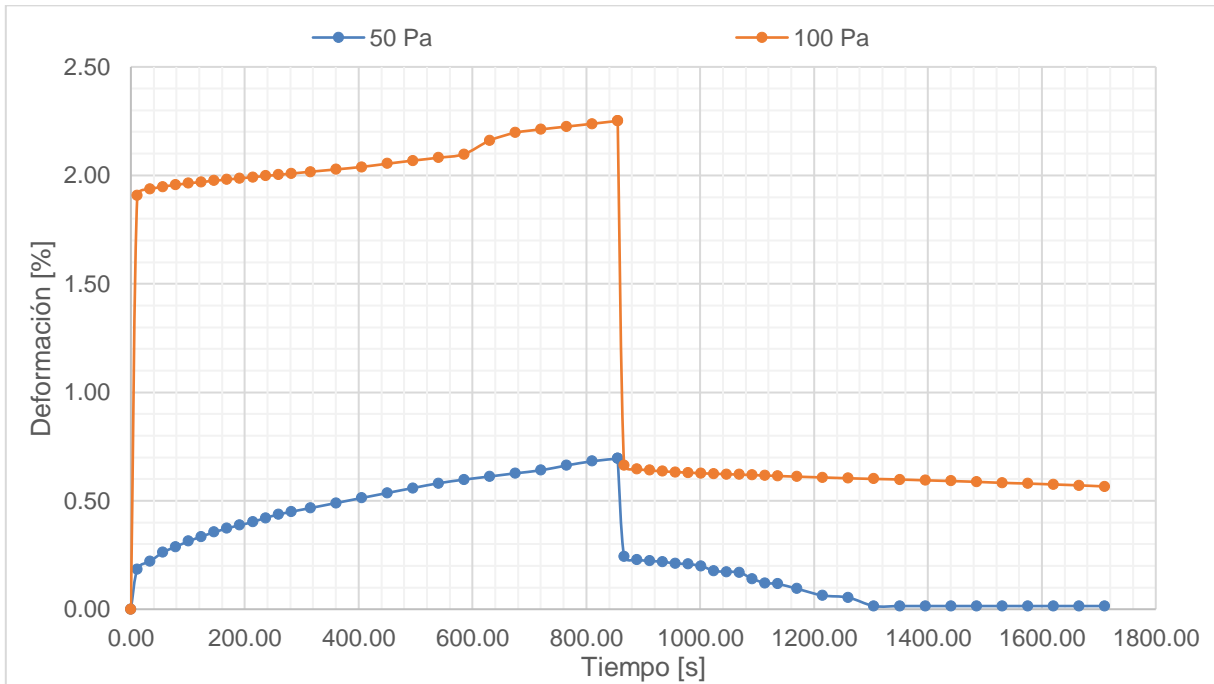
Gráfica 22. Creep-Recovery Test a esfuerzos variables del PPG-0.5A en agua desionizada.



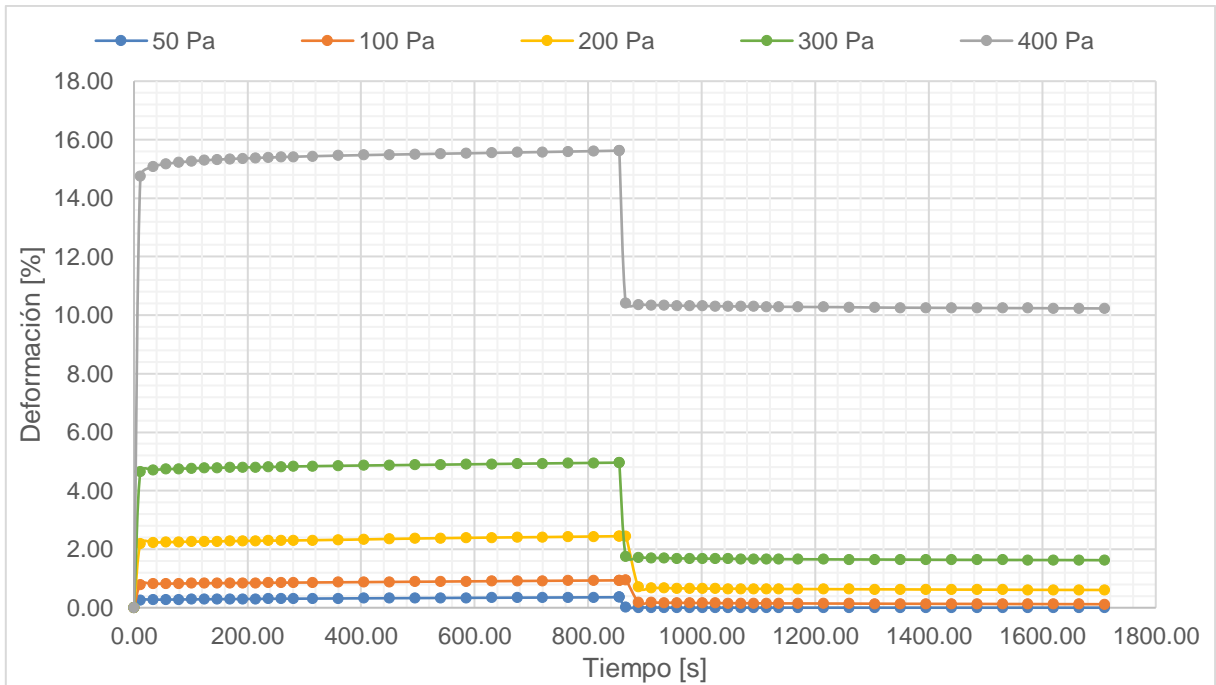
Gráfica 23. Creep-Recovery Test a esfuerzos variables del PPG-0.5A en agua de baja dureza.



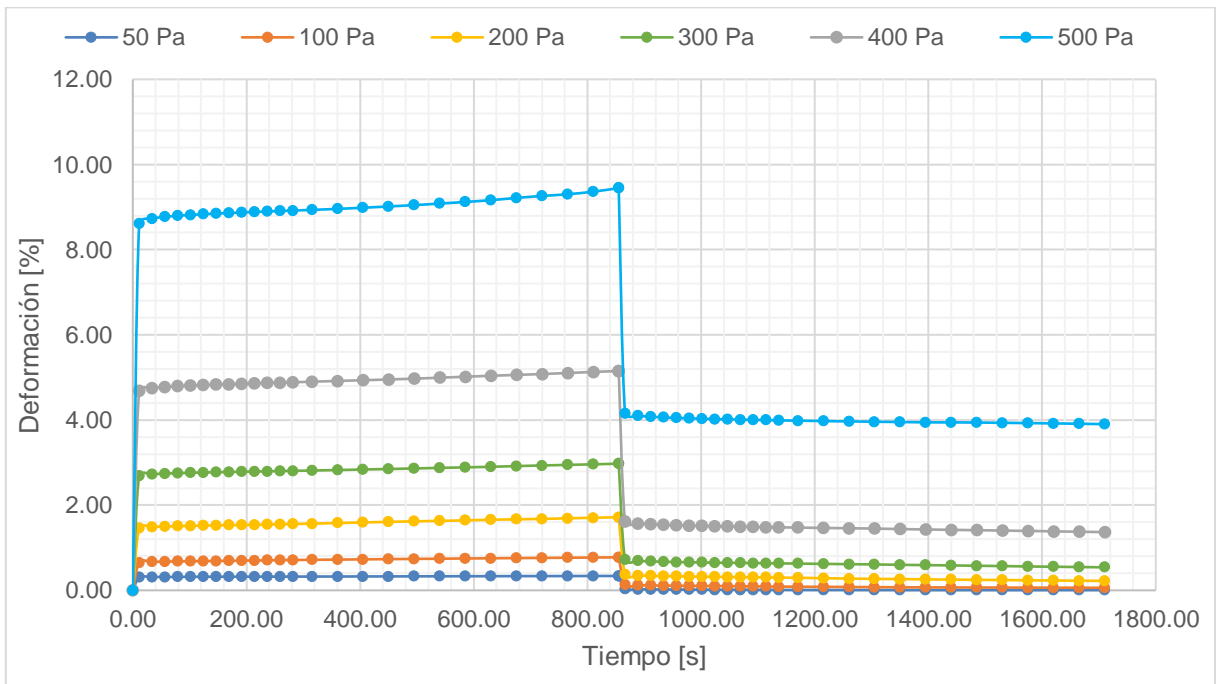
Gráfica 24. Creep-Recovery Test a esfuerzos variables del PPG-0.5A en agua de alta dureza.



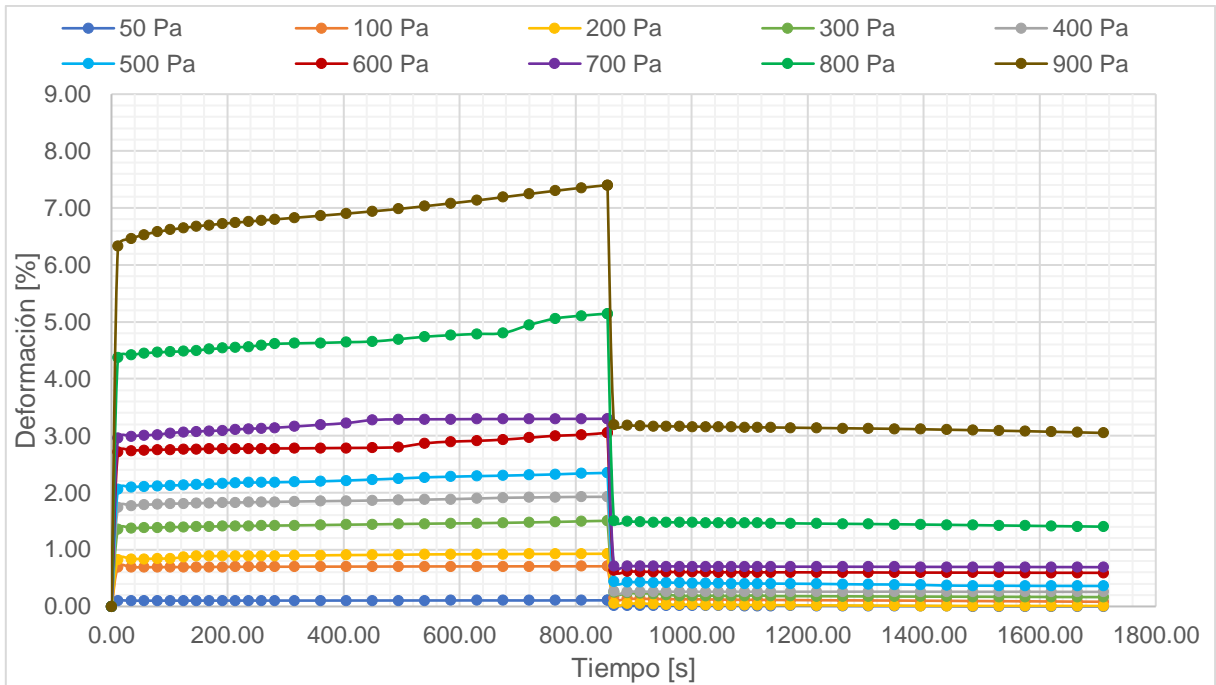
Gráfica 25. Creep-Recovery Test a esfuerzos variables del PPG-0.5A-DMA-1 en agua desionizada.



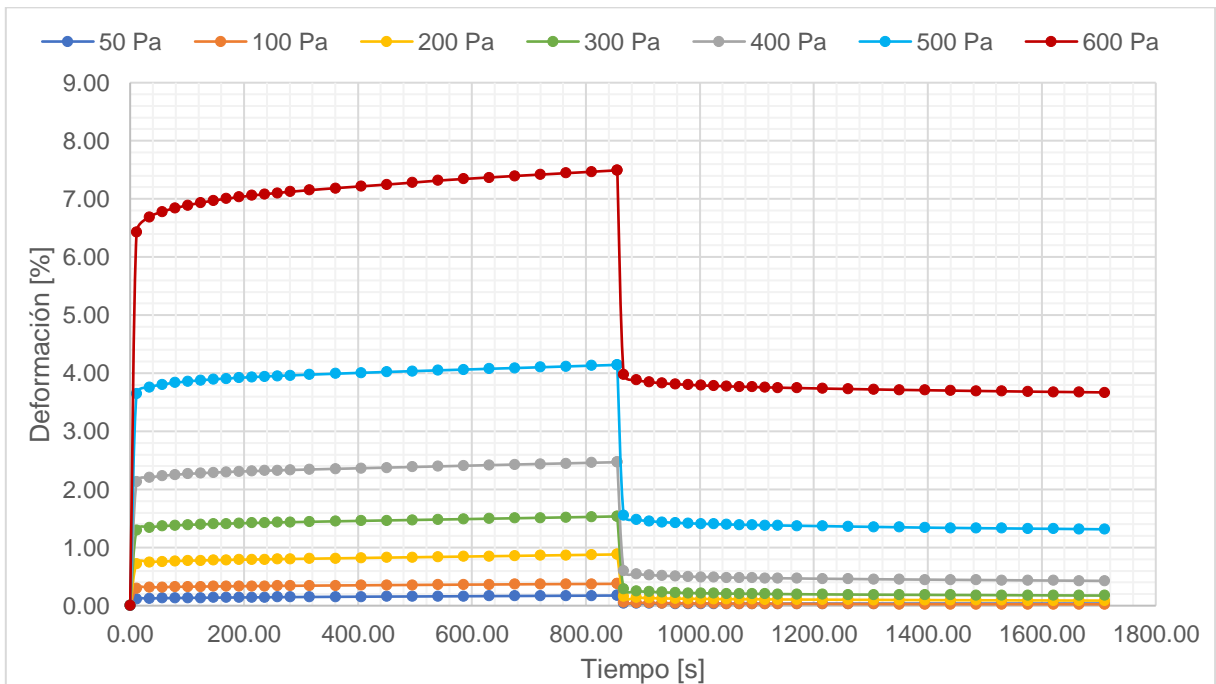
Gráfica 26. Creep-Recovery Test a esfuerzos variables del PPG-0.5A-DMA-1 en agua de baja dureza.



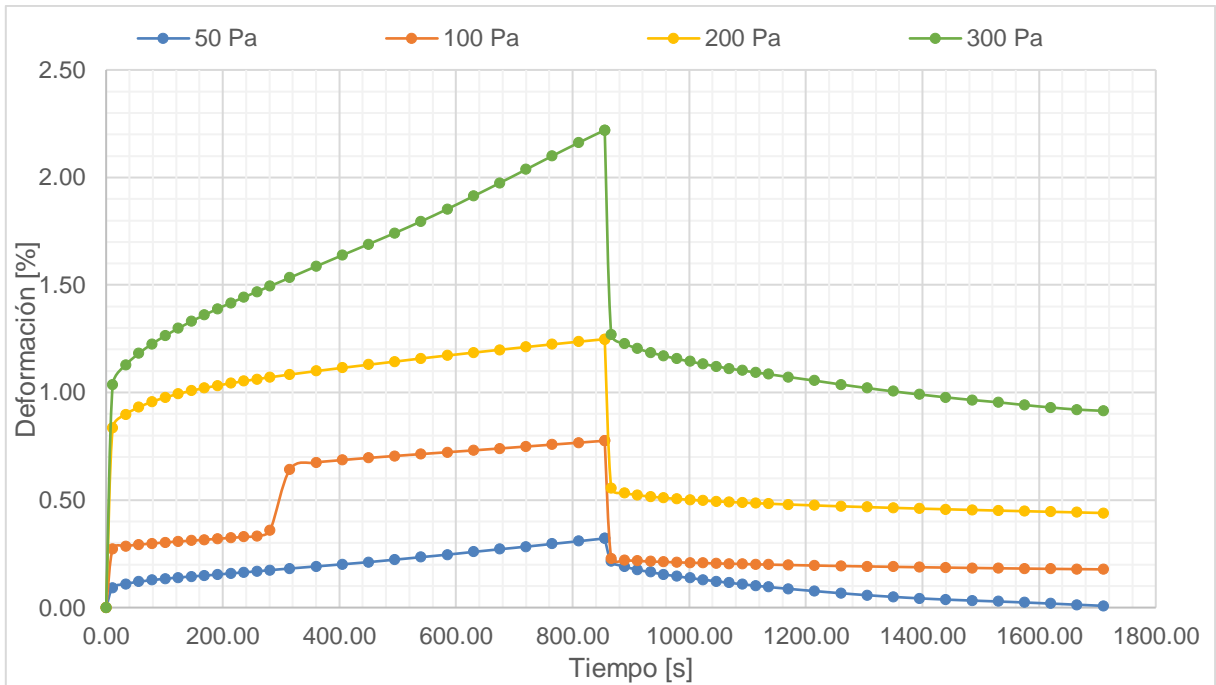
Gráfica 27. Creep-Recovery Test a esfuerzos variables del PPG-0.5A-DMA-1 en agua de alta dureza.



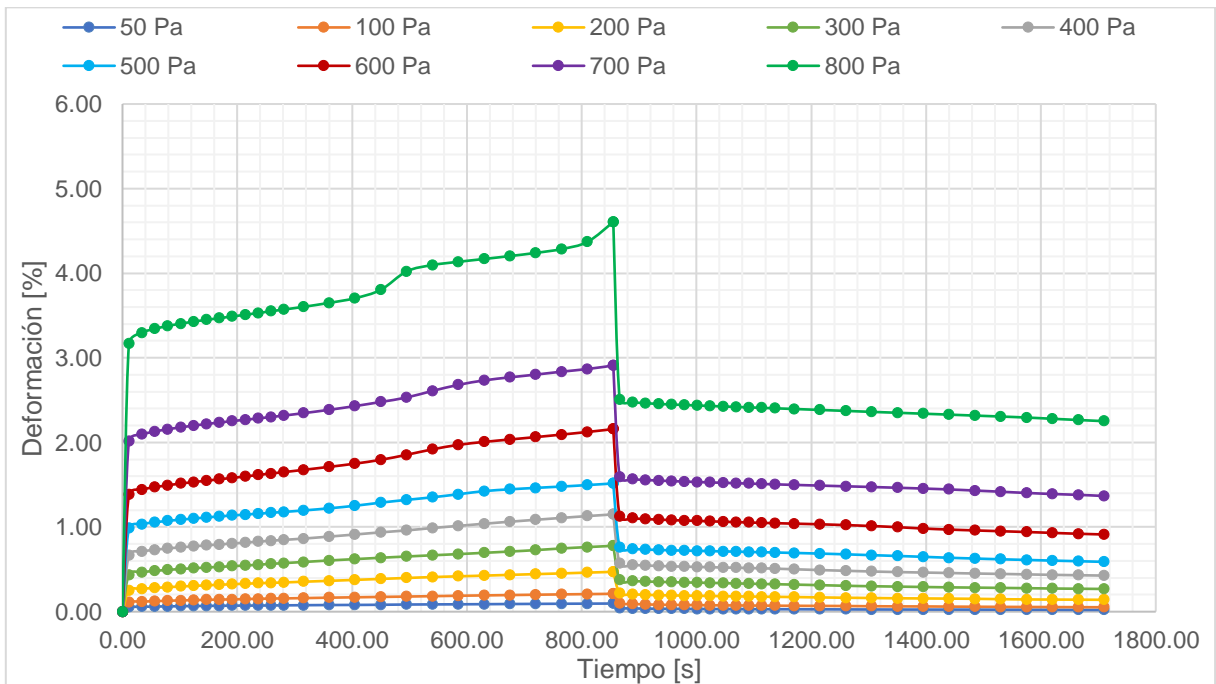
Gráfica 28. Creep-Recovery Test a esfuerzos variables del PPG-0.5A-DMA-2 en agua de baja dureza.



Gráfica 29. Creep-Recovery Test a esfuerzos variables del PPG-0.5A-DMA-2 en agua de alta dureza.



Gráfica 30. Creep-Recovery Test a esfuerzos variables del PPG-0.5A-DMA-3 en agua de baja dureza.



Gráfica 31. Creep-Recovery Test a esfuerzos variables del PPG-0.5A-DMA-3 en agua de alta dureza.

Anexo C. Tablas de valores y regresión lineal de las curvas de esfuerzo de corte/deformación angular (G).

A continuación, se muestran las tablas con los valores utilizados para las gráficas. De igual manera, se presentan las gráficas del esfuerzo de corte/deformación angular con sus respectivas regresiones lineales y ecuaciones. Con el fin de obtener el valor del esfuerzo de corte/deformación angular (G) en Pascales, se reportó la deformación adimensional.

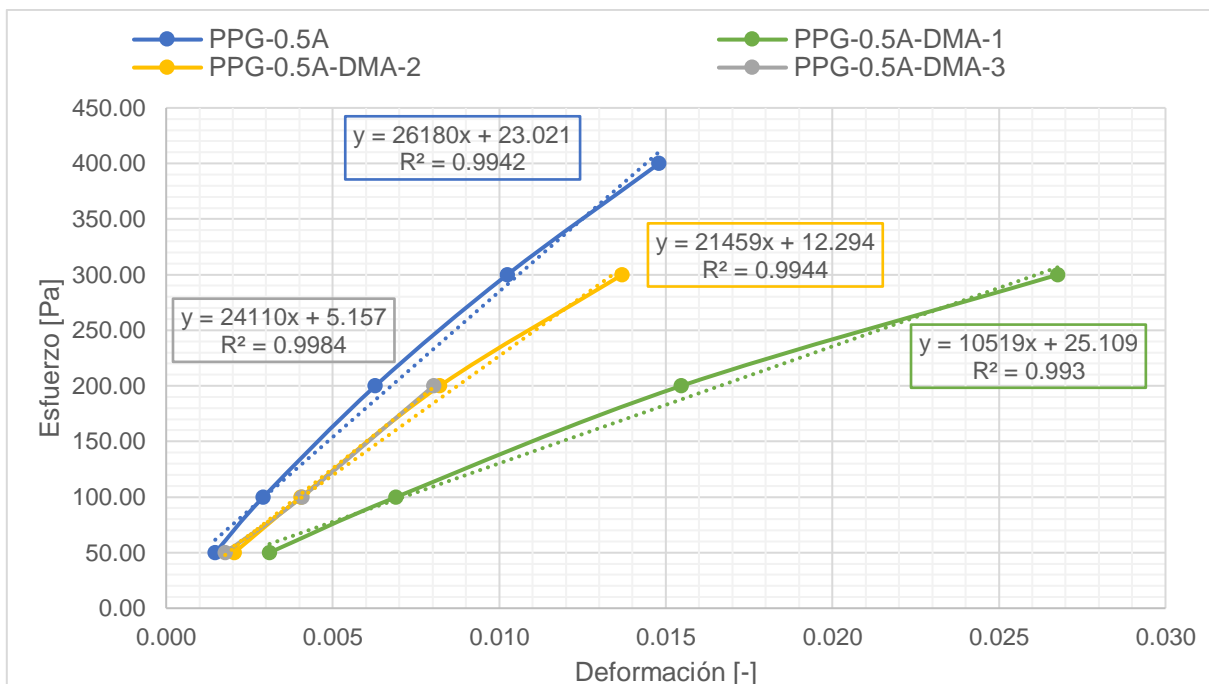
Tabla 19. Valores de deformación mínima por esfuerzo aplicado en agua desionizada.

	PPG-0.5A	PPG-0.5A-DMA-1	PPG-0.5A-DMA-2	PPG-0.5A-DMA-3
Esfuerzo [Pa]	Deformación [-]			
50	0.00118901	0.00183344	-	-
100	0.00031205	0.0190767	-	-
200	0.00178856	-	-	-

Nota: No se logró realizar una regresión lineal en agua desionizada ya que la gráfica arrojaba valores que no eran estables.

Tabla 20. Valores de deformación mínima por esfuerzo aplicado en agua de baja dureza.

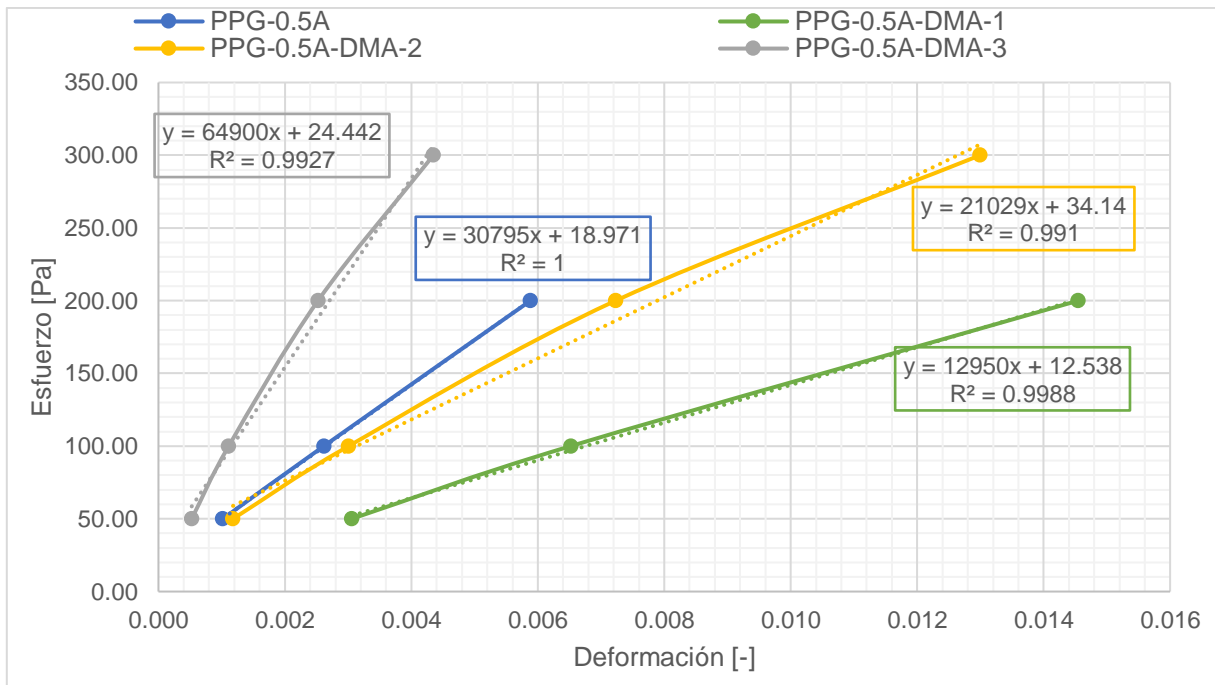
	PPG-0.5A	PPG-0.5A-DMA-1	PPG-0.5A-DMA-2	PPG-0.5A-DMA-3
Esfuerzo [Pa]	Deformación [-]			
50	0.00147188	0.00310004	0.00204194	0.00176991
100	0.00291835	0.006906	0.00404423	0.00407629
200	0.0062814	0.0154656	0.00821662	0.00802886
300	0.010241	0.0267736	0.0136954	0.0195789
400	0.0147975	0.042517	0.0210677	-
500	0.0206805	0.0657689	0.0303087	-
600	0.0298119	0.0944326	0.0421702	-
700	0.0420009	0.134357	0.055643	-
800	0.0614052	-	0.0743179	-
900	0.0899427	-	0.0988547	-
1000	0.130125	-	0.127523	-
1100	0.209979	-	0.16751	-



Gráfica 32. Regresión lineal para obtener el esfuerzo de corte/deformación angular (G) de los PPG sintetizados, hinchados en agua de baja dureza.

Tabla 21. Valores de deformación mínima por esfuerzo aplicado en agua de alta dureza.

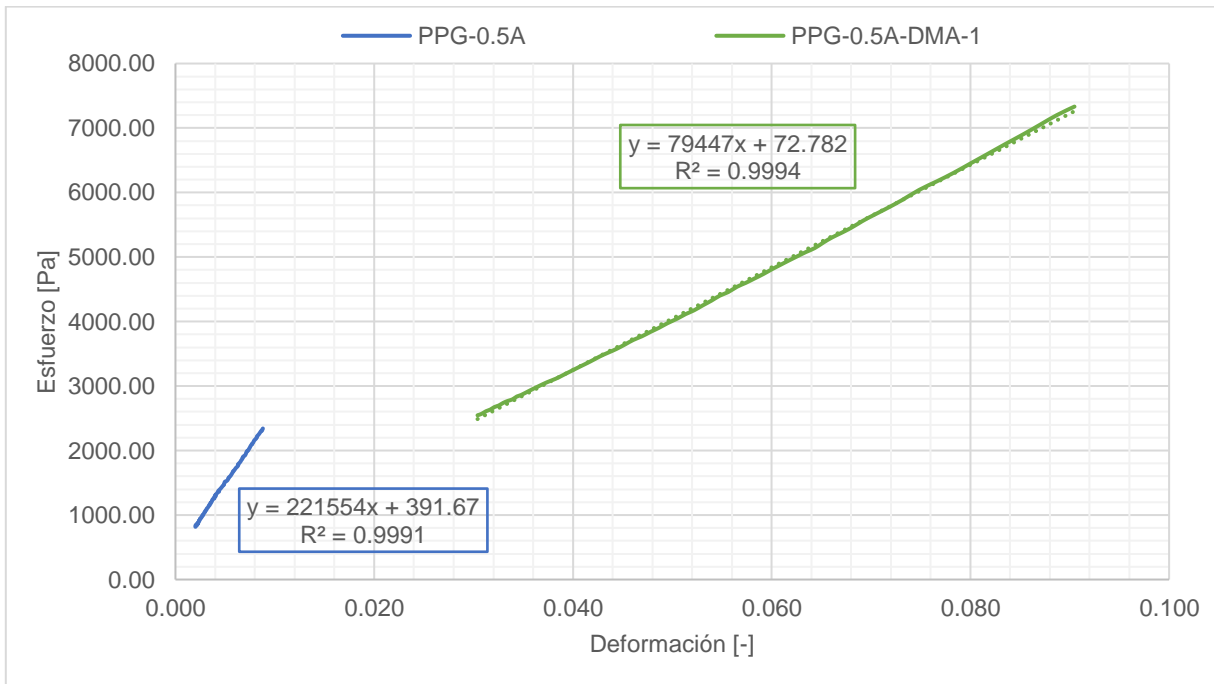
	PPG-0.5A	PPG-0.5A-DMA-1	PPG-0.5A-DMA-2	PPG-0.5A-DMA-3
Esfuerzo [Pa]	Deformación [-]			
50	0.00101828	0.00305643	0.00117922	0.00052553
100	0.00261527	0.00651989	0.00300733	0.00111111
200	0.00588367	0.0145468	0.00723174	0.00252344
300	0.0112935	0.026836	0.0129974	0.00434895
400	0.0229834	0.0468035	0.0212889	0.00666047
500	-	0.0860886	0.0364744	0.00985714
600	-	-	0.064318	0.0138521
700	-	-	-	0.0201725
800	-	-	-	0.0316908



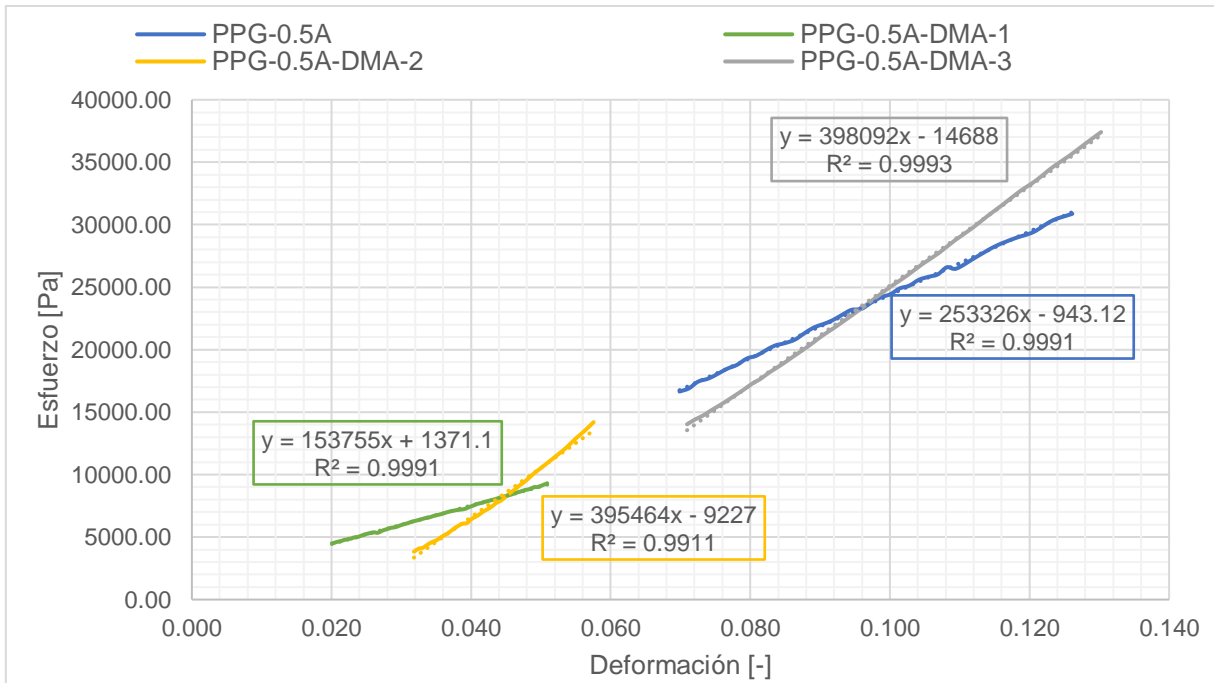
Gráfica 33. Regresión lineal para obtener el esfuerzo de corte/deformación angular (G) de los PPG sintetizados, hinchados en agua de alta dureza.

Anexo D. Regresión lineal de las curvas esfuerzo/deformación para obtener el valor del Módulo de Young (E).

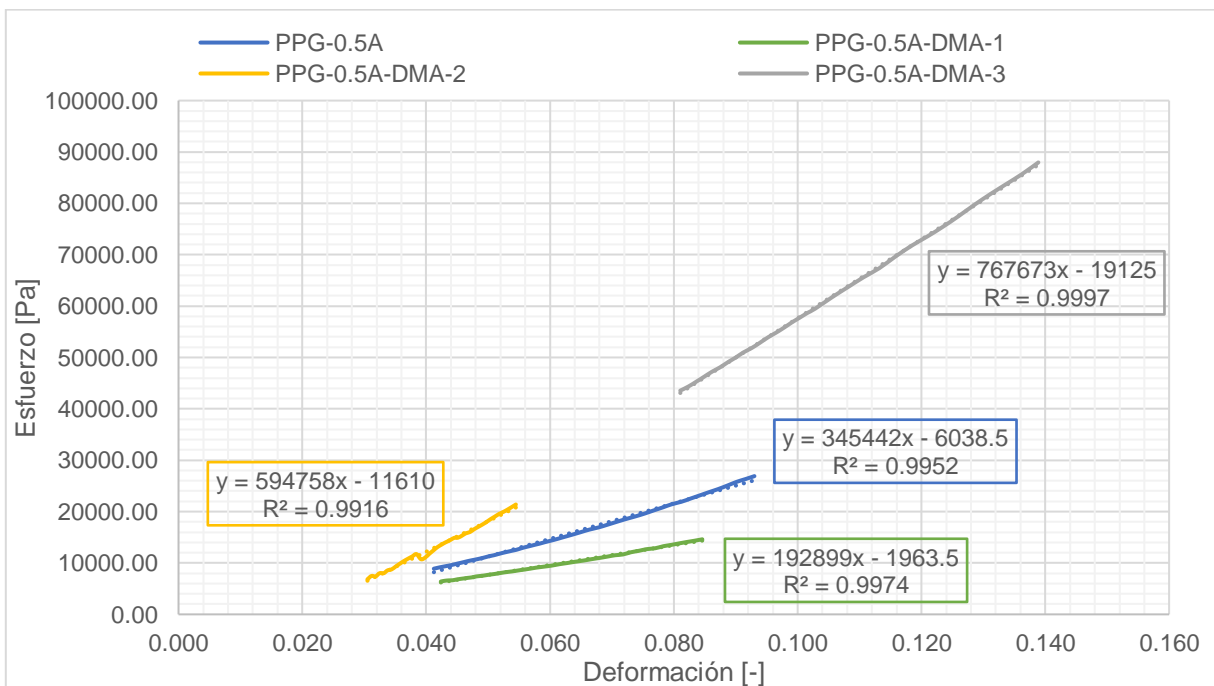
A continuación, se muestran las gráficas con sus respectivas regresiones lineales y ecuaciones. Con el fin de obtener el valor del módulo de Young (E) en Pascales, se reportó la deformación adimensional.



Gráfica 34. Regresión lineal para obtener el módulo de Young (E) de los PPG sintetizados, hinchados en agua desionizada.



Gráfica 35. Regresión lineal para obtener el módulo de Young (E) de los PPG sintetizados, hinchados en agua de baja dureza.



Gráfica 36. Regresión lineal para obtener el módulo de Young (E) de los PPG sintetizados, en agua de alta dureza.

Anexo E. Cálculo de la relación de hinchamiento al equilibrio (ESR)

A continuación, se muestran los cálculos realizados para el cálculo de la relación de hinchamiento al equilibrio de cada PPG y los valores que fueron reportados en el capítulo de resultados.

Peso del vial más el vaso de precipitados donde se colocará la muestra de PPG a hinchar:

$$W_{V+V} [=] \textit{gramos}$$

Peso total del vial, vaso de precipitado y muestra de PPG hinchado a las 24 horas (donde W_0 representa el peso a las 24 horas y W_1 , W_2 y W_3 representan el peso cada 60 minutos):

$$W_T [=] \textit{gramos}$$

Ecuación 10. Peso del PPG hinchado.

$$W_S = W_{V+V} - W_T$$

$$W_S [=] \textit{gramos}$$

Peso del PPG seco:

$$W_D [=] \textit{gramos}$$

Se utiliza la ecuación 3 para obtener los valores de la relación de hinchamiento al equilibrio de los PPG sintetizados.

Tabla 22. Valores para la obtención de la relación de hinchamiento al equilibrio del PPG-0.5A.

Agua sintética	Tiempo [Horas]	W_{V+V} [g]	W_T [g]	W_S [g]	W_D [g]	ESR [-]
Agua desionizada	0	103.8192	130.3727	26.55350	0.5004	52.0645
	1		114.3851	10.56590		20.1149
	2		112.4837	8.66450		16.3151
	3		111.6209	7.80170		14.5909
Agua de baja dureza	0	103.6521	134.7688	31.11670	0.4992	61.3331
	1		107.2500	3.59790		6.2073
	2		106.1428	2.49070		3.9894
	3		105.8451	2.19300		3.3930
Agua de alta dureza	0	103.7289	131.7462	28.01730	0.5005	54.9786
	1		106.1873	2.45840		3.9119
	2		105.1861	1.45720		1.9115
	3		104.9754	1.24650		1.4905

Tabla 23. Valores para la obtención de la relación de hinchamiento al equilibrio del PPG-0.5A-DMA-1.

Agua sintética	Tiempo [Horas]	W_{V+V} [g]	W_T [g]	W_S [g]	W_D [g]	ESR [-]
Agua desionizada	0	101.917	122.4743	20.5573	0.5003	40.0899
	1		109.2089	7.2919		13.5751
	2		107.1184	5.2014		9.3966
	3		105.6443	3.7273		6.4501
Agua de baja dureza	0	103.652	125.1339	21.4819	0.4999	41.9724
	1		106.2922	2.6402		4.2815
	2		105.2292	1.5772		2.1550
	3		104.6642	1.0122		1.0248
Agua de alta dureza	0	103.8199	127.6452	23.8253	0.5009	46.5650
	1		105.9830	2.1631		3.3184
	2		105.4003	1.5804		2.1551
	3		105.0259	1.2060		1.4077

Tabla 24. Valores para la obtención de la relación de hinchamiento al equilibrio del PPG-0.5A-DMA-2.

Agua sintética	Tiempo [Horas]	W_{V+V} [g]	W_T [g]	W_s [g]	W_D [g]	ESR [-]
Agua desionizada	0	103.338	123.7934	20.4554	0.5004	39.8781
	1		111.6125	8.2745		15.5358
	2		109.3227	5.9847		10.9598
	3		107.6356	4.2976		7.5883
Agua de baja dureza	0	103.874	125.2766	21.4023	0.5005	41.7618
	1		106.4421	2.5678		4.1305
	2		105.4285	1.5542		2.1053
	3		104.8428	0.9685		0.9351
Agua de alta dureza	0	102.5282	126.1938	23.6656	0.5002	46.3123
	1		104.5499	2.0217		3.0418
	2		104.0863	1.5581		2.1150
	3		103.8889	1.3607		1.7203

Tabla 25. Valores para la obtención de la relación de hinchamiento al equilibrio del PPG-0.5A-DMA-3.

Agua sintética	Tiempo [Horas]	W_{V+V} [g]	W_T [g]	W_s [g]	W_D [g]	ESR [-]
Agua desionizada	0	101.9748	122.5422	20.5674	0.5004	40.1019
	1		110.4288	8.4540		15.8945
	2		108.1292	6.1544		11.2990
	3		106.0745	4.0997		7.1928
Agua de baja dureza	0	101.994	123.4613	21.4672	0.5011	41.8402
	1		104.8530	2.8589		4.7052
	2		103.6725	1.6784		2.3494
	3		103.0987	1.1046		1.2044
Agua de alta dureza	0	104.4299	128.3461	23.9162	0.5015	46.6893
	1		107.0553	2.6254		4.2351
	2		106.5064	2.0765		3.1406
	3		106.2951	1.8652		2.7192

Anexo F. Cálculos para la obtención de las fórmulas empíricas.

A partir de los porcentajes de CHNS-O, reportados en la tabla 16, se calcularon las fórmulas empíricas de los PPG-0.5A y PPG-0.5A-DMA-1 siguiendo los siguientes pasos:^[82]

Fórmula empírica del PPG-0.5A:

Suponer que la muestra es de 100 g, con el objetivo de que el valor porcentual proporcione la cantidad de cada elemento en gramos. Dividir la cantidad de gramos entre la masa atómica para obtener la cantidad en moles de cada átomo en la muestra.

Ecuación 11. Moles de cada átomo de la muestra.

$$X : \frac{\text{Masa de } X}{\text{Masa atómica de } X} [=] \frac{\text{gramos}}{\frac{\text{gramos}}{\text{mol}}} [=] \text{mol}$$

$X \approx$ elemento en el compuesto químico

$$C : \frac{39.0 \text{ g}}{12.0 \text{ g/mol}} = 3.2500 \text{ mol}$$

$$H : \frac{6.1 \text{ g}}{1.0 \text{ g/mol}} = 6.1000 \text{ mol}$$

$$N : \frac{9.6 \text{ g}}{14.0 \text{ g/mol}} = 0.6857 \text{ mol}$$

$$S : \frac{6.6 \text{ g}}{32.0 \text{ g/mol}} = \mathbf{0.2062 \text{ mol}}$$

$$O : \frac{25.6 \text{ g}}{16.0 \text{ g/mol}} = 1.6000 \text{ mol}$$

Dividir las cantidades en moles entre el valor del elemento en menor proporción para obtener la relación de cada elemento.

Ecuación 12. Relación de cada elemento del compuesto químico.

$$X : \frac{\text{Moles de } X}{\text{Moles del elemento en menor proporción}} [=] \frac{\text{mol}}{\text{mol}}$$

$$C : \frac{3.2500 \text{ mol}}{0.2062 \text{ mol}} = 15.7614 \approx 16$$

$$H : \frac{6.1000 \text{ mol}}{0.2062 \text{ mol}} = 29.5829 \approx 30$$

$$N : \frac{0.6857 \text{ mol}}{0.2062 \text{ mol}} = 3.3254 \approx 3$$

$$S : \frac{0.2062 \text{ mol}}{0.2062 \text{ mol}} = 1.0000$$

$$O : \frac{1.6000 \text{ mol}}{0.2062 \text{ mol}} = 7.7594 \approx 8$$

Obteniendo como resultado: $C_{16}H_{30}N_3SO_8$

Fórmula empírica del PPG-0.5A-DMA-1:

Realizar el mismo procedimiento anterior con los valores porcentuales de CHNS-O para el PPG-0.5A-DMA-1.

$$C : \frac{41.7 \text{ g}}{12.0 \text{ g/mol}} = \frac{3.4750 \text{ mol}}{0.1625 \text{ mol}} = 21.3846 \approx 21$$

$$H : \frac{6.5 \text{ g}}{1.0 \text{ g/mol}} = \frac{6.5000 \text{ mol}}{0.1625 \text{ mol}} = 40.0000$$

$$N : \frac{10.7 \text{ g}}{14.0 \text{ g/mol}} = \frac{0.7643 \text{ mol}}{0.1625 \text{ mol}} = 4.7034 \approx 5$$






$$S : \frac{5.2 \text{ g}}{32.0 \text{ g/mol}} = \frac{0.1625 \text{ mol}}{0.1625 \text{ mol}} = 1.0000$$






$$O : \frac{24.1 \text{ g}}{16.0 \text{ g/mol}} = \frac{1.5062 \text{ mol}}{0.1625 \text{ mol}} = 9.2689 \approx 9$$



Obteniendo como resultado: $C_{21}H_{40}N_5SO_9$

**Anexo G. Informes de caracterización de los medios de hinchamiento y
caracterización analítica.**

A continuación, se presentan los informes de la caracterización de los medios de hinchamiento y caracterización analítica de los PPG-0.5A (línea base) y PPG-0.5A-DMA-1.

	Universidad Nacional Autónoma de México Facultad de Química Unidad de Servicios para la Industria Petrolera		 Hoja 1 de 3
	04_PR	Solicitud: S377-19	
Datos de la muestra			
Descripción:	Agua desionizada	ID:	Q473
Observaciones: La muestra se analizó inmediatamente después de su recepción.			
Sitio de análisis:		Laboratorios de la USIP	
Metodologías de análisis fisicoquímico			
Parámetro	Normatividad o metodología		
Apariencia	Standard Methods APHA 2110 2017		
Turbidez	Standard Methods APHA 2130 B. 2017		
Olor	Standard Methods APHA 2150 B. 2017		
Color	Method 10048 HACH 2019		
Dioxido de carbono	Standard Methods APHA 4500-CO2 C. 2017		
Oxígeno disuelto (OD)	NMX-AA-012-SCFI-2001		
pH	NMX-AA-008-SCFI -2016		
Temperatura	NMX-AA-007-SCFI-2013		
Conductividad	NMX-AA-093-SCFI-2018		
Salinidad	Standard Methods APHA 2520 B. 2017		
Alcalinidad total, a la F y acidez total	NMX-AA-036-SCFI-2001		
Dureza total	NMX-AA-072-SCFI-2001		
Dureza de calcio	Standard Methods APHA 3500-Ca B. 2017		
Hierro total	Standard Methods APHA 3500-Fe B. 2017		
Sílice soluble	Standard Methods APHA 4500-SiO2 C. 2017		
Densidad relativa	ASTM D1492-13		
Sólidos (SST), (SDT) y (ST)	NMX-AA-034-SCFI-2015		
Sodio, potasio y estroncio	MT027 (USIP) y MT120 (USIP) - ASTM D6919-09		
Cloruros	Standard Methods APHA 4500 - Cl- C 2017		
Sulfatos y bario	NMX-AA-074-SCFI-2014 y Method 10251 HACH 2014		
Resultados del análisis			
Apariencia	Muestra translúcida sin color aparente (0 PtCo.) y turbidez de 0.14 NTU.		
Turbidez [NTU]	0.14		
Olor	Sin olor		
Color aparente [PtCo.]	0.00		
CO ₂ [mg/L]	0.00		
Oxígeno disuelto OD [mg/L]	3.76		
Analista	Firma		
LRCL/ALAF			
Recibe	Firma		
LACM			
Vo.Bo.	Firma		
Simón López Ramírez			

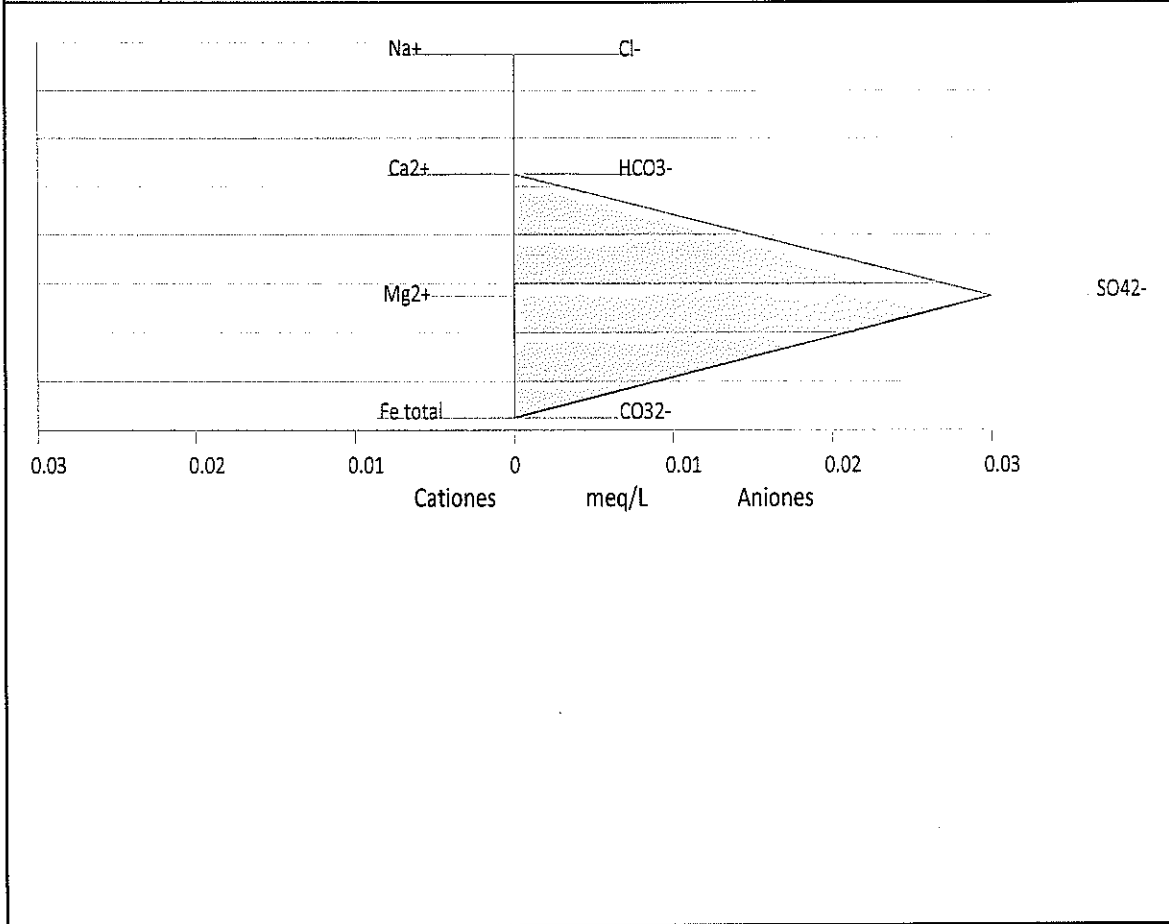
	Universidad Nacional Autónoma de México Facultad de Química Unidad de Servicios para la Industria Petrolera					
				Hoja 2 de 3		
04_PR	Solicitud: S377-19	Fecha de entrega:	16/05/2022			
Datos de la muestra						
Descripción:	Agua desionizada	ID:	Q473			
Parámetro		Resultado				
pH [-]		6.80				
Temperatura [°C]		24.67				
Conductividad [mS/cm]		DLC				
Resistividad [Ohm*m]		DLC				
Salinidad [NaCl]		DLC				
Alcalinidad total [como mg CaCO ₃ /L]		DLC				
Alcalinidad a la F [como mg CaCO ₃ /L]		DLC				
Acidez total [como mg CaCO ₃ /L]		0.00				
Dureza total [como mg CaCO ₃ /L]		0.00				
Dureza de calcio [como mg CaCO ₃ /L]		0.00				
Dureza de magnesio [como mg CaCO ₃ /L]		0.00				
Hierro total [mg/L]		0.00				
Sílice soluble SiO ₂ [mg/L]		0.00				
Óxido férrico Fe ₂ O ₃ [mg/L]		0.00				
Densidad relativa (SG)		1.0003				
Sólidos suspendidos totales (SST) [mg/L]		0.00				
Sólidos disueltos totales (TDS) [mg/L]		0.00				
Sólidos totales (ST) [mg/L]		0.00				
INDICE DE ESTABILIDAD DE STIFF & DAVIS (S&DSI)						
Cationes	Concentración [mg/L]	Concentración [meq/L]	Aniones	Concentración [mg/L]	Concentración [meq/L]	
Ca ²⁺	0.00	0.00	Cl ⁻	0.00	0.00	
Mg ²⁺	0.00	0.00	CO ₃ ²⁻	DLC		
Na ⁺	0.00	0.00	HCO ₃ ⁻	DLC		
K ⁺	0.00	0.00	SO ₄ ²⁻	1.23	0.03	
Ba ²⁺	0.00	0.00				
Sr ²⁺	0.00	0.00				
				K		ND
				Fuerza iónica		
				S&DSI		
		ρ [g/mL]	0.9983			
Analista			Firma			
LRCL/ALAF						
Recibe			Firma			
LACM						
Vo.Bo.			Firma			
Simón López Ramírez						

	Universidad Nacional Autónoma de México Facultad de Química Unidad de Servicios para la Industria Petrolera	 Hoja 3 de 3
---	--	--

04_PR	Solicitud: S377-19	Fecha de entrega:	16/05/2022
-------	--------------------	-------------------	------------




Datos de la muestra



Descripción:	Agua desionizada	ID:	Q473
---------------------	------------------	------------	------



OBSERVACIONES

Si el índice de estabilidad es negativo, existe posibilidad de corrosión. Si el índice de estabilidad es positivo, existe posibilidad de incrustación de CaCO₃.
 ND: Parámetro no determinado debido a que la determinación de dureza y sólidos tienen un valor igual a cero.
 DLC: Debajo del límite de cuantificación.

Analista	Firma
LRCL/ALAF	
Recibe	Firma
LACM	
Vo.Bo.	Firma
Simón López Ramírez	

	Universidad Nacional Autónoma de México		Informe interno de resultados	
	Facultad de Química			
	Coordinación de las Unidades de Servicio			
	Unidad de Servicios para la Industria Petrolera			
Título	Análisis Stiff & Davis de la salmuera production brine B1 lote 6.			
Participante(s)	Luis Ruben Cruces Lira/Andrea Lizbeth Angel Flores  			
Vo. Bo. Coordinador del área	María Gricelda Martínez Hidalgo 			
Vo. Bo. jefe de la USIP	Dr. Simón López Ramírez			
Solicitud interna	S110-33.5	Fecha de elaboración	03/03/2023	

OBJETIVO:

Realizar el análisis Stiff and Davis de la salmuera sintética production brine B1 lote 6.

DESARROLLO:

En la tabla 1 se presenta la muestra utilizada para la ejecución del procedimiento técnico PT008_Análisis S&D.

Tabla 1. Muestra utilizada.

ID USIP	Descripción de la muestra
M0849-6Fs	Production Brine B1

En la tabla 2 se presentan los productos químicos utilizados durante el desarrollo de esta actividad.

Tabla 2. Productos químicos utilizados durante el desarrollo experimental.

ID USIP	Nombre	Pureza	Dureza total	Dureza de calcio	Alcalinidad y acidez	Cloruros	Sulfatos	Sílice	Hierro total	Bario	Iones por IC
Q068	Ácido oxálico	100	-	-	-	-	-	X	-	-	-
Q069	Acetato de sodio	99	-	-	-	-	X	-	-	-	-
Q075-1	Ácido nítrico	65	-	-	-	-	-	-	-	-	X
Q092-1	Ácido sulfúrico	98	-	-	-	-	-	-	-	-	X
Q112	Fenolftaleína	-	-	-	X	-	-	-	-	-	-
Q113	Nitrato de sodio	99	-	-	-	-	X	-	-	-	-
Q117	Nitrato de potasio	-	-	-	-	-	X	-	-	-	-
Q122	Bicarbonato de sodio	100	-	-	-	-	-	-	-	-	X

Q125	Indicador negro de eriocromo T	ACS	x	-	-	-	-	-	-	-	-
Q157	Ácido acético	99.96	-	-	-	-	x	-	-	-	-
Q184	Cloruro de bario	99	-	-	-	-	x	-	-	-	-
Q188	Sal di sódica de ácido etilendiaminotetraacético dihidratado	100	x	x	-	-	-	-	-	-	-
Q191	Cloruro de magnesio	100	-	-	-	-	x	-	-	-	-
Q193	Sulfato de magnesio	100	x	-	-	-	-	-	-	-	-
Q195	Naranja de metilo	ACS	-	-	x	-	-	-	-	-	-
Q196	Murexida	ACS	-	x	-	-	-	-	-	-	-
Q204	Indicador rojo de metilo	ACS	x	-	-	-	-	-	-	-	-
Q207	Carbonato de sodio	99.5	x	-	x	-	-	-	-	-	x
Q208	Cloruro de sodio	99	x	x	-	-	x	-	-	-	-
Q210	Hidróxido de sodio	97	x	x	x	-	-	-	-	-	-
Q211	Sulfato de sodio	99	-	-	-	-	-	-	-	x	-
Q215	Ácido clorhídrico concentrado	37	x	-	x	-	x	x	-	-	-
Q217	Ácido sulfúrico concentrado	98	-	-	x	-	-	-	-	-	-
Q218	Etanol	99.5	-	-	x	-	-	-	-	-	-
Q220	Cloruro de amonio	99.5	x	-	-	-	-	-	-	-	-
Q221	Hidróxido de amonio	30	x	-	-	-	-	-	-	-	-
Q473	Agua desionizada (tipo I)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	x
Q474	Agua destilada (tipo II)	-	x	x	-	x	x	-	-	-	-
Q560	Molibdato de amonio	82.3	-	-	-	-	-	x	-	-	-
Q840	Ácido dipicolínico	99	-	-	-	-	-	-	-	-	x
Q881	Fenantrolina Ortho (monohidratado)	ACS	-	-	-	-	-	-	x	-	-
Q882	Amonio acetate cristales	97	-	-	-	-	-	-	x	-	-
Q883	Hidro sulfito de sodio	-	-	-	-	-	-	-	x	-	-
Q885	Ácido cítrico anhidro	100	-	-	-	-	-	-	-	x	-
Q888	Goma arábica	-	-	-	-	-	-	-	-	x	-

ACS: Reactivo que cumple con los límites de pureza de productos químicos inorgánicos dispuestos por la *American Chemical Society* (ACS).

Los procedimientos y metodologías técnicos utilizados para la caracterización de salmueras mediante el análisis Stiff&Davis, así como su identificación interna y su normatividad asociada se enlistan en la tabla 3.

Tabla 3. Procedimientos y metodologías técnicas utilizados para el análisis de la muestra de agua.

ID USIP	Nombre del documento	Normatividad
PT008	Análisis Stiff & Davis	ASTM D4582-2010
MT017	Determinación de la temperatura en agua	NMX-AA-007-SCFI-2013
MT018	Determinación de pH en agua	NMX-AA-008-SCFI-2016
MT019	Determinación de conductividad electrolítica y resistividad en agua	NMX-AA-093-SCFI-2018
MT020	Determinación de alcalinidad y acidez total en agua	NMX-AA-036-SCFI-2001
MT021	Determinación de dureza total en agua	NMX-AA-072-SCFI-2001
MT022	Determinación de dureza de calcio en agua	APHA 3500-Ca B.2017
MT023	Determinación de cloruros totales en agua	ASTM D512-12 C.
MT024	Determinación del ion sulfato en agua	NMX-AA-074-SCFI-2014
MT025	Determinación de la salinidad en agua	Standard Methods 2520 B 2017
MT026	Determinación de sólidos suspendidos totales, sólidos disueltos totales y sólidos totales en agua	NMX-AA-034-SCFI-2015
MT027	Determinación del ion sodio, potasio, cloruro y calcio mediante ISE en agua	NA
MT028	Determinación de la densidad relativa en agua	ASTM D1429-2013
MT054	Determinación de turbidez	APHA 2130 B.2017
MT120	Determinación de aniones y cationes mediante cromatografía iónica	ASTM D6919-09 ASTM D4327-03
MT152	Determinación de bario y hierro total mediante espectrofotometría	METHOD 10251 HACH APHA 3500-Fe B.2017
MT153	Determinación de sílice soluble mediante espectrofotometría	APHA 4500-SiO ₂ C 2017
MT154	Determinación de color en agua	METHOD 10048 HACH
MT155	Determinación de olor en agua	APHA 20150 B Threshold odor test 2017
MT156	Determinación de oxígeno disuelto en agua	NMX-AA-012-SCFI-2001

NA: No aplica. Procedimiento o metodología técnico desarrollado en la USIP.

En la tabla 4 se presentan los equipos utilizados para la ejecución del procedimiento técnico análisis Stiff & Davis.

Tabla 4. Equipos utilizados en el análisis de la muestra de agua.

ID USIP	Nombre
E001	Balanza analítica capacidad 22 g. lectura de 0.1 mg
E013	Sistema preparador de agua desionizada (tipo I) y destilada (tipo II)
E021	Oxímetro de mesa con registro de datos 2
E027	Espectrofotómetro con rango de longitud de onda de 190-1100 nm y resolución de 0.1 nm para la determinación de Ba ²⁺ , Fe total y SiO ₂
E062	Turbidímetro portátil para la determinación de SO ₄ ²⁻ y turbidez
E077	Mufla con rango de temperatura de 50 a 1,100 °C para la determinación de sólidos
E079	Secador de altura ajustable para la determinación de sólidos
E086	Parrilla de agitación y calentamiento con rango de temperatura de 5 a 540 °C y agitación de 60 a 1,200 rpm
E119	Cromatógrafo de líquidos para la determinación de especies iónicas (aniones y cationes)
E138	Multiparamétrico para medición de pH, conductividad, resistividad, TDS e ISE (NH ₄ , Ca ⁺ , CO ₂ , Cl ⁻ , Cu, CN ⁻ , F ⁻ , I ⁻ , NO ₃ ²⁻ , K ⁺ , Ag, Pb y SO ₄ ²⁻)

En la tabla 5 se muestran los instrumentos utilizados durante el desarrollo del procedimiento técnico análisis Stiff & Davis.

Tabla 5. Instrumentos utilizados en el análisis de la muestra de agua.

ID USIP	Nombre
I095	Sonda para oxígeno disuelto
I113	Termopar
I304	Semicelda Cl
I305	Electrodo de referencia
I345	Electrodo combinado potasio
I349	Electrodo combinado de sodio
I350	Celda de conductividad
I353	Electrodo de pH
I468	Pipeta con capacidad de 100-1000 µL
I469	Pipeta con capacidad de 0.5-5 mL
I472	Pipeta con capacidad de 20-200 µL

Los materiales utilizados para el desarrollo del procedimiento técnico análisis Stiff & Davis se enlistan en la tabla 6.

Tabla 6. Materiales utilizados en el análisis de la muestra de agua.

Cantidad	Nombre	Especificaciones
24	Vaso de precipitado	100 mL
6	Vaso de precipitado	150 mL
6	Matraz Erlenmeyer	250 mL
1	Picnómetro con termómetro	25.054 g, 0-35 °C
1	Kit de filtración	1000 mL
6	Celda cilíndrica de vidrio	10 mL
12	Celda cubica de vidrio	10 mL
1	Probeta	100 mL
1	Probeta	50 mL
12	Matraz aforado de plástico	50 mL
3	Matraz aforado de plástico	100 mL
5	Matraz aforado de vidrio	1000 mL
1	Bureta	25 mL
1	Bureta	10 mL
1	Bureta semiautomática	1000 mL
2	Filtros de fibra de vidrio	Tamaño de poro 16 µm
1	Bureta	10 mL
1	Espátula metálica	NA
20	Agitador magnético	1 in
3	Agitador magnético	2 in
10	Navecillas de pesado	NA

NA: No aplica.

Los estándares utilizados para el análisis Stiff & Davis se enlistan en la tabla 7.

Tabla 7. Estándares utilizados para el análisis Stiff & Davis.

Cantidad	Nombre	Fecha de medición
EC046-2	Buffer 4.01	16/02/2023
EC047-2	Buffer 7.01	16/02/2023
EC050	Conductividad 1000 µS/cm	23/02/2023
EC111	Estándar de turbidez 0.1 NTU	16/02/2023
EC112	Estándar de turbidez 15 NTU	16/02/2023

EC113	Estándar de turbidez 100 NTU	16/02/2023
EC114	Estándar de turbidez 750 NTU	16/02/2023
EC131	Conductividad 84 $\mu\text{S}/\text{cm}$	23/02/2023
EC132	Conductividad 111800 $\mu\text{S}/\text{cm}$	23/02/2023
EC139	Solución estándar de K^+ 10 g/L	16/02/2023
EC140	Solución estándar de Na^+ 10 g/L	16/02/2023
EC141	Solución estándar de Cl^- 10 g/L	16/02/2023
EC142	Solución acondicionadora Na^+	16/02/2023
EC145	Solución acondicionadora Cl^-	16/02/2023
EC146	Solución acondicionadora de potasio	16/02/2023
EC182	Solución estándar de bario 1000 mg/L	16/02/2023
EC200	Estándar estroncio 1000 mg/L	20/10/2022
EC203	Solución estándar 15 color platino cobalto	21/02/2023
EC204	Solución estándar de hierro 100 mg/L	16/02/2023
EC205	Solución estándar de sílice 1000 mg/L	16/02/2023
EC209	Solución buffer pH=10	16/02/2023
EC211	Estándar oxígeno	20/02/2023

A continuación, se describen las actividades realizadas durante el desarrollo experimental:

El procedimiento técnico PT008 consiste en determinar las propiedades fisicoquímicas de la muestra de interés, así como su índice de estabilidad, el cual puede ser positivo o negativo indicando la tendencia corrosiva o a la precipitación de CaCO_3 , respectivamente.

Desarrollo experimental:

Etapas 1. Definición de las condiciones de trabajo

- Verificar en el inventario que exista la cantidad de productos químicos necesaria para realizar este procedimiento.

Etapas 2, 6, 9, 14 y 15. Determinación de pH, conductividad, oxígeno disuelto, concentración de los iones cloruro, sodio y potasio.

- Colocar una celda sensible al parámetro de interés.
- Leer la concentración resultante en el panel del multiparamétrico.

	Universidad Nacional Autónoma de México	Informe interno de resultados	
	Facultad de Química		
	Coordinación de las Unidades de Servicio		
	Unidad de Servicios para la Industria Petrolera		

Etapa 3. Determinación de turbidez.

- Colocar la muestra en una celda cilíndrica y posteriormente, en el turbidímetro
- Registrar el valor obtenido.

Etapa 4. Determinación de color aparente.

- Colocar agua desionizada en una celda cúbica y establecer el cero a una longitud de onda definida dentro del espectrofotómetro.
- Colocar la muestra en una celda cúbica y realizar la determinación de color a la misma longitud de onda establecida en la determinación del cero y registrar el valor obtenido.

Etapa 5. Determinación de temperatura.

- Colocar un termopar dentro de la muestra y registrar el valor obtenido.

Etapa 7. Determinación de densidad relativa.

- Utilizar un picnómetro de masa conocida.
- Obtener el peso del picnómetro con agua desionizada.
- Obtener el peso del picnómetro con la muestra.
- Calcular la densidad.

Etapa 8. Determinación de olor.

- Realizar un análisis sensorial identificando la menor dilución en la cual se percibe el olor de la muestra, en caso de que este sea perceptible.

Etapa 10, 12 y 13. Determinación de alcalinidad total, acidez total y durezas.

- Titular la muestra con un indicador colorimétrico utilizando como titulante HCl, NaOH y EDTA.

Etapa 11. Determinación de la salinidad del agua.

- Calcular la salinidad a partir del valor de conductividad.

Etapa 16. Determinación de sulfato.

- Adicionar un reactivo acondicionador y $BaCl_2$ en la muestra para formar un compuesto con el ion sulfato, el cual precipita.
- Medir el ion sulfato mediante el cambio de turbidez de la muestra.

	Universidad Nacional Autónoma de México	Informe interno de resultados	
	Facultad de Química		
	Coordinación de las Unidades de Servicio		
	Unidad de Servicios para la Industria Petrolera		

Etapa 17. Determinación de sólidos suspendidos totales, sólidos disueltos totales y sólidos totales.

- Llevar a peso constante los filtros de microfibras de vidrio de 1.16 μm o cápsulas de porcelana.
- Colocar la muestra en el filtro y/o en la cápsula de porcelana.
- Llevar a temperatura de evaporación y obtener el peso constante.
- Cuantificar la diferencia de pesos.

Etapa 18. Determinación de litio, estroncio, bromuro, nitrato, nitrito, fluoruro o fosfatos.

- Inyectar la muestra sin dilución al cromatógrafo de líquidos para la determinación de especies iónicas. La concentración se obtiene mediante la curva del ion de interés previamente realizada.

Etapa 19 y 20. Determinación de bario, hierro y sílice soluble.

- Adicionar un indicador colorimétrico a la muestra.
- Introducir la muestra al espectrofotómetro
- Leer la concentración después de 5, 3 y 10 minutos.

Etapa 22. Resultados.

- Calcular el índice de estabilidad a partir de los resultados.

En la figura 1 se presenta el diagrama de flujo del procedimiento técnico utilizado durante el desarrollo de estas actividades.

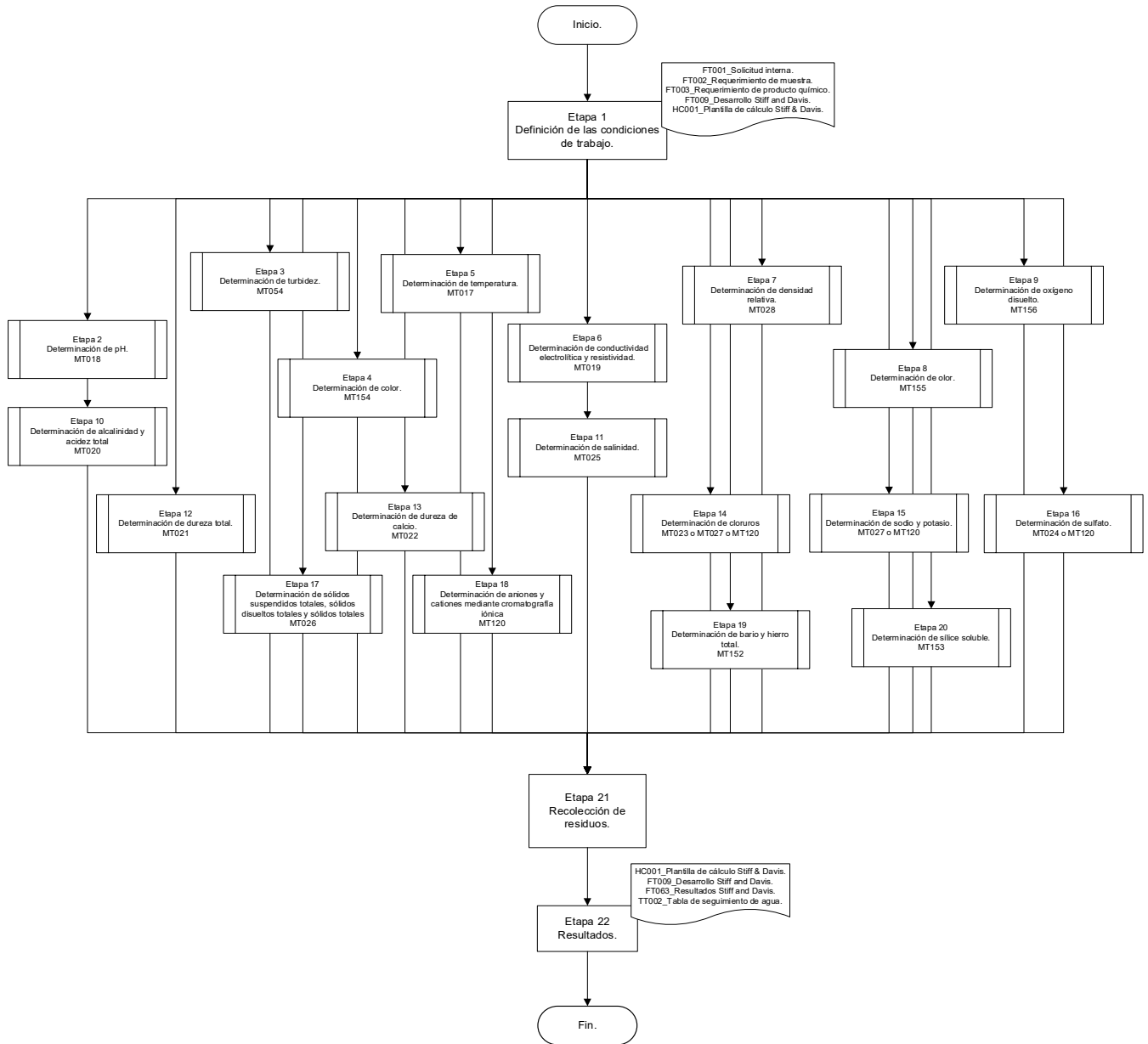


Figura 1. Diagrama de flujo del procedimiento técnico PT008_Análisis S&D.

RESULTADOS:

En la tabla 8 se presentan los resultados del análisis Stiff & Davis y la desviación estándar calculada para las determinaciones realizadas por triplicado de la salmuera sintética production brine B1 lote 6.

Tabla 8. Resultados del análisis Stiff & Davis de la salmuera sintética production brine B1 lote 6.

Origen	Production Brine B1	
ID USIP	M0849-6Fs	
Apariencia	Muestra translúcida sin precipitados visibles.	
Parámetro	Resultado	
	Valor reportado	Desv. Est. °
Turbidez [NTU]	0.11	0.02
Olor [TON]	Sin olor	
Color aparente [PtCo.]	0	0
CO ₂ [mg/L]	49.4	0.0
Oxígeno disuelto OD [mg/L]	3.74	0.07
pH [-]	7.12	0.01
Temperatura [°C]	18.63	0.31
Conductividad [mS/cm]	121.93	0.78
Resistividad [Ohm*m]	0.08	0.00
Salinidad [NaCl]***	90,984.3	NA
Alcalinidad total [como mg CaCO ₃ /L]	329.7	5.8
Alcalinidad a la F [como mg CaCO ₃ /L]	0.0	0.0
Acidez total [como mg CaCO ₃ /L]	56.1	0.0
Dureza total [mg CaCO ₃ /L]	12,090.5	0.0
Dureza de calcio [mg CaCO ₃ /L]	10,317.0	279.2
Dureza de magnesio [mg CaCO ₃ /L]	1,773.6	279.2
Sílice soluble SiO ₂ [mg/L]	1.00	0.00
Óxido férrico Fe ₂ O ₃ [mg/L]	0.14	NA

Densidad relativa (SG)	1.0614	0.0001
Densidad específica [g/mL]	1.0437	0.0001
Sólidos suspendidos totales (SST) [mg/L]*	9.5	NA
Sólidos disueltos totales (TDS) [mg/L]*	89,859.0	NA
Sólidos totales (ST) [mg/L]*	89,868.5	NA
Li ⁺ [mg/L]	ND	NA
Na ⁺ [mg/L]	26,616.67	642.91
K ⁺ [mg/L]	86.3	4.9
Ca ²⁺ [mg/L]	4,131.2	111.8
Mg ²⁺ [mg/L]	431.1	67.9
Ba ²⁺ [mg/L]	0.00	0.00
Sr ²⁺ [mg/L]	0.00	0.00
Hierro total Fe ²⁺ , Fe ³⁺ [mg/L]	0.10	0.00
F ⁻ [mg/L]	ND	NA
Cl ⁻ [mg/L]	53,633.33	251.66
NO ₂ ⁻ [mg/L]	ND	NA
Br ⁻ [mg/L]	ND	NA
NO ₃ ⁻ [mg/L]	ND	NA
SO ₄ ²⁻ [mg/L]	34.4	0.7
PO ₄ ³⁻ [mg/L]	ND	NA
CO ₃ ²⁻ [mg/L]	0.0	0.0
HCO ₃ ⁻ [mg/L]	402.2	7.1
Fuerza Iónica **	1.5	NA
Índice de estabilidad**	-1.0	NA

(*) Parámetro determinado por duplicado.

(**) Parámetro determinado a partir del promedio experimental de la concentración de iones.

(***) Parámetro determinado a partir del promedio experimental de conductividad.

(°) La desviación estándar de cada parámetro es el resultado de tres mediciones. Un valor de “cero” significa que la dispersión no es medible. La desviación estándar se reporta en las mismas unidades que el parámetro asociado.

NA: No aplica.

ND: No determinado.

De acuerdo con el valor presentado en la tabla 8, el índice de estabilidad es negativo, lo que indica una tendencia corrosiva.

En la tabla 9 se presentan las concentraciones iónicas obtenidas en el análisis Stiff & Davis en miliequivalentes por litro.

Tabla 9. Concentraciones iónicas en meq/L.

Cationes	Concentración [meq/L]	Aniones	Concentración [meq/L]
Li ⁺	NA	F ⁻	NA
Na ⁺	1,157.76	Cl ⁻	1,512.80
K ⁺	2.21	NO ₂ ⁻	NA
Ca ²⁺	206.16	Br ⁻	NA
Mg ²⁺	35.47	NO ₃ ⁻	NA
Ba ²⁺	0.00	SO ₄ ²⁻	0.72
Sr ²⁺	0.00	PO ₄ ³⁻	NA
Hierro total (Fe ²⁺ , Fe ³⁺)	0.00	CO ₃ ²⁻	0.00
		HCO ₃ ⁻	6.59

NA: No aplica.

En la figura 2 se presenta el diagrama de especies de la salmuera sintética production brine B1 lote 6.

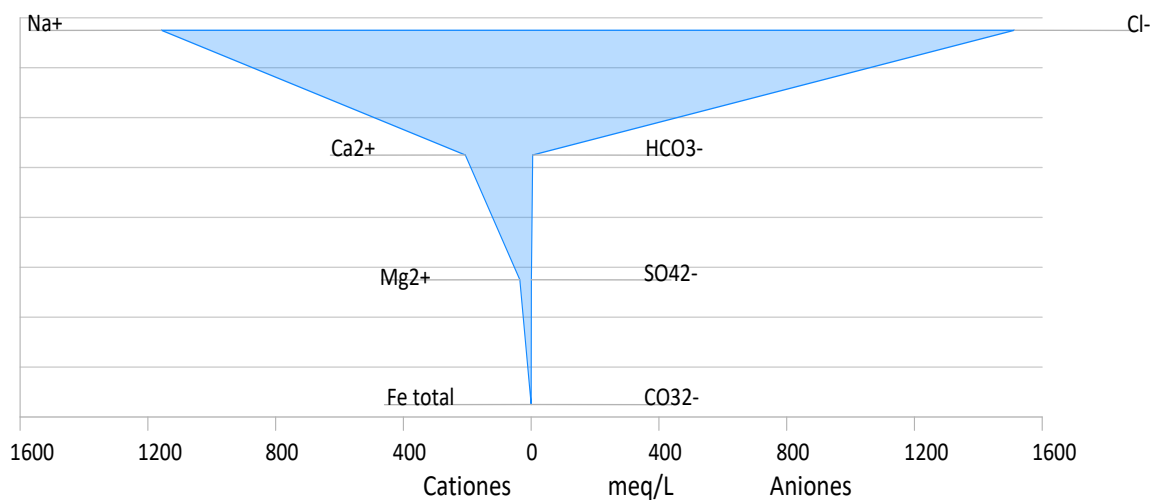


Figura 2. Diagrama de especies de la salmuera sintética production brine B1 lote 6.

	Universidad Nacional Autónoma de México	Informe interno de resultados	
	Facultad de Química		
	Coordinación de las Unidades de Servicio		
	Unidad de Servicios para la Industria Petrolera		

OBSERVACIONES:

Únicamente se realizó la determinación de los iones principales de la muestra.






Las curvas de calibración de la técnica de cromatografía de líquidos se validaron en el bache de muestras correspondiente.

CONCLUSIONES:

- La salmuera sintética production brine B1 lote 6, presentó un valor de índice de estabilidad negativo, lo que indica una tendencia corrosiva.

ANEXOS:

No aplica.

	Universidad Nacional Autónoma de México		Informe interno de resultados	
	Facultad de Química			
	Coordinación de las Unidades de Servicio			
	Unidad de Servicios para la Industria Petrolera			
Título	Análisis Stiff & Davis de la salmuera connate brine B2 lote 5.			
Participante(s)	Luis Ruben Cruces Lira/Andrea Lizbeth Angel Flores  			
Vo. Bo. Coordinador del área	María Gricelda Martínez Hidalgo 			
Vo. Bo. jefe de la USIP	Dr. Simón López Ramírez			
Solicitud interna	S110-34.4	Fecha de elaboración	03/03/2023	

OBJETIVO:

Realizar el análisis Stiff and Davis de la salmuera sintética connate brine B2 lote 5.

DESARROLLO:

En la tabla 1 se presenta la muestra utilizada para la ejecución del procedimiento técnico PT008_Análisis S&D.

Tabla 1. Muestra utilizada.

ID USIP	Descripción de la muestra
M0850-5Fs	Connate Brine B2

En la tabla 2 se presentan los productos químicos utilizados durante el desarrollo de esta actividad.

Tabla 2. Productos químicos utilizados durante el desarrollo experimental.

ID USIP	Nombre	Pureza	Dureza total	Dureza de calcio	Alcalinidad y acidez	Cloruros	Sulfatos	Sílice	Hierro total	Bario	Iones por IC
Q068	Ácido oxálico	100	-	-	-	-	-	x	-	-	-
Q069	Acetato de sodio	99	-	-	-	-	x	-	-	-	-
Q075-1	Ácido nítrico	65	-	-	-	-	-	-	-	-	x
Q092-1	Ácido sulfúrico	98	-	-	-	-	-	-	-	-	x
Q112	Fenolftaleína	-	-	-	x	-	-	-	-	-	-
Q113	Nitrato de sodio	99	-	-	-	-	x	-	-	-	-
Q117	Nitrato de potasio	-	-	-	-	-	x	-	-	-	-
Q122	Bicarbonato de sodio	100	-	-	-	-	-	-	-	-	x

Q125	Indicador negro de eriocromo T	ACS	x	-	-	-	-	-	-	-	-
Q157	Ácido acético	99.96	-	-	-	-	x	-	-	-	-
Q184	Cloruro de bario	99	-	-	-	-	x	-	-	-	-
Q188	Sal di sódica de ácido etilendiaminotetraacético dihidratado	100	x	x	-	-	-	-	-	-	-
Q191	Cloruro de magnesio	100	-	-	-	-	x	-	-	-	-
Q193	Sulfato de magnesio	100	x	-	-	-	-	-	-	-	-
Q195	Naranja de metilo	ACS	-	-	x	-	-	-	-	-	-
Q196	Murexida	ACS	-	x	-	-	-	-	-	-	-
Q204	Indicador rojo de metilo	ACS	x	-	-	-	-	-	-	-	-
Q207	Carbonato de sodio	99.5	x	-	x	-	-	-	-	-	x
Q208	Cloruro de sodio	99	x	x	-	-	x	-	-	-	-
Q210	Hidróxido de sodio	97	x	x	x	-	-	-	-	-	-
Q211	Sulfato de sodio	99	-	-	-	-	-	-	-	x	-
Q215	Ácido clorhídrico concentrado	37	x	-	x	-	x	x	-	-	-
Q217	Ácido sulfúrico concentrado	98	-	-	x	-	-	-	-	-	-
Q218	Etanol	99.5	-	-	x	-	-	-	-	-	-
Q220	Cloruro de amonio	99.5	x	-	-	-	-	-	-	-	-
Q221	Hidróxido de amonio	30	x	-	-	-	-	-	-	-	-
Q473	Agua desionizada (tipo I)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	x
Q474	Agua destilada (tipo II)	-	x	x	-	x	x	-	-	-	-
Q560	Molibdato de amonio	82.3	-	-	-	-	-	x	-	-	-
Q840	Ácido dipicolínico	99	-	-	-	-	-	-	-	-	x
Q881	Fenantrolina Ortho (monohidratado)	ACS	-	-	-	-	-	-	x	-	-
Q882	Amonio acetate cristales	97	-	-	-	-	-	-	x	-	-
Q883	Hidro sulfito de sodio	-	-	-	-	-	-	-	x	-	-
Q885	Ácido cítrico anhidro	100	-	-	-	-	-	-	-	x	-
Q888	Goma arábica	-	-	-	-	-	-	-	-	x	-

ACS: Reactivo que cumple con los límites de pureza de productos químicos inorgánicos dispuestos por la *American Chemical Society* (ACS).

Los procedimientos y metodologías técnicos utilizados para la caracterización de salmueras mediante el análisis Stiff&Davis, así como su identificación interna y su normatividad asociada se enlistan en la tabla 3.

Tabla 3. Procedimientos y metodologías técnicas utilizados para el análisis de la muestra de agua.

ID USIP	Nombre del documento	Normatividad
PT008	Análisis Stiff & Davis	ASTM D4582-2010
MT017	Determinación de la temperatura en agua	NMX-AA-007-SCFI-2013
MT018	Determinación de pH en agua	NMX-AA-008-SCFI-2016
MT019	Determinación de conductividad electrolítica y resistividad en agua	NMX-AA-093-SCFI-2018
MT020	Determinación de alcalinidad y acidez total en agua	NMX-AA-036-SCFI-2001
MT021	Determinación de dureza total en agua	NMX-AA-072-SCFI-2001
MT022	Determinación de dureza de calcio en agua	APHA 3500-Ca B.2017
MT023	Determinación de cloruros totales en agua	ASTM D512-12 C.
MT024	Determinación del ion sulfato en agua	NMX-AA-074-SCFI-2014
MT025	Determinación de la salinidad en agua	Standard Methods 2520 B 2017
MT026	Determinación de sólidos suspendidos totales, sólidos disueltos totales y sólidos totales en agua	NMX-AA-034-SCFI-2015
MT027	Determinación del ion sodio, potasio, cloruro y calcio mediante ISE en agua	NA
MT028	Determinación de la densidad relativa en agua	ASTM D1429-2013
MT054	Determinación de turbidez	APHA 2130 B.2017
MT120	Determinación de aniones y cationes mediante cromatografía iónica	ASTM D6919-09 ASTM D4327-03
MT152	Determinación de bario y hierro total mediante espectrofotometría	METHOD 10251 HACH APHA 3500-Fe B.2017
MT153	Determinación de sílice soluble mediante espectrofotometría	APHA 4500-SiO ₂ C 2017
MT154	Determinación de color en agua	METHOD 10048 HACH
MT155	Determinación de olor en agua	APHA 20150 B Threshold odor test 2017
MT156	Determinación de oxígeno disuelto en agua	NMX-AA-012-SCFI-2001

NA: No aplica. Procedimiento o metodología técnico desarrollado en la USIP.

En la tabla 4 se presentan los equipos utilizados para la ejecución del procedimiento técnico análisis Stiff & Davis.

Tabla 4. Equipos utilizados en el análisis de la muestra de agua.

ID USIP	Nombre
E001	Balanza analítica capacidad 22 g. lectura de 0.1 mg
E013	Sistema preparador de agua desionizada (tipo I) y destilada (tipo II)
E021	Oxímetro de mesa con registro de datos 2
E027	Espectrofotómetro con rango de longitud de onda de 190-1100 nm y resolución de 0.1 nm para la determinación de Ba ²⁺ , Fe total y SiO ₂
E062	Turbidímetro portátil para la determinación de SO ₄ ²⁻ y turbidez
E077	Mufla con rango de temperatura de 50 a 1,100 °C para la determinación de sólidos
E079	Secador de altura ajustable para la determinación de sólidos
E086	Parrilla de agitación y calentamiento con rango de temperatura de 5 a 540 °C y agitación de 60 a 1,200 rpm
E119	Cromatógrafo de líquidos para la determinación de especies iónicas (aniones y cationes)
E138	Multiparamétrico para medición de pH, conductividad, resistividad, TDS e ISE (NH ₄ , Ca ⁺ , CO ₂ , Cl ⁻ , Cu, CN ⁻ , F ⁻ , I ⁻ , NO ₃ ²⁻ , K ⁺ , Ag, Pb y SO ₄ ²⁻)

En la tabla 5 se muestran los instrumentos utilizados durante el desarrollo del procedimiento técnico análisis Stiff & Davis.

Tabla 5. Instrumentos utilizados en el análisis de la muestra de agua.

ID USIP	Nombre
I095	Sonda para oxígeno disuelto
I113	Termopar
I304	Semicelda Cl
I305	Electrodo de referencia
I345	Electrodo combinado potasio
I349	Electrodo combinado de sodio
I350	Celda de conductividad
I353	Electrodo de pH
I468	Pipeta con capacidad de 100-1000 µL
I469	Pipeta con capacidad de 0.5-5 mL
I472	Pipeta con capacidad de 20-200 µL

Los materiales utilizados para el desarrollo del procedimiento técnico análisis Stiff & Davis se enlistan en la tabla 6.

Tabla 6. Materiales utilizados en el análisis de la muestra de agua.

Cantidad	Nombre	Especificaciones
24	Vaso de precipitado	100 mL
6	Vaso de precipitado	150 mL
6	Matraz Erlenmeyer	250 mL
1	Picnómetro con termómetro	25.054 g, 0-35 °C
1	Kit de filtración	1000 mL
6	Celda cilíndrica de vidrio	10 mL
12	Celda cubica de vidrio	10 mL
1	Probeta	100 mL
1	Probeta	50 mL
12	Matraz aforado de plástico	50 mL
3	Matraz aforado de plástico	100 mL
5	Matraz aforado de vidrio	1000 mL
1	Bureta	25 mL
1	Bureta	10 mL
1	Bureta semiautomática	1000 mL
2	Filtros de fibra de vidrio	Tamaño de poro 16 µm
1	Bureta	10 mL
1	Espátula metálica	NA
20	Agitador magnético	1 in
3	Agitador magnético	2 in
10	Navecillas de pesado	NA

NA: No aplica.

Los estándares utilizados para el análisis Stiff & Davis se enlistan en la tabla 7.

Tabla 7. Estándares utilizados para el análisis Stiff & Davis.

Cantidad	Nombre	Fecha de medición
EC046-2	Buffer 4.01	16/02/2023
EC047-2	Buffer 7.01	16/02/2023
EC050	Conductividad 1000 µS/cm	23/02/2023
EC111	Estándar de turbidez 0.1 NTU	16/02/2023
EC112	Estándar de turbidez 15 NTU	16/02/2023

EC113	Estándar de turbidez 100 NTU	16/02/2023
EC114	Estándar de turbidez 750 NTU	16/02/2023
EC131	Conductividad 84 $\mu\text{S}/\text{cm}$	23/02/2023
EC132	Conductividad 11800 $\mu\text{S}/\text{cm}$	23/02/2023
EC139	Solución estándar de K^+ 10 g/L	16/02/2023
EC140	Solución estándar de Na^+ 10 g/L	16/02/2023
EC141	Solución estándar de Cl^- 10 g/L	16/02/2023
EC142	Solución acondicionadora Na^+	16/02/2023
EC145	Solución acondicionadora Cl^-	16/02/2023
EC146	Solución acondicionadora de potasio	16/02/2023
EC182	Solución estándar de bario 1000 mg/L	16/02/2023
EC200	Estándar estroncio 1000 mg/L	20/10/2022
EC203	Solución estándar 15 color platino cobalto	22/02/2023
EC204	Solución estándar de hierro 100 mg/L	16/02/2023
EC205	Solución estándar de sílice 1000 mg/L	16/02/2023
EC209	Solución buffer pH=10	16/02/2023
EC211	Estándar oxígeno	20/02/2023

A continuación, se describen las actividades realizadas durante el desarrollo experimental:

El procedimiento técnico PT008 consiste en determinar las propiedades fisicoquímicas de la muestra de interés, así como su índice de estabilidad, el cual puede ser positivo o negativo indicando la tendencia corrosiva o a la precipitación de CaCO_3 , respectivamente.

Desarrollo experimental:

Etapas 1. Definición de las condiciones de trabajo

- Verificar en el inventario que exista la cantidad de productos químicos necesaria para realizar este procedimiento.

Etapas 2, 6, 9, 14 y 15. Determinación de pH, conductividad, oxígeno disuelto, concentración de los iones cloruro, sodio y potasio.

- Colocar una celda sensible al parámetro de interés.
- Leer la concentración resultante en el panel del multiparamétrico.

	Universidad Nacional Autónoma de México	Informe interno de resultados	
	Facultad de Química		
	Coordinación de las Unidades de Servicio		
	Unidad de Servicios para la Industria Petrolera		

Etapa 3. Determinación de turbidez.

- Colocar la muestra en una celda cilíndrica y posteriormente, en el turbidímetro
- Registrar el valor obtenido.

Etapa 4. Determinación de color aparente.

- Colocar agua desionizada en una celda cúbica y establecer el cero a una longitud de onda definida dentro del espectrofotómetro.
- Colocar la muestra en una celda cúbica y realizar la determinación de color a la misma longitud de onda establecida en la determinación del cero y registrar el valor obtenido.

Etapa 5. Determinación de temperatura.

- Colocar un termopar dentro de la muestra y registrar el valor obtenido.

Etapa 7. Determinación de densidad relativa.

- Utilizar un picnómetro de masa conocida.
- Obtener el peso del picnómetro con agua desionizada.
- Obtener el peso del picnómetro con la muestra.
- Calcular la densidad.

Etapa 8. Determinación de olor.

- Realizar un análisis sensorial identificando la menor dilución en la cual se percibe el olor de la muestra, en caso de que este sea perceptible.

Etapa 10, 12 y 13. Determinación de alcalinidad total, acidez total y durezas.

- Titular la muestra con un indicador colorimétrico utilizando como titulante HCl, NaOH y EDTA.

Etapa 11. Determinación de la salinidad del agua.

- Calcular la salinidad a partir del valor de conductividad.

Etapa 16. Determinación de sulfato.

- Adicionar un reactivo acondicionador y $BaCl_2$ en la muestra para formar un compuesto con el ion sulfato, el cual precipita.
- Medir el ion sulfato mediante el cambio de turbidez de la muestra.

	Universidad Nacional Autónoma de México	Informe interno de resultados	
	Facultad de Química		
	Coordinación de las Unidades de Servicio		
	Unidad de Servicios para la Industria Petrolera		

Etapa 17. Determinación de sólidos suspendidos totales, sólidos disueltos totales y sólidos totales.

- Llevar a peso constante los filtros de microfibras de vidrio de 1.16 μm o cápsulas de porcelana.
- Colocar la muestra en el filtro y/o en la cápsula de porcelana.
- Llevar a temperatura de evaporación y obtener el peso constante.
- Cuantificar la diferencia de pesos.

Etapa 18. Determinación de litio, estroncio, bromuro, nitrato, nitrito, fluoruro o fosfatos.

- Inyectar la muestra sin dilución al cromatógrafo de líquidos para la determinación de especies iónicas. La concentración se obtiene mediante la curva del ion de interés previamente realizada.

Etapa 19 y 20. Determinación de bario, hierro y sílice soluble.

- Adicionar un indicador colorimétrico a la muestra.
- Introducir la muestra al espectrofotómetro
- Leer la concentración después de 5, 3 y 10 minutos.

Etapa 22. Resultados.

- Calcular el índice de estabilidad a partir de los resultados.

En la figura 1 se presenta el diagrama de flujo del procedimiento técnico utilizado durante el desarrollo de estas actividades.

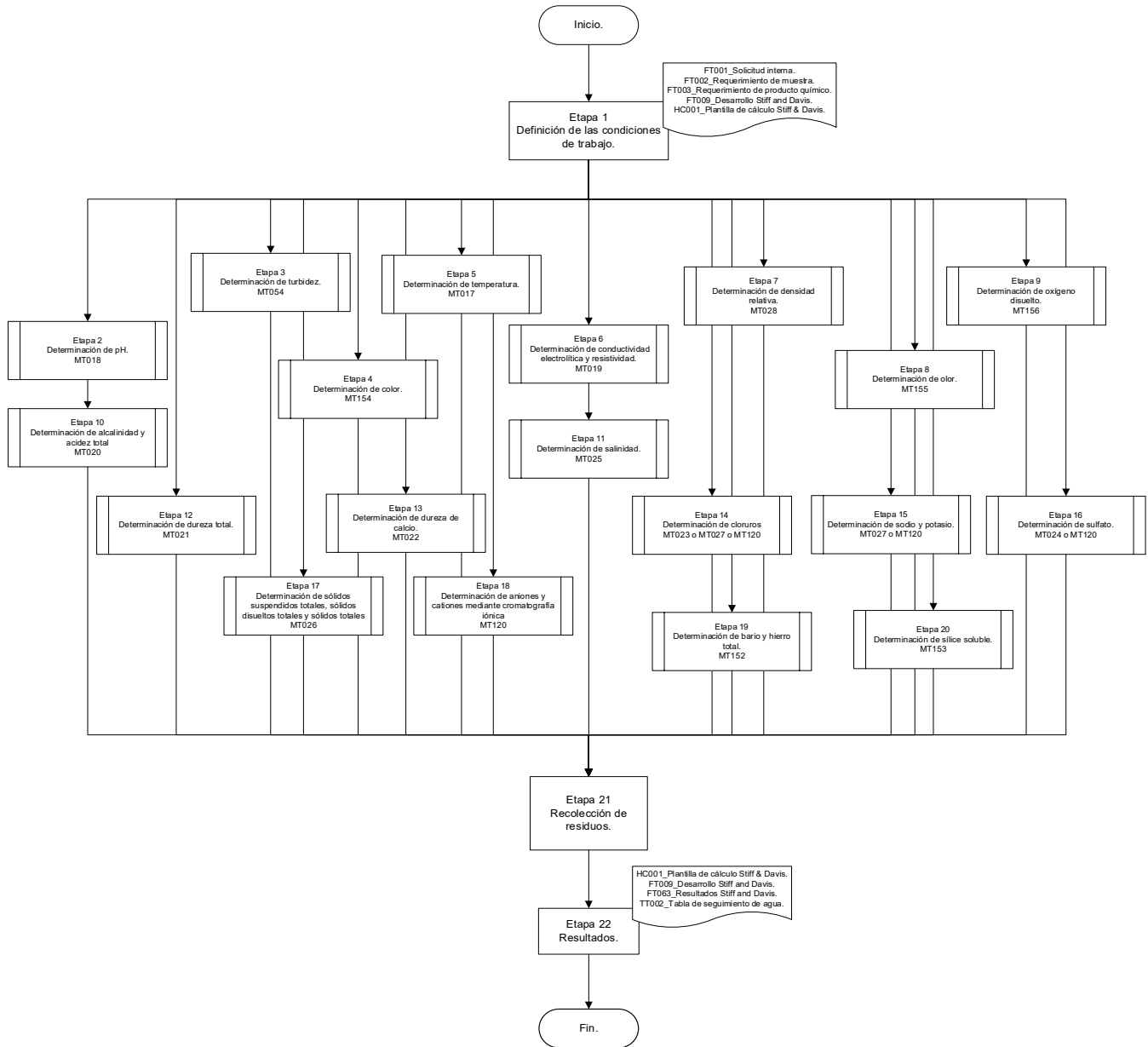


Figura 1. Diagrama de flujo del procedimiento técnico PT008_Análisis S&D.

RESULTADOS:

En la tabla 8 se presentan los resultados del análisis Stiff & Davis y la desviación estándar calculada para las determinaciones realizadas por triplicado de la salmuera sintética connate brine B2 lote 5.

Tabla 8. Resultados del análisis Stiff & Davis de la salmuera sintética connate brine B2 lote 5.

Origen	Connate Brine B2	
ID USIP	M0850-5Fs	
Apariencia	Muestra translúcida sin precipitados visibles.	
Parámetro	Resultado	
	Valor reportado	Desv. Est. °
Turbidez [NTU]	0.19	0.01
Olor [TON]	Sin olor	
Color aparente [PtCo.]	3	0
CO ₂ [mg/L]	59.0	2.4
Oxígeno disuelto OD [mg/L]	1.65	0.25
pH [-]	6.61	0.05
Temperatura [°C]	18.87	0.81
Conductividad [mS/cm]	223.27	0.21
Resistividad [Ohm*m]	0.04	0.00
Salinidad [NaCl]***	200,389.0	NA
Alcalinidad total [como mg CaCO ₃ /L]	90.8	0.0
Alcalinidad a la F [como mg CaCO ₃ /L]	0.0	0.0
Acidez total [como mg CaCO ₃ /L]	67.0	2.7
Dureza total [mg CaCO ₃ /L]	130,255.3	558.4
Dureza de calcio [mg CaCO ₃ /L]	116,066.0	0.0
Dureza de magnesio [mg CaCO ₃ /L]	14,189.4	558.4
Sílice soluble SiO ₂ [mg/L]	11.00	0.00
Óxido férrico Fe ₂ O ₃ [mg/L]	0.30	NA

Densidad relativa (SG)	1.1853	0.0000
Densidad específica [g/mL]	1.1656	0.0000
Sólidos suspendidos totales (SST) [mg/L]*	344.5	NA
Sólidos disueltos totales (TDS) [mg/L]*	270,476.5	NA
Sólidos totales (ST) [mg/L]*	270,821.0	NA
Li ⁺ [mg/L]	ND	NA
Na ⁺ [mg/L]	45,722.22	48.11
K ⁺ [mg/L]	1,848.0	35.0
Ca ²⁺ [mg/L]	46,476.5	0.0
Mg ²⁺ [mg/L]	3,448.7	135.7
Ba ²⁺ [mg/L]	0.00	0.00
Sr ²⁺ [mg/L]	0.00	0.00
Hierro total Fe ²⁺ , Fe ³⁺ [mg/L]	0.21	0.00
F ⁻ [mg/L]	ND	NA
Cl ⁻ [mg/L]	156,770.83	1,097.46
NO ₂ ⁻ [mg/L]	ND	NA
Br ⁻ [mg/L]	ND	NA
NO ₃ ⁻ [mg/L]	ND	NA
SO ₄ ²⁻ [mg/L]	1.1	0.7
PO ₄ ³⁻ [mg/L]	ND	NA
CO ₃ ²⁻ [mg/L]	0.0	0.0
HCO ₃ ⁻ [mg/L]	110.8	0.0
Fuerza Iónica **	5.0	NA
Índice de estabilidad**	-42.0	NA

(*) Parámetro determinado por duplicado.

(**) Parámetro determinado a partir del promedio experimental de la concentración de iones.

(***) Parámetro determinado a partir del promedio experimental de conductividad.

(°) La desviación estándar de cada parámetro es el resultado de tres mediciones. Un valor de “cero” significa que la dispersión no es medible. La desviación estándar se reporta en las mismas unidades que el parámetro asociado.

NA: No aplica.

ND: No determinado.

De acuerdo con el valor presentado en la tabla 8, el índice de estabilidad es negativo, lo que indica una tendencia corrosiva.

En la tabla 9 se presentan las concentraciones iónicas obtenidas en el análisis Stiff & Davis en miliequivalentes por litro.

Tabla 9. Concentraciones iónicas en meq/L.

Cationes	Concentración [meq/L]	Aniones	Concentración [meq/L]
Li ⁺	NA	F ⁻	NA
Na ⁺	1,988.81	Cl ⁻	4,421.93
K ⁺	47.27	NO ₂ ⁻	NA
Ca ²⁺	2,319.30	Br ⁻	NA
Mg ²⁺	283.79	NO ₃ ⁻	NA
Ba ²⁺	0.00	SO ₄ ²⁻	0.02
Sr ²⁺	0.00	PO ₄ ³⁻	NA
Hierro total (Fe ²⁺ , Fe ³⁺)	0.01	CO ₃ ²⁻	0.00
		HCO ₃ ⁻	1.82

NA: No aplica.

En la figura 2 se presenta el diagrama de especies de la salmuera sintética connate brine B2 lote 5.

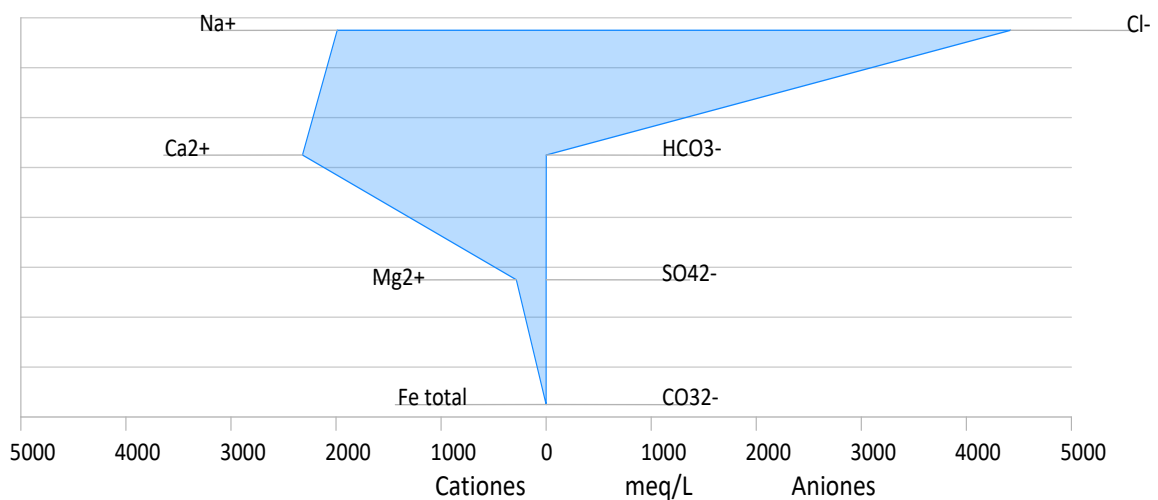


Figura 2. Diagrama de especies de la salmuera sintética connate brine B2 lote 5.

	Universidad Nacional Autónoma de México	Informe interno de resultados	
	Facultad de Química		
	Coordinación de las Unidades de Servicio		
	Unidad de Servicios para la Industria Petrolera		

OBSERVACIONES:

Únicamente se realizó la determinación de los iones principales de la muestra.



Las curvas de calibración de la técnica de cromatografía de líquidos se validaron en el bache de muestras correspondiente.

CONCLUSIONES:

- La salmuera sintética connate brine B2 lote 5, presentó un valor de índice de estabilidad negativo, lo que indica una tendencia corrosiva.

ANEXOS:

No aplica.

	Universidad Nacional Autónoma de México		Informe de resultados experimentales	
	Facultad de Química			
	Departamento de Ingeniería Química			
	Unidad de Servicios para la Industria Petrolera			
Título	Análisis termogravimétrico (TGA) de la muestra PPG-0.5A			
Participante(s)	Rogelio Quiñones Martínez / Luis Ruben Cruces Lira	Nombre del archivo	FT004_ S119-80-11F	
Personal que recibe los resultados	Luis Antonio Cervantes Montejano	Clave del proyecto/prueba	PR	
Solicitud interna	S119-80-11F	Fecha de análisis	2023/06/13	
Fecha de entrega	2023/06/15	Versión del informe	001	
Vo. Bo. Coordinador del área	Rogelio Quiñones Martínez	Vo. Bo. Jefe de la USIP	Simón López Ramírez	

OBJETIVO:

Realizar el análisis termogravimétrico (TGA) de la muestra sólida de gel PPG-0.5A con una rampa de calentamiento de 30 a 500 °C en una atmosfera de N₂.

DESARROLLO:

En la tabla 1 se presenta la muestra analizada en el análisis TGA.

Tabla 1. Muestra utilizada en el análisis.

ID USIP	Descripción de la muestra
NA	PPG-0.5A

NA: No aplica

Para el desarrollo de esta actividad se utilizó el producto químico presentado en la tabla 2.

Tabla 2. Productos químicos utilizados.

ID USIP	Nombre	Pureza
Q918-2	Nitrógeno	4.8 línea especial

La metodología técnica utilizada en el desarrollo de esta actividad se muestra en la tabla 3.

Tabla 3. Metodología técnica utilizada.

ID USIP	Nombre del documento	Normatividad
MT008	Análisis termogravimétrico	NA

NA: No aplica. Metodología desarrollada en la USIP.

En la tabla 4 se muestran los equipos utilizados en el desarrollo experimental.

Tabla 4. Equipos utilizados.

ID USIP	Nombre
E011	Analizador termogravimétrico TGA/DSC1

En la tabla 5 se muestran los instrumentos utilizados en el desarrollo de esta actividad.

Tabla 5. Instrumentos utilizados.

ID USIP	Nombre
I080	Recirculador

Los materiales utilizados para el desarrollo de esta actividad se presentan en la en la tabla 6.

Tabla 6. Materiales utilizados.

Cantidad	Nombre	Especificaciones
1	Pinzas de disección	1.5 mL
1	Crisol de alúmina	60 μ L

En la tabla 7 se muestran los estándares utilizados para esta actividad.

Tabla 7. Estándares utilizados.

Cantidad	Nombre	Fecha de medición
No aplica		

Desarrollo experimental:

A continuación, se describe el desarrollo experimental de la metodología técnica MT008_ Análisis termogravimétrico.

Etapa 1. Acondicionamiento del equipo.

- Poner en marcha los servicios auxiliares del equipo (nitrógeno y recirculador).
- Encender el equipo y esperar hasta que la microbalanza interna se estabilice.
- Encender CPU del equipo y abrir el software.
- Seleccionar el método de acuerdo con la rampa de calentamiento necesaria para el análisis.

	Universidad Nacional Autónoma de México	Informe de resultados experimentales	
	Facultad de Química		
	Departamento de Ingeniería Química		
	Unidad de Servicios para la Industria Petrolera		

Etapa 2. Análisis termogravimétrico.

- Colocar un crisol de alúmina en el equipo y tarar.
- Retirar el crisol del equipo y pesar aproximadamente 4 mg de muestra en el crisol.
- Colocar el crisol con muestra dentro del equipo.
- En el software, introducir la masa reportada en el equipo.
- Iniciar la secuencia de medición en el equipo.

Etapa 3. Análisis de resultados.

- Identificar la descomposición de la muestra con respecto a el aumento de la temperatura.

En la figura 1 se presenta el diagrama de flujo de las actividades realizadas durante el desarrollo experimental.

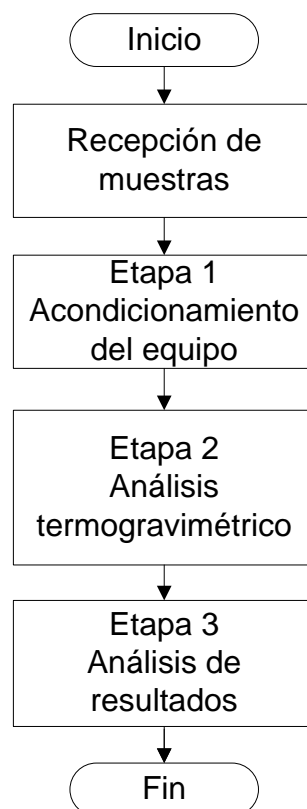


Figura 1. Diagrama de flujo de las actividades experimentales.

RESULTADOS:

En la figura 2 se presenta el análisis termogravimétrico de la muestra PPG-0.5A, en una rampa de temperatura de 30 a 500 °C con un gradiente de 10 °C/ min en una atmosfera de N₂, en donde se observa que en el intervalo de 63.3 a 164.6 °C hay una pérdida de masa correspondiente a componentes volátiles y agua de la muestra, posteriormente, la muestra presenta una descomposición multietapas en las temperaturas de 321.2 y 371.6 °C. Finalmente a la temperatura de 443.3 °C el porcentaje de perdida de peso se mantiene aproximadamente en 35 %.

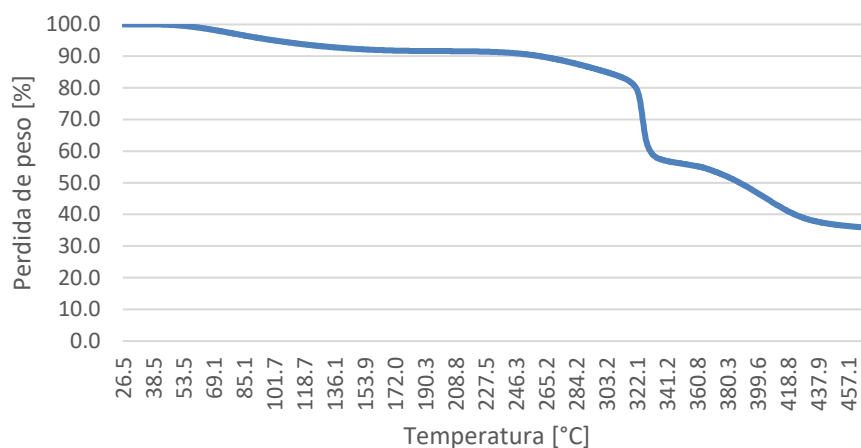


Figura 2. Curva termoanalítica del análisis TGA de la muestra PPG-0.5A.

OBSERVACIONES:

- Sin observaciones.



CONCLUSIONES:

La muestra PPG-0.5A presenta:

- Evaporación de agua y componentes volátiles en el intervalo de 63.3 a 164.6 °C.
- Descomposición multietapas a las temperaturas de 321.2 y 371.6 °C.

ANEXOS:

No aplica.

	Universidad Nacional Autónoma de México		Informe de resultados experimentales	
	Facultad de Química			
	Departamento de Ingeniería Química			
	Unidad de Servicios para la Industria Petrolera			
Título	Análisis termogravimétrico (TGA) de la muestra PPG-05A-DMA-1			
Participante(s)	Rogelio Quiñones Martínez / Luis Ruben Cruces Lira	Nombre del archivo	FT004_ S119-81-11F	
Personal que recibe los resultados	Luis Antonio Cervantes Montejano	Clave del proyecto/prueba	PR	
Solicitud interna	S119-81-11F	Fecha de análisis	2023/04/14	
Fecha de entrega	2023/04/27	Versión del informe	001	
Vo. Bo. Coordinador del área	Rogelio Quiñones Martínez	Vo. Bo. Jefe de la USIP	Simón López Ramírez	

OBJETIVO:

Realizar el análisis termogravimétrico (TGA) de la muestra sólida de gel PPG-0.5A-DMA-1 con una rampa de calentamiento de 30 a 500 °C en una atmosfera de N₂.

DESARROLLO:

En la tabla 1 se presenta la muestra analizada en el análisis TGA.

Tabla 1. Muestra utilizada en el análisis.

ID USIP	Descripción de la muestra
NA	PPG-0.5A-DMA-1

NA: No aplica

Para el desarrollo de esta actividad se utilizó el producto químico presentado en la tabla 2.

Tabla 2. Productos químicos utilizados.

ID USIP	Nombre	Pureza
Q918-2	Nitrógeno	4.8 línea especial

La metodología técnica utilizada en el desarrollo de esta actividad se muestra en la tabla 3.

Tabla 3. Metodología técnica utilizada.

ID USIP	Nombre del documento	Normatividad
MT008	Análisis termogravimétrico	NA

NA: No aplica. Metodología desarrollada en la USIP.

En la tabla 4 se muestran los equipos utilizados en el desarrollo experimental.

Tabla 4. Equipos utilizados.

ID USIP	Nombre
E011	Analizador termogravimétrico TGA/DSC1

En la tabla 5 se muestran los instrumentos utilizados en el desarrollo de esta actividad.

Tabla 5. Instrumentos utilizados.

ID USIP	Nombre
I080	Recirculador

Los materiales utilizados para el desarrollo de esta actividad se presentan en la en la tabla 6.

Tabla 6. Materiales utilizados.

Cantidad	Nombre	Especificaciones
1	Pinzas de disección	1.5 mL
1	Crisol de alúmina	60 µL

En la tabla 7 se muestran los estándares utilizados para esta actividad.

Tabla 7. Estándares utilizados.

Cantidad	Nombre	Fecha de medición
No aplica		

Desarrollo experimental:

A continuación, se describe el desarrollo experimental de la metodología técnica MT008_ Análisis termogravimétrico.

Etapa 1. Acondicionamiento del equipo.

- Poner en marcha los servicios auxiliares del equipo (nitrógeno y recirculador).
- Encender el equipo y esperar hasta que la microbalanza interna se estabilice.
- Encender CPU del equipo y abrir el software.
- Seleccionar el método de acuerdo con la rampa de calentamiento necesaria para el análisis.

Etapa 2. Análisis termogravimétrico.

- Colocar un crisol de alúmina en el equipo y tarar.
- Retirar el crisol del equipo y pesar aproximadamente 4 mg de muestra en el crisol.
- Colocar el crisol con muestra dentro del equipo.
- En el software, introducir la masa reportada en el equipo.
- Iniciar la secuencia de medición en el equipo.

Etapa 3. Análisis de resultados.

- Identificar la descomposición de la muestra con respecto a el aumento de la temperatura.

En la figura 1 se presenta el diagrama de flujo de las actividades realizadas durante el desarrollo experimental.

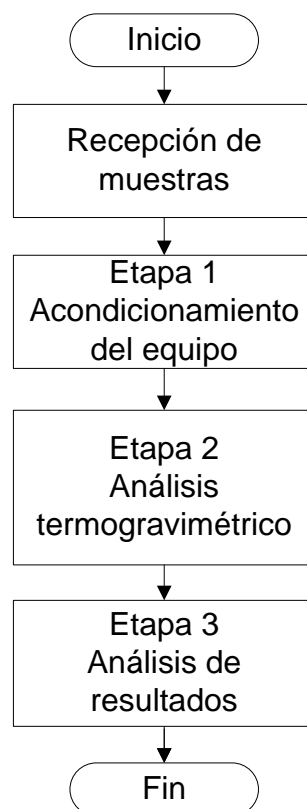


Figura 1. Diagrama de flujo de las actividades experimentales.

RESULTADOS:

En la figura 2 se presenta el análisis termogravimétrico de la muestra PPG-0.5A-DMA-1, en una rampa de temperatura de 30 a 500 °C con un gradiente de 10 °C/ min en una atmosfera de N₂, en donde se observa que en el intervalo de 24.2 a 120.3 °C hay una pérdida de masa correspondiente a componentes volátiles y agua de la muestra, posteriormente, la muestra presenta una descomposición multietapas en las temperaturas de 291.8 y 371.7 °C. Finalmente a la temperatura de 444.4 °C el porcentaje de pérdida de peso se mantiene aproximadamente en 20 %.

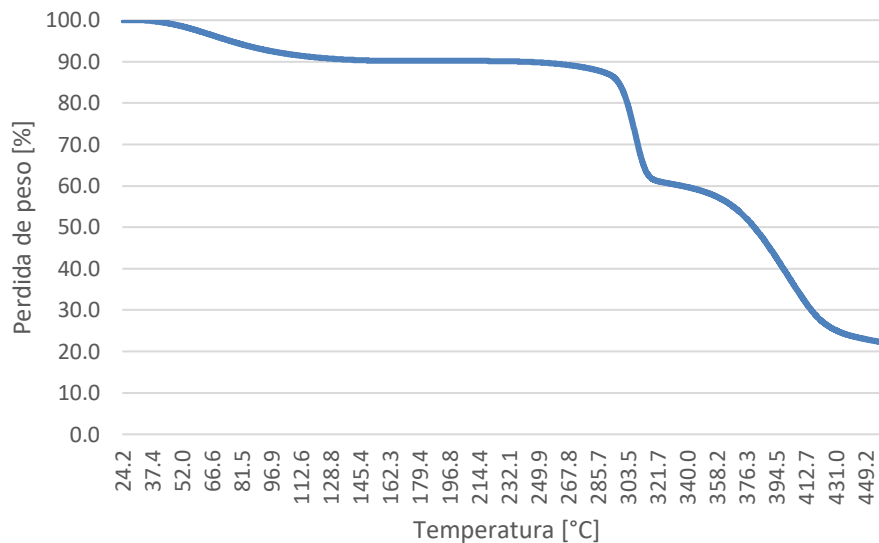


Figura 2. Curva termoanalítica del análisis TGA de la muestra PPG-0.5A-DMA-1.

OBSERVACIONES:

- Sin observaciones.



CONCLUSIONES:

La muestra PPG-0.5A-DMA-1 presenta:

- Evaporación de agua en el intervalo de 24.2 a 120.3 °C.
- Descomposición multietapas a las temperaturas de 291.8 y 371.7 °C.

ANEXOS:

No aplica.

	Universidad Nacional Autónoma de México		Informe de resultados experimentales	
	Facultad de Química			
	Departamento de Ingeniería Química			
	Unidad de Servicios para la Industria Petrolera			
Título	Análisis calorimétrico diferencial de barrido (DSC) de la muestra PPG-0.5A			
Participante(s)	Rogelio Quiñones Martínez / Luis Ruben Cruces Lira	Nombre del archivo	FT004_ S119-80-11E	
Personal que recibe los resultados	Luis Antonio Cervantes Montejano	Clave del proyecto/prueba	PR	
Solicitud interna	S119-80-11E	Fecha de análisis	2023/06/13	
Fecha de entrega	2023/06/15	Versión del informe	001	
Vo. Bo. Coordinador del área	Rogelio Quiñones Martínez	Vo. Bo. Jefe de la USIP	Simón López Ramírez	

OBJETIVO:

Realizar el análisis calorimétrico diferencial de barrido (DSC) de la muestra sólida de gel PPG-0.5A con una rampa de calentamiento de 30 a 500 °C en una atmosfera de N₂.

DESARROLLO:

En la tabla 1 se presenta la muestra analizada en el análisis DSC.

Tabla 1. Muestra utilizada en el análisis.

ID USIP	Descripción de la muestra
NA	PPG-0.5A

NA: No aplica

Para el desarrollo de esta actividad se utilizó el producto químico presentado en la tabla 2.

Tabla 2. Productos químicos utilizados.

ID USIP	Nombre	Pureza
Q918-2	Nitrógeno	4.8 línea especial

La metodología técnica utilizada en el desarrollo de esta actividad se muestra en la tabla 3.

Tabla 3. Metodología técnica utilizada.

ID USIP	Nombre del documento	Normatividad
MT008	Análisis de calorimetría diferencial de barrido	NA

NA: No aplica. Metodología desarrollada en la USIP.

En la tabla 4 se muestran los equipos utilizados en el desarrollo experimental.

Tabla 4. Equipos utilizados.

ID USIP	Nombre
E012	Sistema de análisis térmico HP DSC1
E038	Ultra micro balanza de precisión

En la tabla 5 se muestran los instrumentos utilizados en el desarrollo de esta actividad.

Tabla 5. Instrumentos utilizados.

ID USIP	Nombre
I078	Recirculador

Los materiales utilizados para el desarrollo de esta actividad se presentan en la en la tabla 6.

Tabla 6. Materiales utilizados.

Cantidad	Nombre	Especificaciones
1	Pinzas de disección	1.5 mL
1	Crisol de aluminio	40 µL

En la tabla 7 se muestran los estándares utilizados para esta actividad.

Tabla 7. Estándares utilizados.

Cantidad	Nombre	Fecha de medición
No aplica		

Desarrollo experimental:

A continuación, se describe el desarrollo experimental de la metodología técnica MT008_ Análisis de calorimetría diferencial de barrido.

Etapas 1. Acondicionamiento del equipo.

- Poner en marcha los servicios auxiliares del equipo (nitrógeno y recirculador).
- Encender el equipo y esperar hasta que se estabilice.
- Encender CPU del equipo y abrir el software.

- Seleccionar el método de acuerdo con la rampa de calentamiento necesaria para el análisis.

Etapa 2. Análisis calorimétrico diferencial de barrido.

- Pesar en la ultra micro balanza 4.0 mg de muestra en un crisol de aluminio.
- Colocar el crisol del equipo y sellar el equipo.
- En el software, introducir la masa pesada en la micro ultra balanza.
- Iniciar la secuencia de medición en el equipo.

Etapa 3. Análisis de resultados.

- Identificar si existe transiciones endotérmicas y exotérmicas en la muestra.

En la figura 1 se presenta el diagrama de flujo de las actividades realizadas durante el desarrollo experimental.

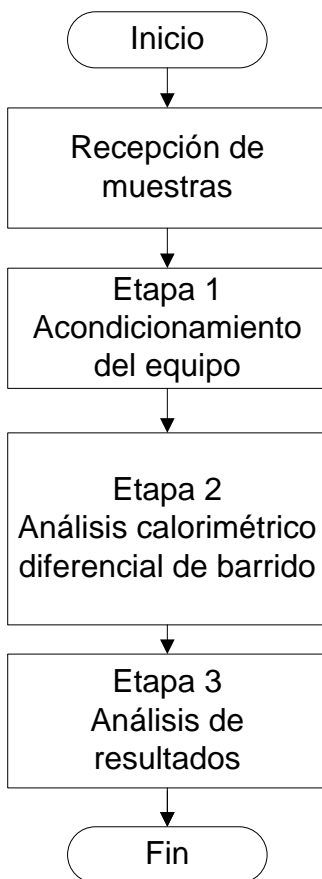


Figura 1. Diagrama de flujo de las actividades experimentales.

RESULTADOS:

La curva termoanalítica del análisis DSC de la muestra PPG-0.5A, en una rampa de temperatura de 30 a 500 °C con un gradiente de 10 °C/ min en una atmosfera de N₂, presenta un comportamiento endotérmico a la temperatura de 317.4 °C, asociado a una transición vitria de la fracción amorfa.

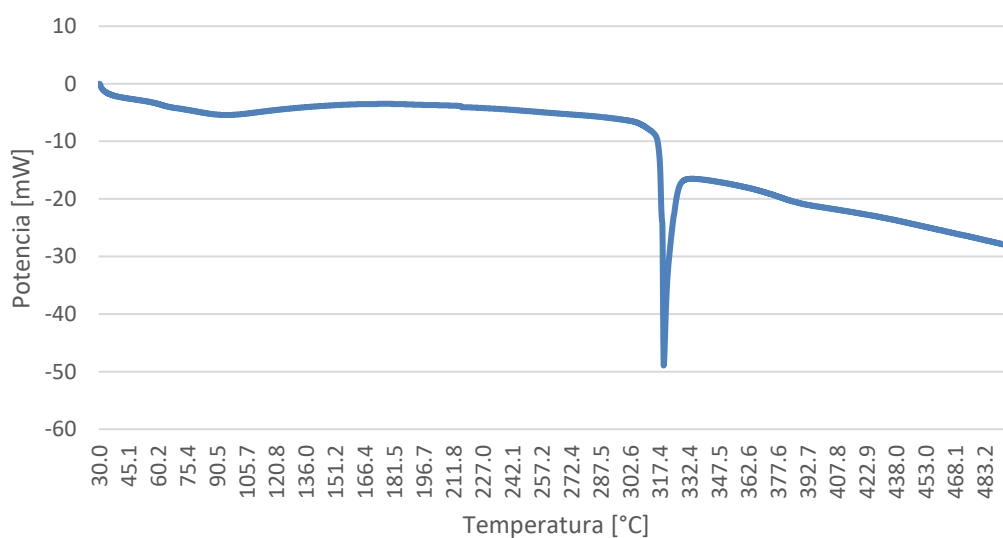


Figura 2. Curva termoanalítica del análisis DSC de la muestra PPG-0.5A.

OBSERVACIONES:

- Sin observaciones.



CONCLUSIONES:

La muestra PPG-0.5A presenta:

- Una transición vitria de la fracción amorfa a la temperatura de 317.4 °C.

ANEXOS:

No aplica.

	Universidad Nacional Autónoma de México		Informe de resultados experimentales	
	Facultad de Química			
	Departamento de Ingeniería Química			
	Unidad de Servicios para la Industria Petrolera			
Título	Análisis calorimétrico diferencial de barrido (DSC) de la muestra PPG-05A-DMA-1			
Participante(s)	Rogelio Quiñones Martínez / Luis Ruben Cruces Lira	Nombre del archivo	FT004_ S119-81-11E	
Personal que recibe los resultados	Luis Antonio Cervantes Montejano	Clave del proyecto/prueba	PR	
Solicitud interna	S119-81-11E	Fecha de análisis	2023/04/14	
Fecha de entrega	2023/04/27	Versión del informe	001	
Vo. Bo. Coordinador del área	Rogelio Quiñones Martínez	Vo. Bo. Jefe de la USIP	Simón López Ramírez	

OBJETIVO:

Realizar el análisis calorimétrico diferencial de barrido (DSC) de la muestra sólida de gel PPG-0.5A-DMA-1 con una rampa de calentamiento de 30 a 500 °C en una atmosfera de N₂.

DESARROLLO:

En la tabla 1 se presenta la muestra analizada en el análisis DSC.

Tabla 1. Muestra utilizada en el análisis.

ID USIP	Descripción de la muestra
NA	PPG-0.5A-DMA-1

NA: No aplica

Para el desarrollo de esta actividad se utilizó el producto químico presentado en la tabla 2.

Tabla 2. Productos químicos utilizados.

ID USIP	Nombre	Pureza
Q918-2	Nitrógeno	4.8 línea especial

La metodología técnica utilizada en el desarrollo de esta actividad se muestra en la tabla 3.

Tabla 3. Metodología técnica utilizada.

ID USIP	Nombre del documento	Normatividad
MT008	Análisis de calorimetría diferencial de barrido	NA

NA: No aplica. Metodología desarrollada en la USIP.

En la tabla 4 se muestran los equipos utilizados en el desarrollo experimental.

Tabla 4. Equipos utilizados.

ID USIP	Nombre
E012	Sistema de análisis térmico HP DSC1
E038	Ultra micro balanza de precisión

En la tabla 5 se muestran los instrumentos utilizados en el desarrollo de esta actividad.

Tabla 5. Instrumentos utilizados.

ID USIP	Nombre
I078	Recirculador

Los materiales utilizados para el desarrollo de esta actividad se presentan en la en la tabla 6.

Tabla 6. Materiales utilizados.

Cantidad	Nombre	Especificaciones
1	Pinzas de disección	1.5 mL
1	Crisol de aluminio	40 μ L

En la tabla 7 se muestran los estándares utilizados para esta actividad.

Tabla 7. Estándares utilizados.

Cantidad	Nombre	Fecha de medición
No aplica		

Desarrollo experimental:

A continuación, se describe el desarrollo experimental de la metodología técnica MT008_ Análisis de calorimetría diferencial de barrido.

Etapas 1. Acondicionamiento del equipo.

- Poner en marcha los servicios auxiliares del equipo (nitrógeno y recirculador).
- Encender el equipo y esperar hasta que se estabilice.
- Encender CPU del equipo y abrir el software.
- Seleccionar el método de acuerdo con la rampa de calentamiento necesaria para el análisis.

Etapa 2. Análisis calorimétrico diferencial de barrido.

- Pesar en la ultra micro balanza 4.0 mg de muestra en un crisol de aluminio.
- Colocar el crisol del equipo y sellar el equipo.
- En el software, introducir la masa pesada en la micro ultra balanza.
- Iniciar la secuencia de medición en el equipo.

Etapa 3. Análisis de resultados.

- Identificar si existe transiciones endotérmicas y exotérmicas en la muestra.

En la figura 1 se presenta el diagrama de flujo de las actividades realizadas durante el desarrollo experimental.

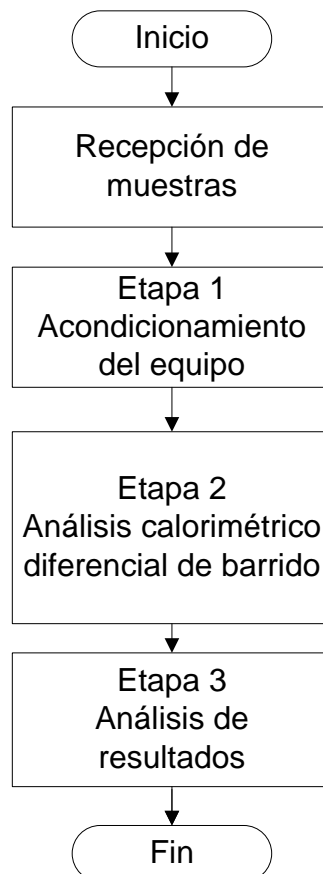


Figura 1. Diagrama de flujo de las actividades experimentales.

RESULTADOS:

La curva termoanalítica del análisis DSC de la muestra PPG-0.5A-DMA-1, en una rampa de temperatura de 30 a 500 °C con un gradiente de 10 °C/ min en una atmosfera de N₂, presenta un comportamiento endotérmico a la temperatura de 331.5 °C y un comportamiento exotérmico a la temperatura de 432.3 °C, sugiriendo un punto de fusión y de cristalización a las temperaturas de 331.5 °C y 432.3 °C respectivamente.

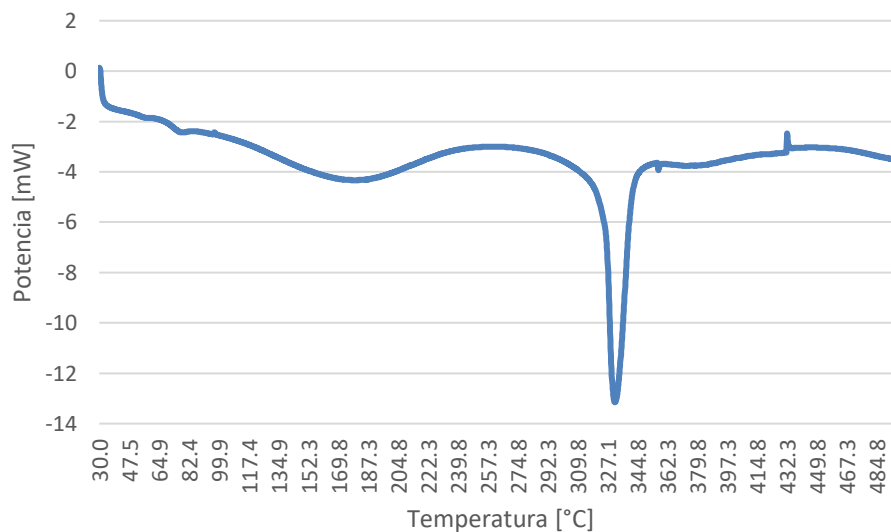


Figura 2. Curva termoanalítica del análisis DSC de la muestra PPG-0.5A-DMA-1.

OBSERVACIONES:

- Sin observaciones.



CONCLUSIONES:

La muestra PPG-0.5A-DMA-1 presenta:

- Un punto de fusión a la temperatura de 331.5 °C.
- Un punto de cristalización a la temperatura de 432.3 °C.

ANEXOS:

No aplica.

	Universidad Nacional Autónoma de México		Informe de resultados experimentales	
	Facultad de Química			
	Departamento de Ingeniería Química			
	Unidad de Servicios para la Industria Petrolera			
Título	Caracterización espectroscópica de la muestra PPG-0.5A-DMA-1 mediante FTIR-ATR			
Participante(s)	Carlos Alberto Jiménez García Karen Monserrat Ruiz Perez	Nombre del archivo	FT004_S119-81-11D_V01	
Personal que recibe los resultados	Luis Antonio Cervantes Montejano	Clave del proyecto/prueba	0185183	
Solicitud interna	S119-81-11D	Fecha de análisis	06/06/2023	
Fecha de entrega	13/07/2023	Versión del informe	01	
Vo. Bo. Coordinador del área	Margarita Romero Ávila	Vo. Bo. Jefe de la USIP	Simón López Ramírez	

OBJETIVO:

Realizar la caracterización espectroscópica mediante FTIR-ATR, de la muestra de PPG-0.5A-DMA-1.

DESARROLLO:

En la tabla 1 se presenta la muestra para su caracterización espectroscópica.

Tabla 1. Muestra utilizada.

ID USIP	Descripción de la muestra
NA	PPG-0.5A-DMA-1

NA: No aplica

En la tabla 2 se presenta el producto químico utilizado durante el desarrollo de esta actividad.

Tabla 2. Productos químicos utilizados.

ID USIP	Nombre	Pureza
No aplica		

Las metodologías técnicas utilizadas, así como su identificación interna y su normatividad asociada se enlista en la tabla 3.

Tabla 3. Metodología técnica utilizada.

ID USIP	Nombre	Normatividad
MT099	Obtención de espectros FTIR utilizando la técnica de reflectancia total atenuada (ATR)	NA

NA: No aplica

En la tabla 4 se muestran los equipos utilizados en el desarrollo experimental.

	Universidad Nacional Autónoma de México	Informe de resultados experimentales	
	Facultad de Química		
	Departamento de Ingeniería Química		
	Unidad de Servicios para la Industria Petrolera		

Tabla 4. Equipos utilizados.

ID USIP	Nombre
E041	Espectrómetro de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR)

Para el desarrollo de esta actividad no se utilizaron instrumentos.

Tabla 5. Instrumentos utilizados.

ID USIP	Nombre
No aplica	

Los materiales utilizados para el desarrollo de esta actividad se presentan en la en la tabla 6.

Tabla 6. Materiales utilizados.

Cantidad	Nombre	Especificaciones
1	Espátula de acero inoxidable	NA

NA: No aplica

No se emplearon estándares en el desarrollo de la actividad.

Tabla 7. Estándares utilizados.

Cantidad	Nombre	Fecha de medición
No aplica		

A continuación, se describe el desarrollo experimental:

Desarrollo experimental:

Etapa 1. Análisis de la muestra.

- Adquirir el espectro FTIR de la muestra.

Etapa 2. Caracterización espectroscópica.

- Procesar el archivo .csv.
- Caracterizar e interpretar el espectro.

A continuación, en la figura 1 se describe el desarrollo experimental.

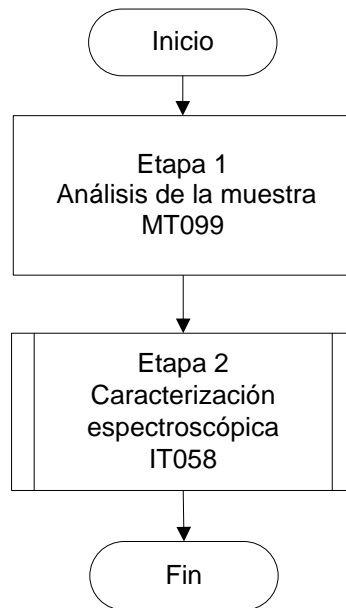


Figura 1. Diagrama de flujo de la caracterización.

RESULTADOS:

La muestra PPG-0.5A-DMA-1se recibió como sólidos con tamaño de partícula homogénea, y fue caracterizada mediante FTIR-ATR.

En el espectro de FTIR, figura 2, se observaron varias bandas asociadas a diferentes grupos funcionales, mismas que se describen en la tabla 9. Cabe mencionar que se identificaron señales que corresponden con bandas características del grupo vinilo ($R-C=CH_2$).

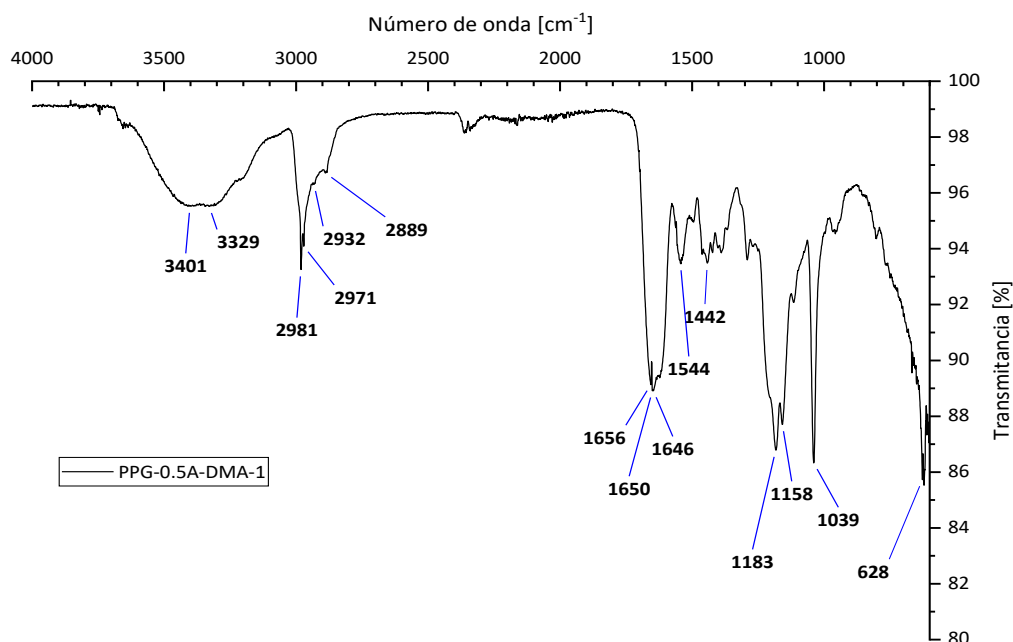


Figura 2. Espectro de FT-IR del producto PPG-0.5A-DMA-1, adquirido por el método de reflectancia total atenuada.

Tabla 9. Bandas asociadas a los grupos de la muestra M0966-1FI.3xX.ⁱ

Grupo funcional	Q813-21 Numero de onda [cm ⁻¹]	Observaciones
-NH/-NH ₂	3401, 3329, 628	
C-H (R-CH=CH ₂)	1656, 1442	Hidrógenos de Vinilo
-CH ₂ , -CH ₃	2932, 2889	
-CO-N-(R) ₂	1650	Carbonilo de amida
-NH-	1544	
R-CH=CH ₂	1656, 1442	Vinilo
-S=O	1039	

CONCLUSIONES:

El producto PPG-0.5A-DMA-1 fue caracterizado mediante FTIR, entre las principales bandas asociadas tanto al polímero como a los monómeros son las generadas por los carbonilos de los monómeros -CO-N-(R)₂, así como la presencia de una banda característica del grupo SO₃. Además, se observó la presencia de bandas características a R-CH=CH₂ lo que sugiere presencia de monómero residual.

	Universidad Nacional Autónoma de México	Informe de resultados experimentales	
	Facultad de Química		
	Departamento de Ingeniería Química		
	Unidad de Servicios para la Industria Petrolera		



Conclusiones integrales

Las vibraciones características de los grupos funcionales metilo, carbonilo, vinílicos del DMA están en las mismas regiones que los grupos funcionales que presentan la acrilamida, vinil pirrolidona y AMPSNa. Por lo anterior y utilizando esta técnica analítica no es posible confirmar que el PPG-0.5A-DMA 1 contenga el monómero DMA en su estructura molecular. Sin embargo, en el espectro del PPG-0.5A-DMA1, se observa una mayor cantidad de vibraciones correspondientes a enlaces C-H en la banda de 2971 a 2889 cm^{-1} y más bandas correspondientes a las vibraciones C=O en 1650 a 1646 cm^{-1} .

ANEXOS:

Anexo A: Bibliografía

ⁱ Nakanishi K., *Infrared absorption spectroscopy practical*, Tokio, Japón., Nankodo Company Limited, (1969).

	Universidad Nacional Autónoma de México		Informe de resultados experimentales	
	Facultad de Química			
	Departamento de Ingeniería Química			
	Unidad de Servicios para la Industria Petrolera			
Título	Análisis elemental del gel PPG-0.5A-24mon			
Participante(s)	Roberto Carlos Cañas Alonso Karen Montserrat Ruíz Pérez	Nombre del archivo	FT004_S119-80-11C_V01	
Personal que recibe los resultados	Simón López Ramírez	Clave del proyecto/prueba	0185183	
Solicitud interna	S119-80-11C	Fecha de análisis	20/06/2023	
Fecha de entrega	23/06/2023	Versión del informe	V01	
Vo. Bo. Coordinador del área	Margarita Romero Ávila	Vo. Bo. Jefe de la USIP	Simón López Ramírez	

OBJETIVO:

Determinar el porcentaje de carbono, hidrógeno, nitrógeno, azufre y oxígeno de la muestra PPG-0.5A-24mon a través del análisis elemental por combustión/pirólisis.

DESARROLLO:

En la tabla 1 se presenta la muestra recibida por el laboratorio de cromatografía para la determinación del porcentaje de CHNS-O.

Tabla 1. Muestra analizada.

ID USIP	Descripción de la muestra
NA	PPG-0.5A-24mon

NA: No Aplica

En la tabla 2 se presentan los productos químicos utilizados durante el desarrollo de esta actividad.

Tabla 2. Productos químicos utilizados.

ID USIP	Nombre	Pureza
	No aplica	

La metodología técnica utilizada, así como su identificación interna y su normatividad asociada se enlista en la tabla 3.

Tabla 3. Metodología técnica utilizada.

ID USIP	Nombre del documento	Normatividad
MT041	Método general para la realización de análisis elemental por combustión / pirólisis en muestras orgánicas	NA

NA: No aplica. Metodología desarrollada en la USIP.

En la tabla 4 se muestran los equipos utilizados en el desarrollo experimental.

Tabla 4. Equipos utilizados.

ID USIP	Nombre
E047	Analizador Elemental para la determinación de carbono, hidrógeno, oxígeno, nitrógeno y azufre
E122	Ultramicrobalanza, max= 6.1 g y, d= 1µg

En la tabla 5 se muestran los instrumentos utilizados.

Tabla 5. Instrumentos utilizados.

ID USIP	Nombre
	No aplica

Los materiales utilizados para el desarrollo de esta actividad se presentan en la en la tabla 6.

Tabla 6. Materiales utilizados.

Cantidad	Nombre	Especificaciones
1	Espátula pequeña para muestras sólidas y viscosas	19 cm
8	Pozos estaño	157 µL
8	Pocillos de plata	75 µL
2	Pinzas de precisión	11.5 mm
8	Tubos Eppendorf	2 mL

En la tabla 7 se muestran los estándares utilizados en este análisis.

Tabla 7. Estándares utilizados.

ID USIP	Descripción	Fecha de medición
EC064	Pentóxido de Vanadio	18/06/2023
EC067	Metionina	18/06/2023
EC068	Sulfanilamida	18/06/2023
EC161	Acetanilida	13/06/2023

A continuación, se describe de manera general el desarrollo experimental para la determinación de hidrógeno, carbón, nitrógeno y oxígeno de acuerdo con la metodología desarrollada.

	Universidad Nacional Autónoma de México	Informe de resultados experimentales	
	Facultad de Química		
	Departamento de Ingeniería Química		
	Unidad de Servicios para la Industria Petrolera		

Etapas 1. Verificación del cumplimiento de requisitos de la muestra para ser susceptible a análisis.

- Verificar que la muestra se encuentre rotulada y que la información escrita en ella sea legible.
- Verificar que la cantidad de muestra sea de al menos 6 mg (sólido o líquido).
- Verificar que la muestra sea homogénea.
- Si procede, verificar que las condiciones de almacenamiento o manejo indicadas por el cliente se hayan cumplido.
- Verificar que la muestra, de acuerdo con la cadena de custodia, no haya sido comprometida.

Etapas 2. Adecuabilidad del equipo.

- Verificar que las condiciones de análisis en el instrumento sean las adecuadas para cada reactor, siendo crítico la temperatura del reactor para la determinación de CHNS (950 °C) y oxígeno (1060 °C, pirólisis).

Etapas 3. Análisis de las muestras.

- Realizar la curva de calibración para la medición de CHNS, pesando de 2 a 3 mg del estándar, utilizando pocillos de estaño y en presencia de pentóxido de vanadio.
- Realizar el análisis de las muestras problemas en las mismas condiciones que las sustancias calibradoras en el proceso de medición de CHNS.
- Realizar la curva de calibración para la medición de oxígeno en condiciones de pirólisis utilizando pocillos de plata.
- Realizar el análisis de las muestras problemas en las mismas condiciones que las sustancias calibradoras en la medición de oxígeno.

En la figura 1 se presenta el diagrama de flujo de las actividades realizadas durante el desarrollo experimental.

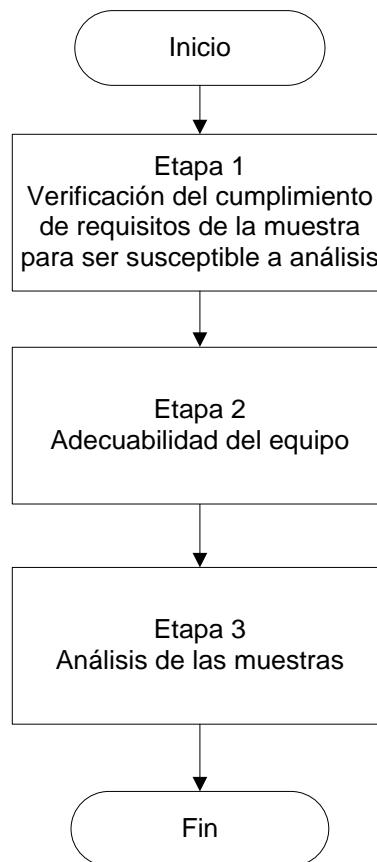


Figura 1. Diagrama de flujo de las actividades experimentales.

RESULTADOS:

Etapa 1. Verificación del cumplimiento de requisitos de la muestra para ser susceptible a análisis.

La muestra cumplió con los criterios de identificación y cantidad necesaria para el análisis. La muestra no posee un ID USIP oficial y no hay información sobre la cadena de custodia, por lo que no se puede concluir si dicha cadena estuvo comprometida. A pesar de esta última acotación, se realizó el análisis.

Etapa 3. Análisis de las muestras

El análisis fue realizado por duplicado. Los resultados del análisis elemental de la muestra y la probable fórmula molecular empírica se indican en la tabla 8.

Tabla 8. Resultado del análisis elemental y formula molecular empírica más probable de la muestra PPG-0.5A-24mon.

Sample name	Nitrogen [%]	Carbon [%]	Hydrogen [%]	Sulphur [%]	Oxygen [%]	Suma CHNS-O [%]
PPG-0.5A-24mon (A)	9.9	39.7	6.2	6.8	25.7	88.3
PPG-0.5A-24mon (B)	9.3	38.4	6.0	6.5	25.4	85.6
Promedio	9.6	39.0	6.1	6.6	25.6	86.9
DE	0.460	0.949	0.107	0.232	0.183	1.930
%CV	4.8	2.4	1.8	3.5	0.7	2.2
Normalización	11.1	44.9	7.0	7.6	29.4	100.0
Formula molecular empírica	$C_{48}H_{88}N_{10}S_3O_{23}$					

DE: Desviación estándar.

%CV: Porcentaje del coeficiente de variación.

OBSERVACIONES:

- La determinación del análisis elemental para determinar CHNS fue realizada el día 18 de junio de 2023 y la cuantificación de oxígeno se realizó el 13 de junio de 2023. En los días del 19 al 21 de junio se analizaron los datos analíticos y se realizó el informe.
- La fórmula empírica fue calculada a través del software del instrumento y se enuncia la formula empírica más probable de acuerdo con el porcentaje de CHNS-O encontrado experimentalmente.
- De acuerdo con el documento "PG005_Guía de llenado del formato FT004_Informe de resultados experimentales", en la tabla 1 se debió colocar el ID USIP y en la parte de "Descripción de la muestra" lo indicado en la cadena de custodia, sin embargo, el producto analizado no tiene un ID oficial y carece de dicha cadena, por lo que siguiendo lo indicado por la Ing. Griselda Martínez, se colocó en la parte del ID las siglas NA y en la columna de descripción el nombre de la muestra. Con base en lo anterior se establece una desviación al PG005.
- Folio de cromatografía: S119-80-11C-RA047-001.
- Lote de muestras de análisis de cromatografía: NA.



CONCLUSIONES:

Se realizó al análisis elemental de la muestra PPG-0.5A-30mon.

	Universidad Nacional Autónoma de México	Informe de resultados experimentales	
	Facultad de Química		
	Departamento de Ingeniería Química		
	Unidad de Servicios para la Industria Petrolera		

ANEXOS:

No aplica.

	Universidad Nacional Autónoma de México		Informe de resultados experimentales	
	Facultad de Química			
	Departamento de Ingeniería Química			
	Unidad de Servicios para la Industria Petrolera			
Título	Análisis elemental del gel PPG-0.5A-DMA-1			
Participante(s)	Roberto Carlos Cañas Alonso Karen Montserrat Ruíz Pérez	Nombre del archivo	FT004_S119-81-11C_V01	
Personal que recibe los resultados	Simón López Ramírez	Clave del proyecto/prueba	0185183	
Solicitud interna	S119-81-11C	Fecha de análisis	20/06/2023	
Fecha de entrega	23/06/2023	Versión del informe	V01	
Vo. Bo. Coordinador del área	Margarita Romero Ávila	Vo. Bo. Jefe de la USIP	Simón López Ramírez	

OBJETIVO:

Determinar el porcentaje de carbono, hidrógeno, nitrógeno, azufre y oxígeno de la muestra PPG-0.5A-DMA-1 a través del análisis elemental por combustión/pirólisis.

DESARROLLO:

En la tabla 1 se presenta la muestra recibida por el laboratorio de cromatografía para la determinación del porcentaje de CHNS-O.

Tabla 1. Muestra analizada.

ID USIP	Descripción de la muestra
NA	PPG-0.5A-DMA-1

NA: No Aplica

En la tabla 2 se presentan los productos químicos utilizados durante el desarrollo de esta actividad.

Tabla 2. Productos químicos utilizados.

ID USIP	Nombre	Pureza
	No aplica	

La metodología técnica utilizada, así como su identificación interna y su normatividad asociada se enlista en la tabla 3.

Tabla 3. Metodología técnica utilizada.

ID USIP	Nombre del documento	Normatividad
MT041	Método general para la realización de análisis elemental por combustión / pirólisis en muestras orgánicas	NA

NA: No aplica. Metodología desarrollada en la USIP.

En la tabla 4 se muestran los equipos utilizados en el desarrollo experimental.

Tabla 4. Equipos utilizados.

ID USIP	Nombre
E047	Analizador Elemental para la determinación de carbono, hidrógeno, oxígeno, nitrógeno y azufre
E122	Ultramicrobalanza, max= 6.1 g y, d= 1µg

En la tabla 5 se muestran los instrumentos utilizados.

Tabla 5. Instrumentos utilizados.

ID USIP	Nombre
	No aplica

Los materiales utilizados para el desarrollo de esta actividad se presentan en la en la tabla 6.

Tabla 6. Materiales utilizados.

Cantidad	Nombre	Especificaciones
1	Espátula pequeña para muestras sólidas y viscosas	19 cm
8	Pozos estaño	157 µL
8	Pocillos de plata	75 µL
2	Pinzas de precisión	11.5 mm
8	Tubos Eppendorf	2 mL

En la tabla 7 se muestran los estándares utilizados en este análisis.

Tabla 7. Estándares utilizados.

ID USIP	Descripción	Fecha de medición
EC064	Pentóxido de Vanadio	18/06/2023
EC067	Metionina	18/06/2023
EC068	Sulfanilamida	18/06/2023
EC161	Acetanilida	13/06/2023

A continuación, se describe de manera general el desarrollo experimental para la determinación de hidrógeno, carbón, nitrógeno y oxígeno de acuerdo con la metodología desarrollada.

	Universidad Nacional Autónoma de México	Informe de resultados experimentales	
	Facultad de Química		
	Departamento de Ingeniería Química		
	Unidad de Servicios para la Industria Petrolera		

Etapa 1. Verificación del cumplimiento de requisitos de la muestra para ser susceptible a análisis.

- Verificar que la muestra se encuentre rotulada y que la información escrita en ella sea legible.
- Verificar que la cantidad de muestra sea de al menos 6 mg (sólido o líquido).
- Verificar que la muestra sea homogénea.
- Si procede, verificar que las condiciones de almacenamiento o manejo indicadas por el cliente se hayan cumplido.
- Verificar que la muestra no haya sido comprometida de acuerdo con la cadena de custodia.

Etapa 2. Adecuabilidad del equipo.

- Verificar que las condiciones de análisis en el instrumento sean las adecuadas para cada reactor, siendo crítico la temperatura del reactor para la determinación de CHNS (950 °C) y oxígeno (1060 °C, pirólisis).

Etapa 3. Análisis de las muestras.

- Realizar la curva de calibración para la medición de CHNS, pesando de 2 a 3 mg del estándar, utilizando pocillos de estaño y en presencia de pentóxido de vanadio.
- Realizar el análisis de las muestras problemas en las mismas condiciones que las sustancias calibradoras en el proceso de medición de CHNS.
- Realizar la curva de calibración para la medición de oxígeno en condiciones de pirolisis utilizando pocillos de plata.
- Realizar el análisis de las muestras problemas en las mismas condiciones que las sustancias calibradoras en la medición de oxígeno.

En la figura 1 se presenta el diagrama de flujo de las actividades realizadas durante el desarrollo experimental.

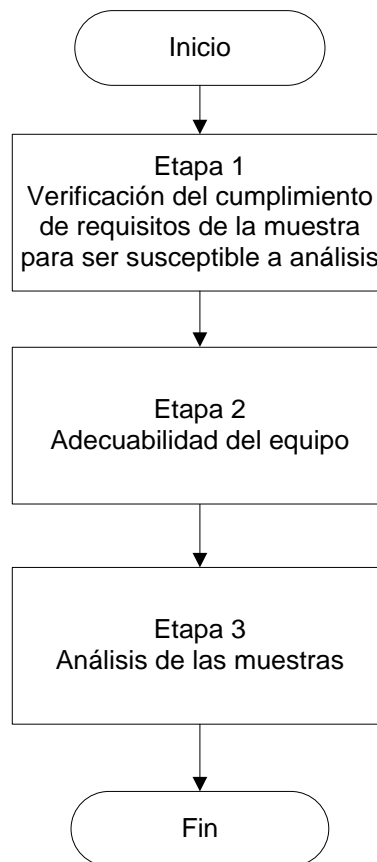


Figura 1. Diagrama de flujo de las actividades experimentales.

RESULTADOS:

Etapa 1. Verificación del cumplimiento de requisitos de la muestra para ser susceptible a análisis.

La muestra cumplió con los criterios de identificación y cantidad necesaria para el análisis. La muestra no posee un ID USIP oficial y no hay información sobre la cadena de custodia, por lo que no se puede concluir si dicha cadena estuvo comprometida. A pesar de esta última acotación, se realizó el análisis.

Etapa 3. Análisis de las muestras

El análisis fue realizado por duplicado. Los resultados del análisis elemental de la muestra y la probable fórmula molecular empírica se indican en la tabla 8.

Tabla 8. Resultado del análisis elemental y fórmula molecular empírica más probable de la muestra PPG-0.5A-DMA-1.

Sample name	Nitrogen [%]	Carbon [%]	Hydrogen [%]	Sulphur [%]	Oxygen [%]	Suma CHNS-O [%]
PPG-0.5A-DMA-1 (A)	10.4	41.4	6.5	5.2	23.7	87.1
PPG-0.5A-DMA-1 (B)	11.0	42.0	6.6	5.2	24.6	89.4
Promedio	10.7	41.7	6.5	5.2	24.1	88.3
DE	0.451	0.486	0.066	0.026	0.596	1.625
%CV	4.2	1.2	1.0	0.5	2.5	1.8
Normalización						
	12.1	47.2	7.4	5.9	27.3	100.0
Fórmula molecular empírica	$C_{60}H_{111}N_{13}S_{13}O_6$					

DE: Desviación estándar.

%CV: Porcentaje del coeficiente de variación.

OBSERVACIONES:

- La determinación del análisis elemental para determinar CHNS fue realizada el día 18 de junio de 2023 y la cuantificación de oxígeno se realizó el 13 de junio de 2023. En los días del 19 al 21 de junio se analizaron los datos analíticos y se realizó el informe.
- La fórmula empírica fue calculada a través del software del instrumento y se enuncia la fórmula empírica más probable de acuerdo con el porcentaje de CHNS-O encontrado experimentalmente.
- De acuerdo con el documento "PG005_Guía de llenado del formato FT004_Informe de resultados experimentales", en la tabla 1 se debió colocar el ID USIP y en la parte de "Descripción de la muestra" lo indicado en la cadena de custodia, sin embargo, el producto analizado no tiene un ID oficial y carece de dicha cadena, por lo que siguiendo lo indicado por la Ing. Griselda Martínez, se colocó en la parte del ID las siglas NA y en la columna de descripción el nombre de la muestra. Con base en lo anterior se establece una desviación al PG005.
- Folio de cromatografía: S119-81-11C-RA047-001.
- Lote de muestras de análisis de cromatografía: NA.

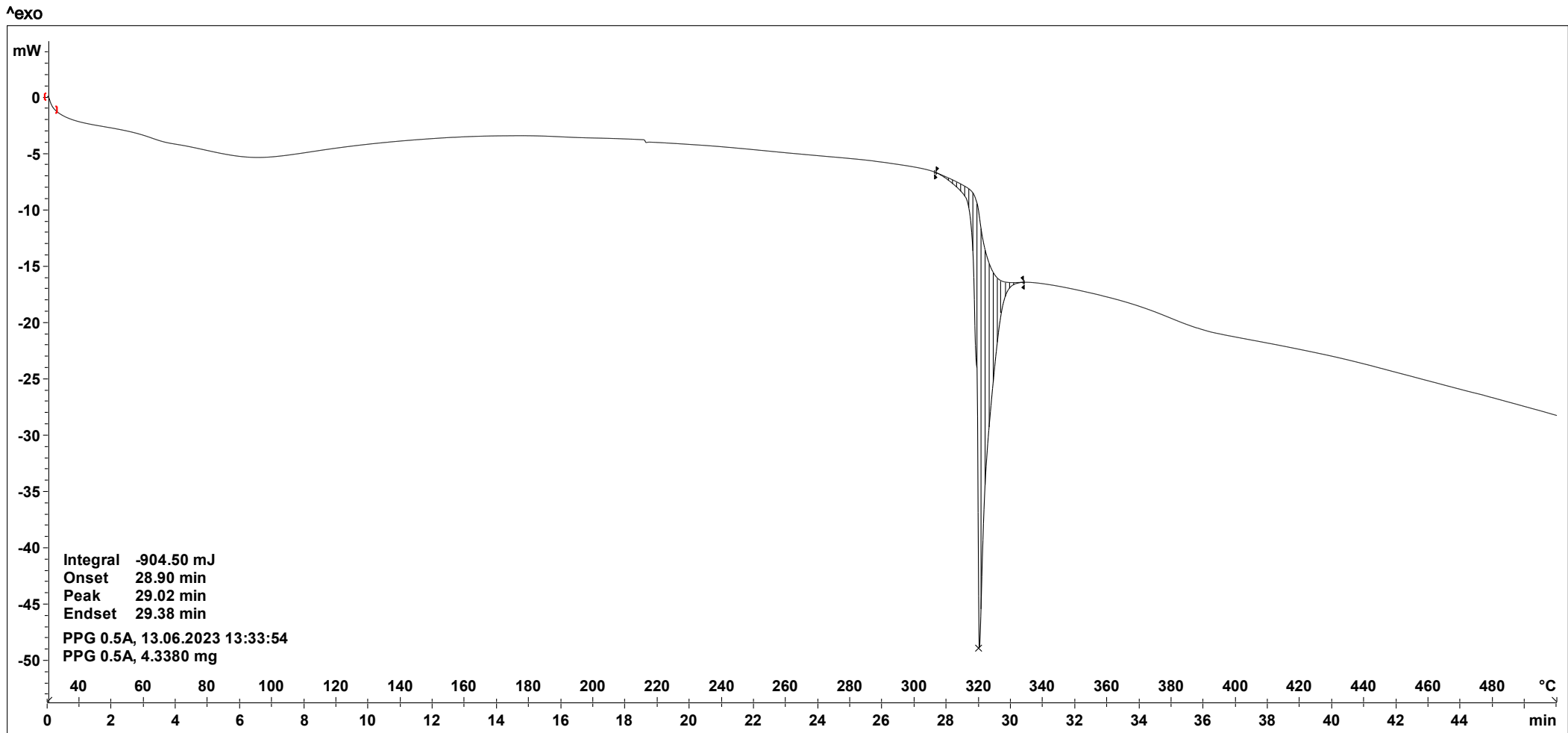
	Universidad Nacional Autónoma de México	Informe de resultados experimentales	
	Facultad de Química		
	Departamento de Ingeniería Química		
	Unidad de Servicios para la Industria Petrolera		

CONCLUSIONES:

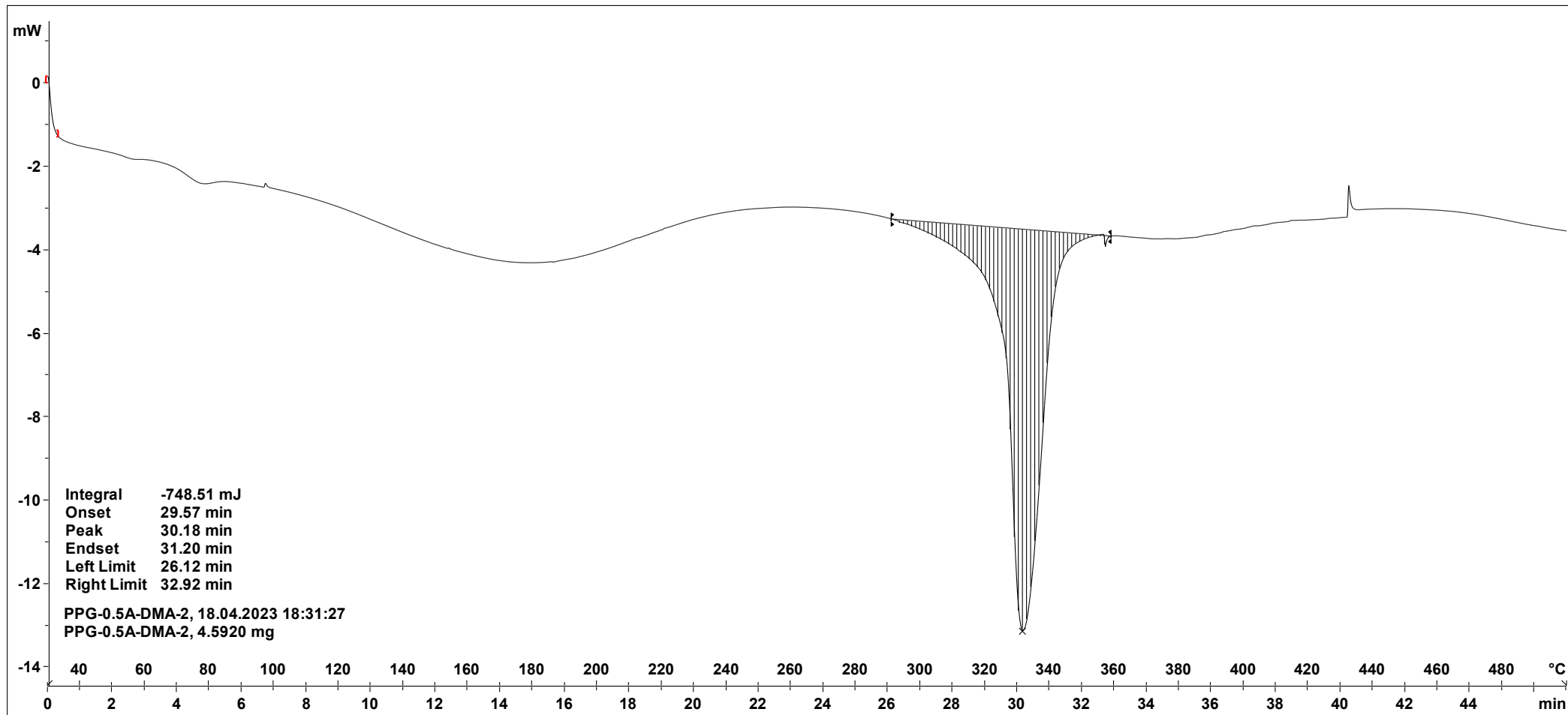
Se realizó al análisis elemental de la muestra PPG-0.5A-DMA-1.

ANEXOS:

No aplica.



^exo



Lab: METTLER

STAR® SW 16.10