

Evaluación experimental de la rigidez y estabilidad en geles formados con agentes
entrecruzadores compuestos para procesos de control de agua.

Juan José Villamizar Antolínez, Luis Fernando Parra Rolong

Trabajo de Grado para Optar el Título de Ingeniero de Petróleos

Director

Samuel Fernando Muñoz Navarro

M. Sc en Ingeniería de Hidrocarburos

Codirector

María Isabel Sandoval Martínez

M. Sc en Ingeniería de Hidrocarburos

Valeria Salgado Carabali

Ing. Química

Universidad Industrial de Santander
Facultad de Ingenierías Físicoquímicas
Escuela de Ingeniería de Petróleos
Bucaramanga

2025

Dedicatoria Luis Fernando

Me siento plenamente feliz por el proceso recorrido, en mi vida he sido testigo que las dificultades son el momento en donde de verdad nos conocemos y sabemos hasta donde somos capaces de llegar, enfrentando ámbitos sociales, económicos, familiares, entre otros. A su vez, soy testigo que el amor puede con todo, el amor de Dios, sobre todo.

Quisiera dedicarle mi título profesional a todas esas personas que fueron indispensables. A mis padres, gracias por darme fuerzas, por ser los motores de mi vida y la razón por la cual nunca dejaré de luchar, sus enseñanzas vivirán conmigo para siempre. La honestidad y la perseverancia de mi padre. La humildad y la dedicación de mi madre; me siento orgulloso de ustedes y siéntanse orgullosos de lo que hemos logrado juntos, “vamos pa’ lante”.

A mi tía Carolina y Petko, agradezco profundamente esta oportunidad y me comprometo a honrarla toda mi vida. A mi abuelita María, el amor que me has entregado me ha ayudado a amar lo que hago y estar tranquilo con lo que se puede o no hacer, sé que Fernando Rolong estaría orgullosa de lo entregada que has sido con tu familia.

A mis amigos, Diana Gomez, Jhon Contreras, José Quintero, gracias por su amistad y por apoyarme en los momentos en donde lo necesitaba, un plato de comida, un techo donde podía estar y risas a montón.

Mi amada Ana Isabella, no existen palabras para describir cuán importante has sido en todo, tu amor incondicional, tus consejos y tu paciencia son las cualidades que me enamoraron y mantuvieron comprometido con todo hasta el final, prometo hacer todo lo que esté en mis manos para agradecerte el tiempo vivido junto a mí a pesar de la distancia, te amo. A todas las personas que no están presentes, sé que estarían felices de mí, gracias a todos, los amo.

Dedicatoria Juan Villamizar

Este trabajo representa el resultado de años de esfuerzo, disciplina y aprendizajes que marcaron mi vida. Cada reto superado y obstáculo vencido son testimonio del compromiso que asumí conmigo mismo para alcanzar esta meta, que hoy se convierte en un logro invaluable.

Este logro también se lo debo a quienes caminaron a mi lado en diferentes momentos. A mis amigos María Paulina, Laura Rivera y Henry Contreras, por su apoyo y compañía constante; a mis abuelos, cuyo ejemplo y cariño han sido guía invaluable; y a mi padre, que con su respaldo permanente me enseñó el valor de la disciplina. Agradezco profundamente a Isabella Contreras y a su familia, quienes se convirtieron en un soporte fundamental durante mi formación, acompañándome con cercanía, amor y confianza.

Con especial afecto reconozco a mi tía María Constanza, quien fue como una segunda madre que con su cuidado, consejos y entrega siempre estuvo presente en mi vida, brindándome apoyo incondicional.

A mi madre, pilar esencial y motor de todo lo que soy, cuyo amor, sacrificio y fortaleza han sido la base de cada uno de mis pasos y la mayor inspiración de mi vida. Por último, a la memoria de mi abuelo Juan Francisco Antolínez, cuyo cariño y recuerdos siguen acompañándome como guía, dedico con gratitud y profundo cariño cada página de este logro.

Agradecimientos

Los autores desean expresar sus agradecimientos a:

La Universidad Industrial de Santander y a la Escuela de Ingeniería de Petróleos por todas las experiencias recolectadas a lo largo de su vida académica.

A Minciencias y a la Agencia Nacional de Hidrocarburos (ANH), cuyo respaldo institucional ha contribuido de manera significativa al desarrollo académico y científico que se refleja en esta investigación.

A los grupos de Investigación GRM, FIRST, GIC, por el apoyo incondicional en el desarrollo de la investigación y a todas las personas que de alguna manera colaboraron en nuestro trabajo de grado.

En especial, a los docentes: Samuel Fernando Muñoz Navarro, María Isabel Sandoval Martínez y Valeria Salgado Carabali por sus asesorías y recomendaciones constantes para un progreso de calidad durante la investigación.

Tabla de Contenido

| | Pág. |
|---|-------------|
| INTRODUCCIÓN..... | 14 |
| 1. OBJETIVOS | 16 |
| 1.1 Objetivo General..... | 16 |
| 1.2 Objetivos Específicos..... | 16 |
| 2. MARCO TEÓRICO | 17 |
| 2.1 Control de Producción de Agua (Water Shut Off - WSO) | 17 |
| 2.1.1 Métodos de control de agua | 17 |
| 2.1.2 Métodos mecánicos..... | 18 |
| 2.1.3 Métodos químicos..... | 19 |
| 2.2 Geles Poliméricos | 20 |
| 2.2.1 Entrecruzador | 21 |
| 2.2.2 Propiedades mecánicas del gel..... | 22 |
| 2.3 Reología de geles poliméricos..... | 23 |
| 3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL | 25 |
| 3.1 Revisión Documental..... | 26 |
| 3.2 Materiales y reactivos | 28 |
| 3.2.1 Polímero: HPAM (poliacrilamida parcialmente hidrolizada)..... | 28 |
| 3.2.2 Entrecruzador inorgánico: Acetato de cromo (III)..... | 29 |
| 3.2.3 Entrecruzador orgánico: Resina fenol-formaldehído..... | 30 |
| 3.3 Protocolo experimental para la preparación de geles compuestos..... | 33 |
| 3.4 Matriz experimental..... | 36 |

| | |
|---|-----------|
| 3.5 Test de Sydansk | 37 |
| 3.6 Pruebas de reología..... | 39 |
| 3.7 Análisis estadístico ANOVA..... | 40 |
| 3.8 Pruebas de estabilidad y compatibilidad..... | 41 |
| 3.9 Pruebas de estabilidad..... | 42 |
| 3.10 Pruebas de compatibilidad fluido – fluido y roca - fluido..... | 43 |
| 4. RESULTADOS | 45 |
| 4.1 Resultados del “Test de Sydansk”..... | 45 |
| 4.2 Resultados reología de las soluciones Poliméricas..... | 59 |
| 4.3 Resultados reología de geles poliméricos..... | 61 |
| 4.4 Resultados reología de módulos..... | 62 |
| 4.5 Resultados análisis estadístico ANOVA..... | 73 |
| 4.6 Resultados pruebas de compatibilidad fluido – fluido y roca – fluido..... | 74 |
| 4.7 Resultado prueba de estabilidad..... | 81 |
| CONCLUSIONES..... | 84 |
| RECOMENDACIONES | 87 |
| REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS | 88 |

Lista de Tablas

| | |
|---|----|
| Tabla 1. Ecuaciones de búsqueda | 27 |
| Tabla 2. Composición iónica del agua de formación del campo de estudio..... | 33 |
| Tabla 3. Diseño experimental | 36 |
| Tabla 4. Código de evaluación consistencia del Gel. | 37 |
| Tabla 5. Diseño experimental mixto 2 x 2 x 3..... | 41 |
| Tabla 6. Pérdida de peso % semanal de las muestras 3000 ppm de resina..... | 42 |
| Tabla 7. Pérdida de peso % semanal de las muestras 4500 ppm de resina..... | 42 |
| Tabla 8. Pérdida de peso % semanal de las muestras 6000 ppm de resina..... | 43 |
| Tabla 9. Caracterización del sustrato solido del campo de estudio. | 44 |
| Tabla 10. <i>Resultado de análisis tipo Sydansk: (Relación 80:1 – Concentración resina fenólica 3000 ppm).</i> | 46 |
| Tabla 11. <i>Resultado de análisis tipo Sydansk: (Relación 80:1 – Concentración resina fenólica 4500 ppm).</i> | 47 |
| Tabla 12. <i>Resultado de análisis tipo Sydansk: (Relación 80:1 – Concentración resina fenólica 6000 ppm).</i> | 48 |
| Tabla 13. <i>Resultado de análisis tipo Sydansk: (Relación 60:1 - Concentración resina fenólica 3000 ppm).</i> | 49 |
| Tabla 14. <i>Resultado de análisis tipo Sydansk: (Relación 60:1 – Concentración resina fenólica 4500 ppm).</i> | 50 |
| Tabla 15. <i>Resultado de análisis tipo Sydansk: (Relación 60:1 - Concentración resina fenólica 6000 ppm).</i> | 51 |
| Tabla 16. Análisis Multifactorial ANOVA..... | 73 |

| | |
|--|----|
| Tabla 17. Diseño experimental de las pruebas de compatibilidad. | 74 |
| Tabla 18. Resultado de compatibilidad (Relación 80:1- Concentración 3000 ppm). | 75 |
| Tabla 19. Resultado de compatibilidad (Relación 80:1- Concentración 4500 ppm). | 76 |
| Tabla 20. Resultado de compatibilidad (Relación 80:1- Concentración 6000 ppm). | 78 |
| Tabla 21. Resultado de compatibilidad (Relación 60:1- Concentración 3000 ppm). | 79 |

Lista de Figuras

| | |
|--|----|
| Figura 1. Red polimérica entrecruzada | 21 |
| Figura 2. Reacción de entrecruzamiento..... | 22 |
| Figura 3. Esquema de la metodología aplicada. | 26 |
| Figura 4. Esquema del montaje para la síntesis de la resina fenol-formaldehido..... | 31 |
| Figura 5. Esquema de entrecruzamiento..... | 33 |
| Figura 6. Ilustración del vórtice formado para la adición del polímero. | 34 |
| Figura 7. Metodología general para la preparación de geles compuestos. | 35 |
| Figura 8. Criterios visuales para determinar la gelificación. | 39 |
| Figura 9. Metodología para las pruebas de compatibilidad. | 44 |
| Figura 10. Muestras 80:1; 3000 ppm..... | 52 |
| Figura 11. Muestras 80:1; 4500 ppm..... | 52 |
| Figura 12. Muestras 80:1; 6000 ppm..... | 53 |
| Figura 13. Muestras 60:1; 3000 ppm..... | 53 |
| Figura 14. Muestras 60:1; 4500 ppm..... | 54 |
| Figura 15. Muestras 60:1; 6000 ppm..... | 54 |
| Figura 16. Diagrama de dispersión del código final vs tiempo de gelificación..... | 55 |
| Figura 17. Muestras 60:1, 3000 ppm (Código final) | 57 |
| Figura 18. Muestras 80:1, 3000 ppm (Código final) | 57 |
| Figura 19. Muestras 80:1, 4500 ppm (Código final) | 58 |
| Figura 20. Muestras 80:1, 6000 ppm (Código final) | 58 |
| Figura 21. Viscosidades de las soluciones Poliméricas..... | 59 |
| Figura 22. Viscosidades de los geles fluidos | 61 |

| | |
|--|----|
| Figura 23. Módulos G' y G'' 2000 ppm (80:1, 3000 ppm)..... | 63 |
| Figura 24. Módulos G' y G'' 4000 ppm (80:1, 3000 ppm)..... | 64 |
| Figura 25. Módulos G' y G'' 2000 ppm (80:1, 4500 ppm)..... | 65 |
| Figura 26. Módulos G' y G'' 4000 ppm (80:1, 4500 ppm)..... | 66 |
| Figura 27. Módulos G' y G'' 2000 ppm (80:1, 6000 ppm)..... | 67 |
| Figura 28. Módulos G' y G'' 4000 ppm (80:1, 6000 ppm)..... | 68 |
| Figura 29. Módulos G' y G'' 2000 ppm (60:1, 3000 ppm)..... | 69 |
| Figura 30. Módulos G' y G'' 4000 ppm (60:1, 3000 ppm)..... | 70 |
| Figura 31. Módulo de almacenamiento (G') de los sistemas gelificantes evaluados. | 71 |
| Figura 32. Módulo de pérdida (G'') de los sistemas gelificantes evaluados..... | 72 |
| Figura 33. Relación 80:1- Concentración 3000 ppm..... | 75 |
| Figura 34. Relación 80:1- Concentración 4500 ppm..... | 77 |
| Figura 35. Relación 80:1- Concentración 6000 ppm..... | 78 |
| Figura 36. Relación 60:1- Concentración 3000 ppm..... | 80 |
| Figura 37. Pérdida de peso porcentual vs tiempo. | 82 |

Lista de Apéndices

| | |
|--|-----|
| Apéndices A Caracterización FTIR | 94 |
| Apéndices B Caracterización FTIR del Acetato de cromo (III) | 94 |
| Apéndices C Caracterización FTIR de la Poliacrilamida parcialmente hidrolizada (HPAM) | 96 |
| Apéndices D Caracterización FTIR de la Resina fenol-formaldehido. | 99 |
| Apéndices E Viscosidades de las soluciones poliméricas | 102 |
| Apéndices F Viscosidades de los geles fluidos..... | 106 |

Resumen

Título: Evaluación experimental de la rigidez y estabilidad en geles formados con agentes entrecruzadores compuestos para procesos de control de agua

Autor: Juan José Villamizar Antolínez, Luis Fernando Parra Rolong**

Palabras Clave: Geles poliméricos, Entrecruzadores compuestos, Métodos químicos, Control de agua.

La producción excesiva de agua en pozos petroleros representa un problema técnico y económico que afecta la eficiencia de los procesos de producción y compromete la sostenibilidad de las operaciones. En este contexto, los geles poliméricos se han consolidado como una alternativa eficaz dentro de los métodos químicos de control de agua, debido a su capacidad para formar redes tridimensionales que reducen selectivamente la permeabilidad al agua sin obstaculizar de manera significativa el flujo de hidrocarburos. Ahora, el gel polimérico convencional, que normalmente se formula con un único agente entrecruzador, presenta una estabilidad térmica insuficiente según autores, por tanto, la implementación de entrecruzadores compuestos en el sistema gelificante confiere mayor estabilidad térmica y estructural, este tipo de entrecruzamiento es permitido por la poliacrilamida al contener moléculas pertenecientes al grupo de carboxilo y amida.

Durante esta investigación se prepararon diferentes formulaciones bajo condiciones controladas de laboratorio y se sometieron a pruebas de botella, reología, compatibilidad y estabilidad. Los resultados más sobresalientes demostraron ser las formulaciones con 2000 y 4000 ppm de polímero, alcanzando tiempos de gelificación superiores a 8 horas y códigos finales mayores o iguales a "F", lo que garantiza un equilibrio entre tiempos de gelificación e integridad estructural. En particular, la formulación 4000 ppm, 80:1, 6000 ppm presentó el mejor comportamiento reológico, con módulo de almacenamiento $G' = 14.6$ y módulo de pérdida $G'' = 2.8$, evidenciando una red tridimensional sólida y estable dentro de la región lineal viscoelástica (RLV = 380 %). Adicionalmente, las pruebas de compatibilidad y estabilidad confirmaron que los sistemas no presentaron sinéresis ni separación de fases, manteniendo su rigidez y estabilidad térmica.

En conclusión, los geles poliméricos con entrecruzadores compuestos representan una alternativa robusta y técnicamente viable para procesos de control de agua en yacimientos.

** Facultad de Ingeniería Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería de Petróleos. Director: Samuel Fernando Muñoz Navarro. M.Sc en Ingeniería de Hidrocarburos. Codirectores: María Isabel Sandoval Martínez. M.Sc en Ingeniería de Hidrocarburo. Valeria Salgado Carabali. Ingeniera Química

Abstract

Title: Experimental evaluation of rigidity and stability in gels formed with composite crosslinking agents for water control processes *

Author: Juan José Villamizar Antolínez, Luis Fernando Parra Rolong **

Key Words: Polymer gels, Composite crosslinkers, Chemical methods, Water control.

The excessive production of water in oil wells represents a technical and economic issue that negatively affects the efficiency of production processes and compromises the long-term sustainability of operations. In this context, polymer gels have been consolidated as an effective alternative within chemical water control methods, due to their capacity to form three-dimensional networks that selectively reduce water permeability without significantly obstructing the flow of hydrocarbons. However, the conventional polymer gel, which is normally formulated with a single crosslinking agent, shows insufficient thermal stability according to several authors. Therefore, the implementation of composite crosslinkers within the gel system provides greater thermal and structural stability. This type of crosslinking is made possible by polyacrylamide, as it contains molecules belonging to the carboxyl and amide groups.

During this research, different formulations were prepared under strictly controlled laboratory conditions and were subjected to bottle tests, rheological analyses, and compatibility and stability evaluations. The most remarkable results were obtained from the formulations containing 2000 and 4000 ppm of polymer, achieving gelation times greater than 8 hours and final codes equal to or higher than “F,” which ensures a balance between gelation time and structural integrity. In particular, the formulation 4000 ppm, 80:1, 6000 ppm exhibited the best rheological performance, with a storage modulus $G' = 14.6$ and a loss modulus $G'' = 2.8$, demonstrating a solid and stable three-dimensional network within the linear viscoelastic region (LVR = 380%). Additionally, compatibility and stability tests confirmed that the systems did not present syneresis or phase separation, maintaining their rigidity and thermal stability.

In conclusion, polymer gels containing composite crosslinkers represent a robust and technically feasible alternative for water control processes in hydrocarbon reservoirs.

**Faculty of Physicochemical Engineering. School of Petroleum Engineering. Advisor: Samuel Fernando Muñoz Navarro, M.Sc. in Hydrocarbon Engineering. Co-advisors: María Isabel Sandoval Martínez, M.Sc. in Hydrocarbon Engineering; Valeria Salgado Carabalí, Chemical Engineer.

Introducción

La producción excesiva de agua es un problema persistente en la industria petrolera, ya que, el agua puede llegar a constituir una gran parte de los fluidos producidos. Asimismo, los volúmenes de agua obtenidos en cada pozo pueden determinar la viabilidad técnica, económica e incluso ambiental de las operaciones [Angie Ortega et al. 2019]. Pues la viabilidad económica se ve afectada por el enorme costo de la gestión, separación y eliminación del agua producida con un protocolo ambiental válido [Jequé Mohammad et al 2023; Sharifpour et al.2016].

El control del agua se realiza mediante diferentes procedimientos químicos y mecánicos disponibles en la industria de los hidrocarburos, que incluyen la inyección de polímeros, espumas y sistemas de gel [Sun y Bai, 2017; Wanli Kang et al., 2018]. En este trabajo de investigación, se destacan los geles poliméricos como el mecanismo de control de agua más eficaz a lo largo de los años. Estos sistemas gelificantes deben tener buenas propiedades mecánicas, como viscoelasticidad y rigidez, ya que el gel debe ser capaz de resistir la deformación y compresión en el yacimiento para mantener su integridad estructural, asegurando así un buen desempeño como barrera contra la entrada de agua. Por lo tanto, una de las variables clave para el éxito durante la operación es la correcta selección de los componentes en el sistema gelificante.

Estas propiedades tales como: tiempos de gelificación controlable, resistencia, estabilidad, rigidez y bajo costo del gel se logran, principalmente, por el efecto del entrecruzador, bien sea orgánico o inorgánico, cuya función es crear puntos de unión entre las cadenas del polímero, generando una red tridimensional estable. [Sydansk y Seright, 2007].

Una problemática durante la aplicación de sistemas gelificantes es el uso individual de entrecruzadores, sea orgánico o inorgánico. En el caso de los inorgánicos como el acetato de cromo, aunque se utilizan en yacimientos de alta temperatura, tienden a presentar inestabilidad a largo plazo, lo que puede generar sobre entrecruzamiento o sinéresis del gel. [Zhou Zhu et al., 2018] afirman que el uso de entrecruzadores orgánicos es altamente aceptado entre los investigadores, aunque, [Freddy Crespo et al., 2013] aseguran que los altos costos de implementación de los entrecruzadores orgánicos conlleva a un aumento en la aplicación de sistemas gelificantes inorgánicos.

Por otro lado, los entrecruzadores orgánicos han mostrado ventajas al atribuir una baja viscosidad al gel cuando se encuentra en un estado entrecruzado inicialmente, versatilidad y estabilidad en un amplio rango de temperaturas, gracias a que las cadenas del polímero son unidas mediante enlaces covalentes, que al compartir electrones dotan de mayor estabilidad al gel, haciendo que sean irreversibles por calentamiento [C. Echeverria et al. 2023].

Finalmente, [Saray Robles.,2019; Zareie et al., 2019; Lv et al., 2020] han observado que al integrar ambos tipos de entrecruzadores el sistema gelificante presenta mejores propiedades, superando los resultados que se obtienen con su uso individual. Por lo tanto, en este proyecto se plantea hacer una evaluación experimental, para determinar de qué manera la sinergia de estos elementos (entrecruzadores orgánico/inorgánico), permitirá aprovechar las ventajas que ofrecen, obteniendo un gel con unas buenas propiedades mediante el uso de entrecruzadores compuestos que alcanzan un desempeño adecuado aun con cargas reducidas de polímeros, lo cual, representa una ventaja en términos de estabilidad y rigidez para el control de agua, sin poner en riesgo la viabilidad financiera.

1. Objetivos

1.1 Objetivo General

Evaluar experimentalmente la rigidez y estabilidad en geles formados con entrecruzadores compuestos para procesos de control de agua.

1.2 Objetivos Específicos

- Plantear los protocolos y el diseño experimental para la preparación de geles poliméricos con entrecruzadores orgánicos e inorgánicos mediante revisión documental.
- Estimar las relaciones de entrecruzador orgánico e inorgánico para la obtención de geles poliméricos con alta rigidez a través de pruebas de botella.
- Determinar la formulación con mayor rigidez y estabilidad a partir de los resultados de las pruebas de botella y reología.
- Evaluar la estabilidad y compatibilidad de los sistemas gelificantes en el tiempo.

2. Marco teórico

2.1 Control de Producción de Agua (Water Shut Off - WSO)

El *Water Shut Off* (WSO) engloba las diferentes intervenciones que buscan reducir la entrada de agua en los pozos sin sacrificar la producción de hidrocarburos. Diferentes autores coinciden en que su finalidad es contener el crecimiento de la relación agua/petróleo (WOR) y restaurar la eficiencia de desplazamiento, independientemente de la fuente del problema; conificación, avance del contacto agua/aceite, canalización por vetas de alta permeabilidad o thief zones, flujo a través de fracturas naturales o inducidas, fallas en el completamiento o barridos ineficientes derivados de la inyección de agua (Chan 1995; Sun & Bai 2017; Ramírez et al. 2019). Todos estos mecanismos de intrusión derivan en problemas operacionales como: corrosión, incrustaciones y pérdida de producción debido al aumento del WOR, los cuales aumentan los costos operativos debido a la necesidad de tratar, reinyectar o disponer de grandes volúmenes de agua producida (American Petroleum Institute 1990).

2.1.1 Métodos de control de agua

Son técnicas mecánicas o químicas que impiden la irrupción de agua al pozo proveniente del contacto agua petróleo “CAP”, conificación, canalizaciones o fugas debido a la falta de adhesión entre el casing y cemento [Ferrucho Herrera & Infante Urrea, 2020].

Los métodos mecánicos son aquellos en los que se coloca en el pozo un medio de contención físico para los fluidos no deseados, dependiendo del origen de la irrupción de agua los componentes pueden ir desde cemento, empaques, tuberías adicionales o ICD que modifican el patrón de influjo del yacimiento. De acuerdo con [Thomas F.B et al. 2000] los métodos mecánicos funcionan especialmente cuando el agua proviene de una zona completamente saturada, la colocación de estas barreras físicas es crucial, pues un error durante este proceso

puede derivar en el daño de el revestimiento, la tubería de producción u otras partes del sistema [Taha A y Amani ,2019]. La principal desventaja de los métodos mecánicos es que su uso se restringe a la cara de la formación. Por otro lado, los métodos químicos a diferencia de los mecánicos no se ven restringidos en la cara de la formación, pues estos métodos otorgan la ventaja de penetrar en la matriz y en pequeñas fisuras donde los componentes mecánicos no pueden llegar. El funcionamiento de estos métodos consiste en bloquear los caminos de mayor movilidad reduciendo la permeabilidad y evitando que el agua irrumpa en el pozo, esto obliga que el agua se mueva por caminos con mayor resistencia barriendo adicionalmente el petróleo de la matriz de la roca. [Taha A y Amani ,2019].

El punto de partida de cualquier tratamiento exitoso es un diagnóstico minucioso basado en gráficas de tendencia de corte de agua, perfiles de producción y pruebas de presión-caudal, estas herramientas discriminan el mecanismo de intrusión dominante y orientan la selección a la técnica más adecuada (Díaz Analuisa & Chulde 2021; Ferrucho & Infante 2020). A partir de ese diagnóstico, las soluciones se agrupan en dos tipos de métodos.

2.1.2 Métodos mecánicos

Los métodos mecánicos aíslan físicamente la zona productora de la zona del acuífero restringiendo la comunicación entre ellas mediante barreras físicas, como cementaciones selectivas, instalación de packers (empaques), tapones inflables o desviadores que se diseñan para sellar conductos de flujo o redirigir la inyección hacia intervalos aún no barridos. Al ser esencialmente barreras físicas, proporcionan un cierre inmediato y fácil de verificar mediante registros mecánicos o de producción, y suelen ofrecer una durabilidad elevada siempre que el sello conserve su integridad. Sin embargo, exigen acceso directo a la zona problema, lo que implica suspender la producción y efectuar un workover; además, su eficacia disminuye cuando la invasión

se distribuye a lo largo de formaciones muy heterogéneas, o en pozos multilaterales donde el acceso resulta complejo y costoso (Parra Silva 2022).

2.1.3 Métodos químicos

Los métodos químicos actúan a nivel de la formación, modificando las propiedades del medio poroso o de los fluidos para disminuir selectivamente la movilidad del agua sin afectar de manera significativa la producción de hidrocarburos. Estas soluciones se inyectan en estado líquido y se transforman in situ para generar efectos físicos o químicos que impiden o desvían el flujo de agua. Entre las tecnologías más relevantes se encuentran los geles poliméricos los cuales están compuestos por soluciones de polímero y entrecruzador que, al mezclarse, gelifican dentro del medio poroso y forman una estructura tridimensional semisólida. Esta red reduce de manera controlada la permeabilidad al agua en zonas de alta movilidad sin bloquear completamente el paso del petróleo. Su desempeño depende de la estabilidad térmica, la resistencia química y la selectividad del sistema frente a las condiciones del yacimiento (Amir et al., 2019; Kang et al., 2021).

Por otro lado, la espuma estabilizadora generada a partir de la mezcla gas – líquido combinada con agentes tensioactivos con el fin de crear barreras temporales en canales de alta permeabilidad que disminuyan la movilidad del agua desviando el flujo hacia las zonas no barridas. En otro orden de aplicabilidad, resulta conveniente buscar un control menos invasivo que intervenga zonas continuas sin bloquear el espacio poroso, por medio de Modificadores de permeabilidad (RPM) que son compuestos químicos que se adsorben sobre la superficie de la roca y reducen la permeabilidad del agua (Solbakken JS 2023; Liming Qin et al., 2021).

Adicionalmente existen sistemas inteligentes como las nanopartículas y los micro geles que son diseñadas para responder a estímulos como el ph, la temperatura o la salinidad. Una vez

inyectadas, las partículas pueden aglomerarse, hincharse o formar estructuras internas que bloquean de manera selectiva el paso del agua. Se emplean tanto como tratamientos autónomos como en combinación con otros métodos, especialmente cuando se requiere mayor estabilidad térmica y profundidad de penetración (Lu et al., 2023; Shehbaz & Bera, 2023).

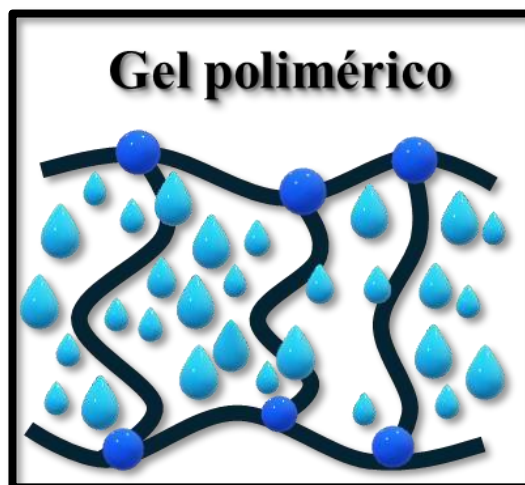
El éxito de los tratamientos químicos depende de una correcta formulación adaptada a la salinidad, temperatura y mineralogía de la formación, así como de un control preciso del tiempo de reacción y de la inyección.

2.2 Geles Poliméricos

El término “geles poliméricos” es usado generalmente para describir un amplio rango de soluciones poliméricas, que comparten la característica de exhibir, bajo ciertas condiciones, un comportamiento inherente al estado sólido, además, de contar con la capacidad de absorber y retener cantidades de solvente bastantes mayores a la proporción del polímero [C. Echeverría y C. Mijangos, 2018].

La definición anterior si bien es muy aceptada, desde un punto de vista reológico un gel se caracteriza por tener un módulo elástico superior al módulo viscoso, además de presentar un módulo elástico finito en el límite de frecuencia cero [C. Echeverría y C. Mijangos, 2018]. Finalmente, los geles poliméricos están constituidos en su mayoría por un solvente que normalmente es agua, un polímero y un agente entrecruzador los cuales se encargan de crear la estructura tridimensional que da forma al gel (Ver Figura 1).

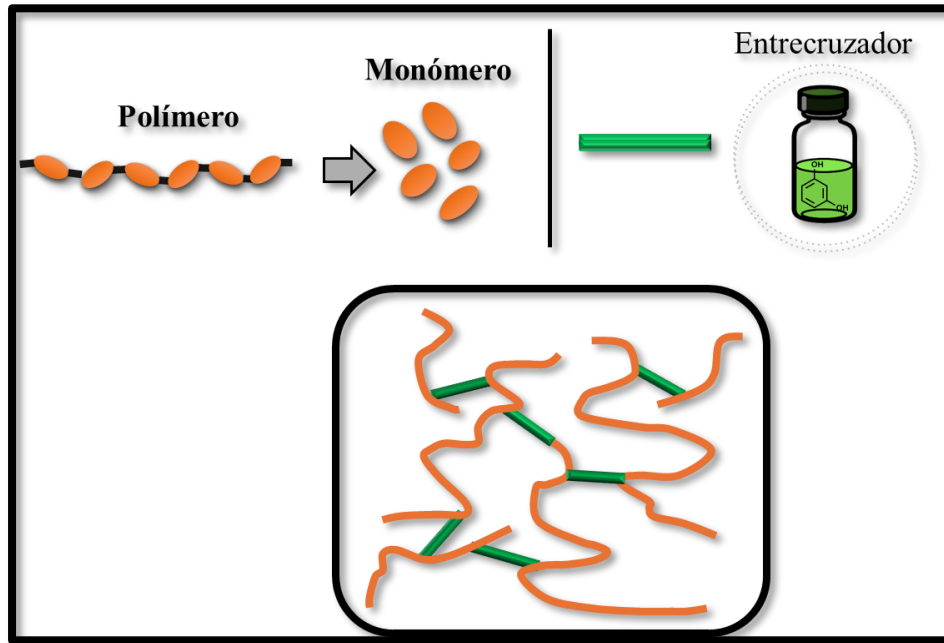
Figura 1. Red polimérica entrecruzada



2.2.1 Entrecruzador

El agente entrecruzador es la sustancia química encargada de dar los puntos de unión entre las cadenas del polímero (Ver Figura 2). El entrecruzamiento de un polímero se caracteriza por la presencia de un proceso gelificante cuando se alcanza el denominado punto de gel, en el que se observa como las moléculas del polímero se han entrecruzado unas con otras para formar una red tridimensional que da estabilidad y rigidez al gel [Lína A, 2022].

Por otra parte, los agentes entrecruzadores más comunes en la formación de geles son los derivados del cromo, aluminio y titanio siendo el citrato de aluminio y el acetato de cromo los que han tenido mejores resultados [Pinilla, 2011].

Figura 2. Reacción de entrecruzamiento

2.2.2 Propiedades mecánicas del gel

Las propiedades mecánicas son especialmente importantes en geles para procesos de control de agua pues las propiedades mecánicas como: elasticidad, viscosidad y estabilidad, son las encargadas de garantizar un sellado efectivo y duradero en las zonas de intrusión de agua, a su vez determinan cómo el gel interactúa mecánicamente con su entorno y cómo responde a las fuerzas aplicadas.

La viscosidad del gel es una propiedad clave en los procesos de control de agua pues de ella depende su capacidad de fluir y sellar eficazmente los poros y fracturas en el yacimiento. Un gel con una viscosidad adecuada será lo suficientemente fluido como para inyectarse y penetrar fácilmente el yacimiento, pero lo bastante viscoso como para permanecer en su lugar y bloquear el flujo de agua [Romero Zeron et al.2010].

Por otra parte, la elasticidad se refiere a la capacidad del gel para deformarse y mantener su estructura cuando se aplica una fuerza, de esta forma se asegura que un gel elástico puede

sellar fracturas y poros de manera efectiva, manteniendo su integridad estructural a lo largo del tiempo. [Romero Zeron et al.2010].

Conforme se han realizado numerosos estudios acerca de los sistemas gelificantes y de sus componentes, como es el caso de [Zareie et al. 2019] que prepararon un sistema gelificante compuesto el cual mostro una resistencia que alcanza el grado H a 90°C, el cual cuenta con la característica de baja viscosidad en la etapa de gelificación inicial, lo que permitiría una mejor inyección del gel hacia la formación (Ver Tabla 1).

Por otro lado, [Lv et al. (2020), Zhang et al. (2016)] han preparado geles mediante entrecruzadores orgánicos como la resina fenólica, encontrando así geles con buenas propiedades mecánicas debido al entrecruzamiento mediante enlaces covalentes entre el hidroximetilo de la resina fenólica y los grupos amida, que forman un gel de red tridimensional.

2.3 Reología de geles poliméricos.

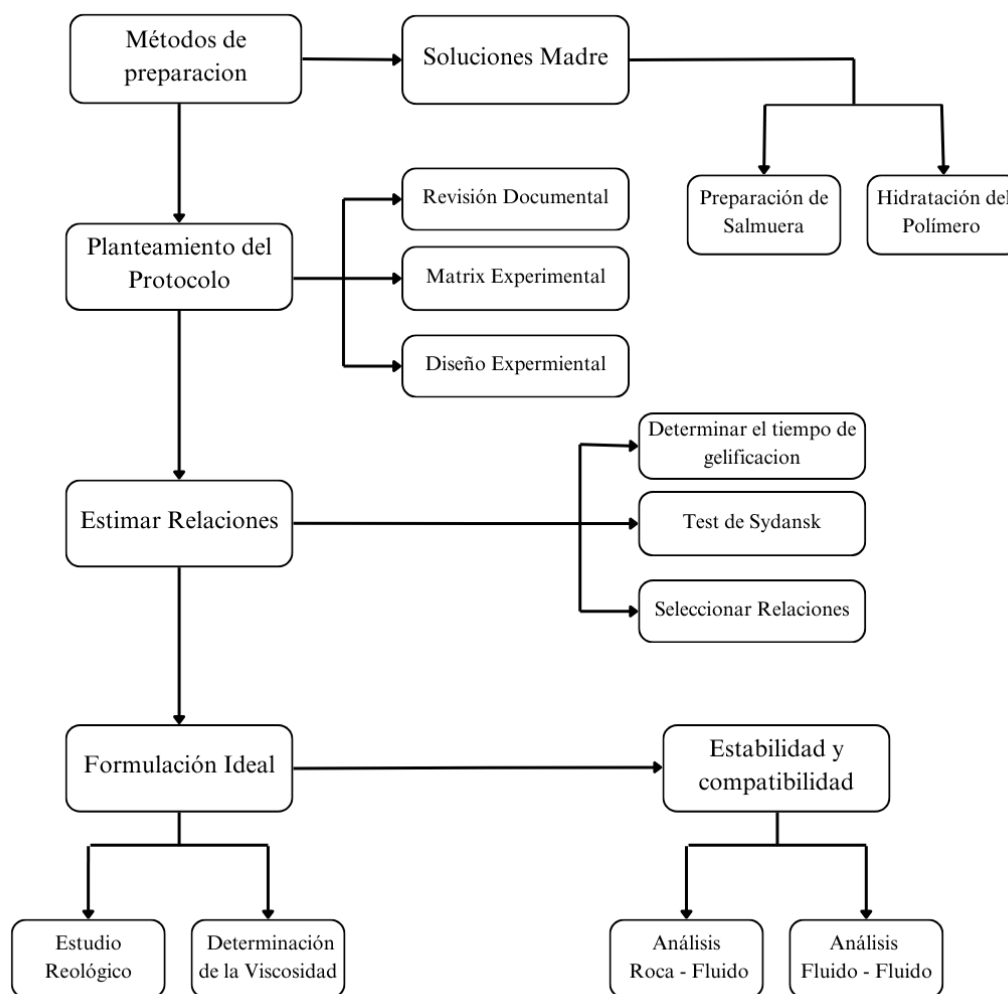
Los geles presentan dos características específicas, las propiedades de hinchamiento y las propiedades viscoelásticas, junto con otra serie de propiedades que les hacen idóneos para multitud de aplicaciones. La reología no solo revela información sobre el comportamiento de flujo de los líquidos sino también sobre el comportamiento a la deformación de los sólidos, por ello, es una herramienta que permite conocer la organización estructural de los geles poliméricos.

Además, la reología oscilatoria permite variar la amplitud y la frecuencia de la deformación aplicada y, por tanto, estudia una amplia gama de escalas de tiempo y comportamientos. En el caso de los geles de polímeros, los experimentos oscilatorios se pueden llevar a cabo dentro del régimen viscoelástico lineal lo que permite investigar la respuesta del gel sin alterar la estructura de este. [C. Echeverria y C. Mijangos, 2018].

Así mismo, los parámetros más relevantes en el estudio reológico son la viscosidad, los módulos de almacenamiento (G') y de pérdida (G''), la amplitud de deformación crítica (γ_0) y el esfuerzo de cedencia (yield stress). La viscosidad por otra parte ofrece información sobre la resistencia al flujo y permite diferenciar entre comportamientos newtonianos y no newtonianos, fundamentales en la caracterización de soluciones poliméricas y geles fluidos. Los módulos G' y G'' permiten establecer la relación entre el carácter elástico y el viscoso del material: un resultado mayor de G' indica comportamiento sólido tipo gel, mientras que G'' dominante corresponde a un comportamiento más líquido. La deformación crítica delimita el rango de viscoelasticidad lineal, útil para identificar el punto a partir del cual la estructura interna comienza a reorganizarse. Finalmente, el esfuerzo de cedencia o yield stress proporciona información sobre la estabilidad mecánica del gel, ya que determina la tensión mínima necesaria para inducir flujo.

3. Metodología Experimental

Durante la siguiente sección se plantea la metodología experimental utilizada durante toda la investigación, orientada a la preparación, formulación y evaluación de los geles poliméricos con entrecruzadores compuestos para procesos de control de agua. En primer lugar, se plantean los protocolos y el diseño experimental para la preparación de los geles a partir de revisión documental, posteriormente implementando el “Test de Sydansk” se seleccionan las mejores relaciones y concentraciones de entrecruzadores para la obtención de sistemas gelificantes rígidos. En consecuencia, se determina la formulación con mayor rigidez y estabilidad a partir de su comportamiento reológico. Finalmente se evalúa la estabilidad y compatibilidad de los sistemas gelificantes en el tiempo. Cada fase fue ejecutada bajo condiciones controladas para garantizar la reproducibilidad de los resultados. Esta metodología proporciona la base experimental necesaria para analizar la viabilidad técnica de los geles poliméricos compuestos.

Figura 3. Esquema de la metodología aplicada.

3.1 Revisión Documental

Como punto de partida fundamental para el desarrollo de este estudio, se abordó el primer objetivo específico, orientado a establecer los protocolos y definir el diseño experimental para la preparación de geles poliméricos empleando entrecruzadores orgánicos e inorgánicos. Para ello, se llevó a cabo una revisión documental rigurosa, basada en diferentes fuentes científicas, con el fin de identificar los materiales, reactivos y metodologías más eficaces para este tipo de formulaciones.

La revisión documental se llevó a cabo utilizando las ecuaciones de búsqueda presentadas en la Tabla 1 y siendo aplicadas a las bases de datos académicas disponibles en la Universidad Industrial de Santander. Entre estas se incluyen ScienceDirect, SpringerLink, OnePetro y Scopus.

Tabla 1. Ecuaciones de búsqueda

| Objetivo de búsqueda | Ecuación de búsqueda |
|---|--|
| Búsqueda general sobre geles poliméricos y entrecruzadores | ("polymeric gels" OR "polymer gels") AND ("crosslinking agents" OR "crosslinkers") AND (organic OR inorganic) |
| Geles poliméricos aplicados al control de agua en yacimientos | ("polymer gels" OR "gel systems") AND ("water shutoff" OR "water control") AND ("oil reservoir" OR "petroleum reservoir") |
| Entrecruzadores orgánicos e inorgánicos específicos | ("polyacrylamide gels" OR "HPAM gels") AND ("phenol-formaldehyde" OR "chromium acetate" OR "aluminum citrate") AND ("crosslinker" OR "crosslinking agent") |
| Comparaciones entre entrecruzadores orgánicos e inorgánicos | ("polymer gel performance") AND ("organic crosslinkers" AND "inorganic crosslinkers") AND ("thermal resistance" OR "salinity tolerance") |
| Protocolos de laboratorio en la formulación de geles | ("gel formulation protocol" OR "gel preparation procedure") AND ("polyacrylamide" OR "HPAM") AND ("phenol-formaldehyde" OR "chromium acetate") |

El enfoque de la revisión documental se centró en literatura que describiera el comportamiento y formulación de geles a partir de HPAM (poliacrilamida parcialmente hidrolizada), utilizando entrecruzadores como acetato de cromo y resina fenol-formaldehído, bajo condiciones comparables a las del yacimiento de estudio, es decir, altas temperaturas y niveles bajos de salinidad.

Como resultado de la revisión bibliográfica, se identificaron diversas publicaciones que cumplían con criterios clave de aplicabilidad experimental, incluyendo las condiciones de preparación y evaluación de geles, así como la caracterización de su rigidez mediante métodos reológicos y clasificación visual por medio del “Test de Sydansk”. Esta revisión documental sirvió como base para establecer los lineamientos técnicos necesarios en cuanto a selección de materiales, reactivos, rangos de concentración y variables críticas del diseño experimental.

3.2 Materiales y reactivos

Para el desarrollo experimental de los sistemas gelificantes, se seleccionaron materiales ampliamente documentados en la literatura por su eficiencia en procesos de control de agua en yacimientos. Esta sección describe los principales componentes empleados en la formulación de geles compuestos. La selección de cada reactivo se fundamentó en criterios de disponibilidad, estabilidad química y desempeño reportado bajo condiciones térmicas y de salinidad similares a las del yacimiento de estudio. Así mismo las concentraciones empleadas fueron definidas con base en estudios previos y en los requerimientos del diseño experimental establecido.

3.2.1 Polímero: HPAM (poliacrilamida parcialmente hidrolizada)

El polímero seleccionado como componente principal en la formulación de los geles fue la poliacrilamida parcialmente hidrolizada, comercializada como SNF Floret AN 907 PG por la empresa SNF Water Science. Este producto se caracteriza por tener un alto peso molecular, un porcentaje de hidrólisis entre 5 % y 10 %, y una humedad residual de aproximadamente 6,1 %.

La elección de esta poliacrilamida se fundamenta en su conocida capacidad para formar redes tridimensionales estables cuando se combina con agentes entrecruzadores, lo cual resulta esencial para aplicaciones de control de agua en yacimientos con condiciones de temperatura y salinidad exigentes. Su bajo grado de hidrólisis permite conservar una proporción significativa de

grupos amida no iónicos, favoreciendo la compatibilidad con entrecruzadores tanto orgánicos como inorgánicos, así como una mayor resistencia frente a procesos de sinéresis y degradación térmica [Wang et al., 2022; Bai et al., 2015] (Ver figura 39 en la sección de Anexos, donde se presentan los resultados del análisis FTIR que evidencia la presencia de los grupos funcionales característicos de la poliacrilamida parcialmente hidrolizada de acuerdo a lo reportado en la literatura).

Las concentraciones seleccionadas de 2000, 4000, 5000, 6000 y 8000 ppm, responden a criterios definidos en trabajos previos desarrollados por el Grupo de Recobro Mejorado (GRM), en los que se evaluaron formulaciones gelificantes para condiciones similares a la del yacimiento de estudio. Estos rangos han demostrado ser adecuados para analizar la influencia de la carga polimérica sobre la viscosidad y la rigidez del gel, y han permitido establecer relaciones de entrecruzamiento efectivas en yacimientos con altos niveles de salinidad y temperatura.

3.2.2 Entrecruzador inorgánico: Acetato de cromo (III)

Para el entrecruzamiento inorgánico se empleó una solución de acetato de cromo con un porcentaje de pureza de 50%. El acetato de cromo ha sido ampliamente utilizado en formulaciones de geles HPAM debido a su capacidad para formar enlaces iónicos con los grupos carboxilato de la poliacrilamida (HPAM) [Shiling Zhang et al., 2020]. (Ver figura 38 en la sección de Anexos, donde se presentan los resultados del análisis FTIR que evidencia la presencia de los grupos funcionales característicos del acetato de cromo de acuerdo a lo reportado en la literatura).

Para este estudio se emplearon dos relaciones de concentración: 60:1 y 80:1 seleccionadas para evaluar el efecto del entrecruzador sobre la cinética de gelificación y la estructura del gel resultante, ya que se ha demostrado que aumentar la concentración de acetato de cromo incrementa

la velocidad de entrecruzamiento, reduciendo el tiempo necesario para alcanzar una consistencia robusta. [Feifei Sun et al., 2016].

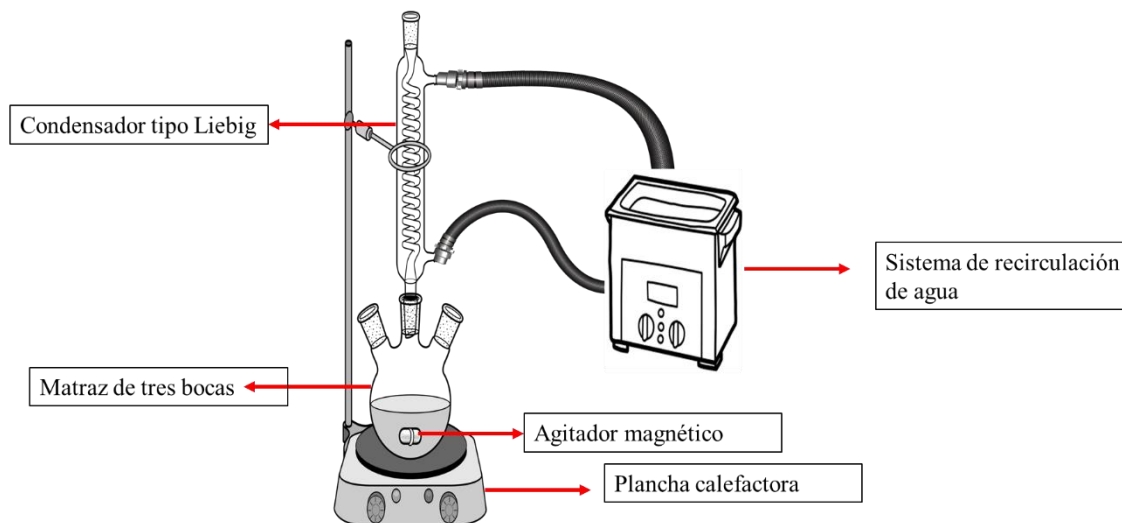
Si bien un mayor contenido de Cr (III) promueve la formación de geles más rígidos y con propiedades reológicas mejoradas, este comportamiento también reduce el tiempo de gelificación, lo que puede limitar la aplicación de las formulaciones obtenidas en condiciones de campo. Por ello, es fundamental encontrar un balance que permita cumplir el tiempo de gelificación establecido [Shiling Zhang et al., 2020].

3.2.3 Entrecruzador orgánico: Resina fenol-formaldehído

Como entrecruzador orgánico se sintetizó una resina fenol-formaldehído de tipo resol, mediante una reacción de condensación alcalina entre fenol diluido al 90 % y formaldehído al 36 %, empleando hidróxido de sodio (NaOH) como catalizador. La relación molar fenol - formaldehído fue de 1:3, con el objetivo de obtener una resina rica en grupos funcionales hidroximetilo (-CH₂OH), lo que favorece su capacidad para entrecruzar polímeros como el HPAM.

La síntesis se llevó a cabo sobre una plancha calefactora en un matraz de tres bocas, equipado con un agitador magnético y un condensador tipo Liebig conectado a un sistema de recirculación de agua para mantener un reflujo constante, este montaje es ilustrado en la Figura 4.

Figura 4. Esquema del montaje para la síntesis de la resina fenol-formaldehído.



El proceso consistió en una adición secuencial de formaldehído bajo agitación y control térmico, siguiendo el protocolo descrito por Yao et al. (2022), adaptado para asegurar la formación de una resina líquida, soluble en agua y con estabilidad adecuada para su uso inmediato.

Desde el punto de vista químico, la reacción avanza a través de una condensación nucleofílica en medio básico: el NaOH promueve la ionización del fenol, generando un ion fenóxido que actúa sobre el carbono electrofílico del formaldehído, dando origen a grupos metilol (-CH₂OH). Estos grupos, altamente reactivos, pueden condensarse entre sí o con otros grupos fenólicos para formar estructuras ramificadas mediante enlaces metileno (-CH₂-) o puentes éter (-CH₂OCH₂-), constituyendo así una red tridimensional parcialmente reticulada [Pilato, 2010; Knop & Pilato, 1985].

El producto final fue una resina de color marrón rojizo, con buena solubilidad y estabilidad, compatible con el medio de preparación de los geles. Su uso se justifica por la formación de enlaces covalentes con los grupos amida del HPAM, lo cual proporciona una estructura más robusta, térmicamente estable y menos susceptible a sinéresis que los sistemas entrecruzados iónicamente.

(Ver figura 40 en la sección de Anexos, donde se presentan los resultados del análisis FTIR que evidencia la presencia de los grupos funcionales característicos de una resina de acuerdo a lo reportado en la literatura) Yao et al. (2022) reportaron que una concentración de 0.45 % en peso de esta resina permite obtener geles de grado H, sin degradación aparente después de 330 h a 95 °C, y con módulos viscoelásticos superiores a los umbrales establecidos para sistemas de control de agua.

La selección de los componentes del sistema gelificante se fundamentó en criterios de estabilidad térmica, eficiencia de entrecruzamiento y respaldo experimental. El HPAM de alto peso molecular y bajo grado de hidrólisis de 5 - 10 %, fue escogido como matriz polimérica por su buena capacidad de formación de redes y compatibilidad con distintos tipos de entrecruzadores. Por su parte, el acetato de cromo actúa como agente de entrecruzamiento inorgánico, generando enlaces iónicos mediante interacciones de coordinación con los grupos carboxilato del polímero.

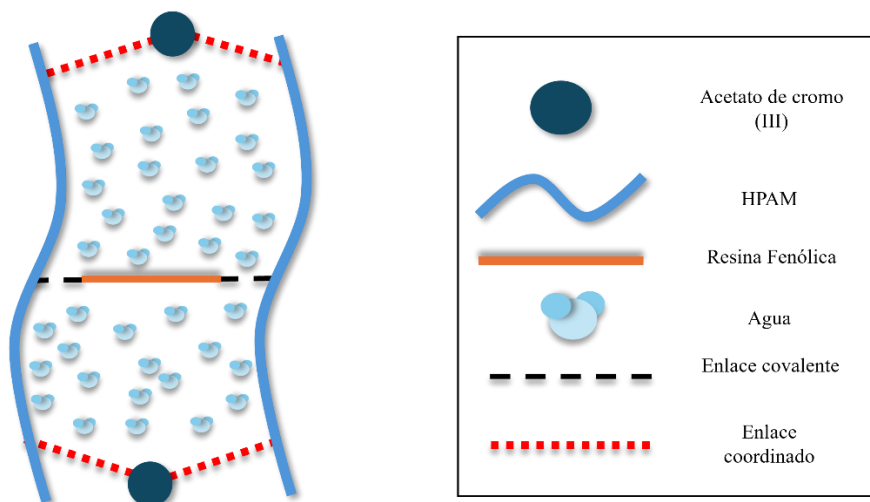
De forma complementaria, la resina fenol-formaldehído, sintetizada en laboratorio, permite establecer enlaces covalentes con los grupos amida del HPAM, reforzando la red tridimensional y confiriendo mayor resistencia térmica y estructural al gel.

Esta combinación de entrecruzadores ofrece la posibilidad de evaluar comparativamente el impacto de cada tipo de enlace sobre la rigidez, tiempo de gelificación y estabilidad del sistema, con potencial aplicación en condiciones extremas de temperatura. La Figura 5 presenta un esquema representativo de la conformación estructural del gel en presencia de Cr^{3+} y resina fenólica, evidenciando la coexistencia de enlaces iónicos e interacciones covalentes.

La coexistencia de enlaces de coordinación (Cr^{3+} -carboxilatos) y covalentes (resina fenólica-amidas) en el HPAM genera una red tridimensional más densa y estable. El Cr (III) aporta

una estructura dendrítica de alta resistencia, aunque susceptible a sinéresis, mientras que la resina fenólica refuerza la red y mitiga la deshidratación térmica [Shiling Zhang et al., 2020].

Figura 5. Esquema de entrecruzamiento.



Nota: El gráfico representa el esquema de entrecruzamiento del sistema gelificante. Tomado y adaptado de Polyacrylamide gel formed by Cr (III) and phenolic resin for water control in high-temperature reservoirs. Journal of Petroleum Science and Engineering, Zhang, S., (2020).

3.3 Protocolo experimental para la preparación de geles compuestos.

Los sistemas gelificantes se prepararon empleando como medio de disolución una salmuera sintética diseñada para simular la composición iónica del agua de formación del campo de estudio. Para su elaboración, se pesaron 270 mg de NaCl, 800 mg de NaHCO₃ y 40 mg de CaCl₂·2H₂O, los cuales se disolvieron en 1 L de agua destilada bajo agitación magnética constante y se almacenaron en un matraz aforado. La Tabla 2 presenta la composición iónica resultante, cuya salinidad total fue de 1039,3 mg/L.

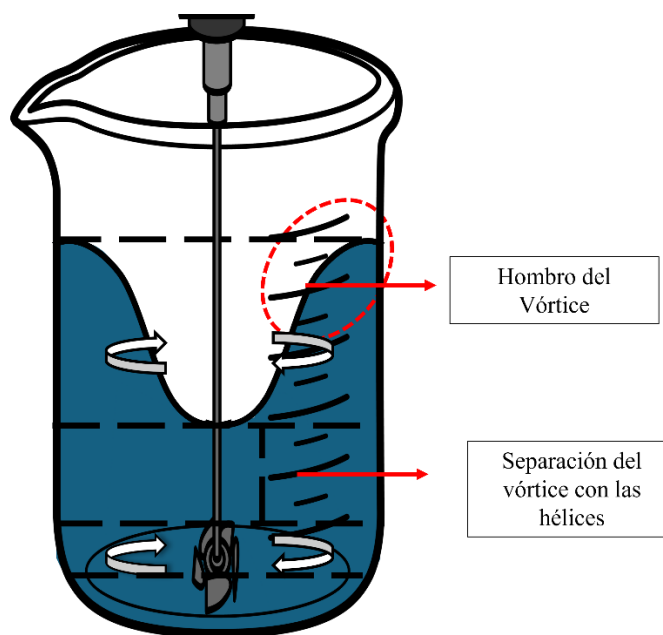
Tabla 2. Composición iónica del agua de formación del campo de estudio

| Composición iónica | Cationes | | Aniones | | Salinidad |
|-----------------------|----------------------------------|------------------|-----------------|------------------|-----------|
| | Na ⁺ y K ⁺ | Ca ⁺² | Cl ⁻ | HCO ₃ | |
| | | | | | |

| | | | | | |
|----------------------|-------|-----|-----|-----|--------|
| Concentración | | | | | |
| (mg/L) | 327.4 | 6.9 | 180 | 525 | 1039.3 |

Con la salmuera preparada, se procedió a la obtención de las soluciones poliméricas (200 ml) correspondientes a cada carga polimérica. Para ello, se utilizó un agitador tipo mixer ajustado a 400 rpm, generando un vórtice controlado sobre el cual se incorporó el HPAM de forma gradual y sostenida, en forma de lluvia fina, lo que favoreció una adecuada dispersión inicial del polímero. Tras la adición, la solución fue mantenida en agitación constante a 300 rpm y temperatura ambiente durante tres horas, permitiendo la hidratación completa del polímero y garantizando una matriz homogénea y estable.

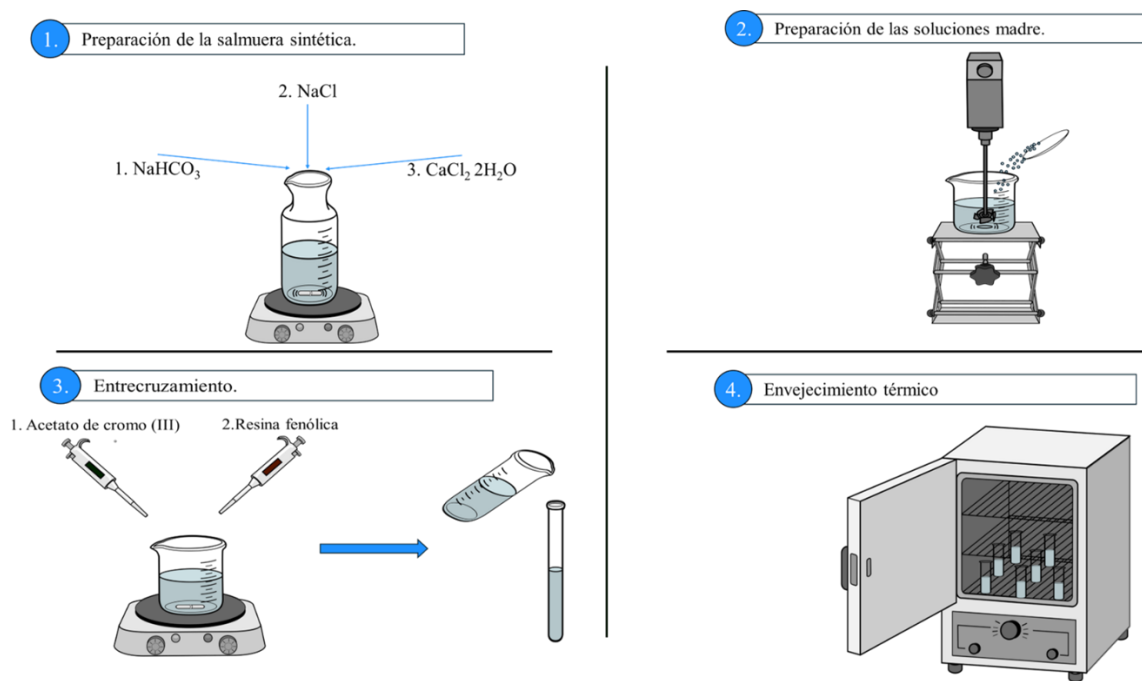
Figura 6. Ilustración del vórtice formado para la adición del polímero.



Una vez obtenidas las soluciones poliméricas, se procedió a la formulación de los sistemas gelificantes. Para ello, se tomó la solución polimérica en un vaso de precipitado y se adicionaron secuencialmente los entrecruzadores: primero el acetato de cromo y posteriormente la resina fenol-formaldehído, utilizando micropipetas de precisión para asegurar exactitud en la dosificación.

La mezcla fue agitada mediante una barra magnética, lo cual permitió una distribución uniforme de los entrecruzadores en el sistema. Finalmente, las formulaciones fueron transferidas a tubos de ensayo de vidrio, sellados y llevados a un horno, donde fueron sometidos a un proceso de envejecimiento térmico a $65\text{ }^{\circ}\text{C}$, condición bajo la cual se promovió el proceso de entrecruzamiento y gelificación progresiva del sistema. La Figura 7 presenta un esquema general del proceso de preparación de los geles, desde la formulación de la salmuera hasta el curado térmico de las muestras.

Figura 7. Metodología general para la preparación de geles compuestos.



3.4 Matriz experimental.

La matriz experimental corresponde a un diseño factorial $5 \times 2 \times 3$, cuyo objetivo es evaluar el efecto conjunto de la concentración de polímero (HPAM), la relación de acetato de cromo y la concentración de resina fenol-formaldehído sobre el comportamiento del sistema gelificante. En la Tabla 3 se resumen los factores considerados y los niveles evaluados para cada uno.

Tabla 3. Diseño experimental

| Factor | Niveles evaluados |
|--|------------------------------|
| Concentración de HPAM (ppm) | 2000, 4000, 5000, 6000, 8000 |
| Relación HPAM/Cr | 60:1, 80:1 |
| Concentración de resina fenólica (ppm) | 3000, 4500, 6000 |

La combinación total de estos niveles dio lugar a 30 formulaciones distintas y 60 muestras contemplando las réplicas de cada formulación, cada una preparada y evaluada de forma individual bajo las mismas condiciones. Este diseño factorial permite explorar tanto los efectos principales como las posibles interacciones entre variables, lo cual es fundamental para identificar las combinaciones más efectivas en términos de desempeño térmico y estructural.

3.5 Test de Sydansk

El tiempo de gelificación de cada formulación fue determinado mediante el ensayo visual propuesto por Sydansk, el cual permite clasificar cualitativamente el grado de rigidez del gel con base en su comportamiento frente a la gravedad y la deformación al ser inclinado el recipiente. Para este fin, las formulaciones fueron almacenadas en tubos de ensayo de vidrio con tapa roscada y sometidas a un régimen de curado térmico constante a 65 °C.

El procedimiento consistió en inspecciones visuales programadas, iniciando con observaciones cada hora durante las primeras ocho horas, seguidas de evaluaciones adicionales a las 24 y 48 horas. En cada medición, los tubos eran inclinados manualmente y se observaba la movilidad de la fase gelificada, asignando una clase de rigidez de acuerdo con la escala propuesta en el método original. La Tabla 4 resume los criterios empleados para la clasificación visual, desde geles completamente líquidos (clase A) hasta geles rígidos e inmóviles (clase J).

Tabla 4. Código de evaluación consistencia del Gel.

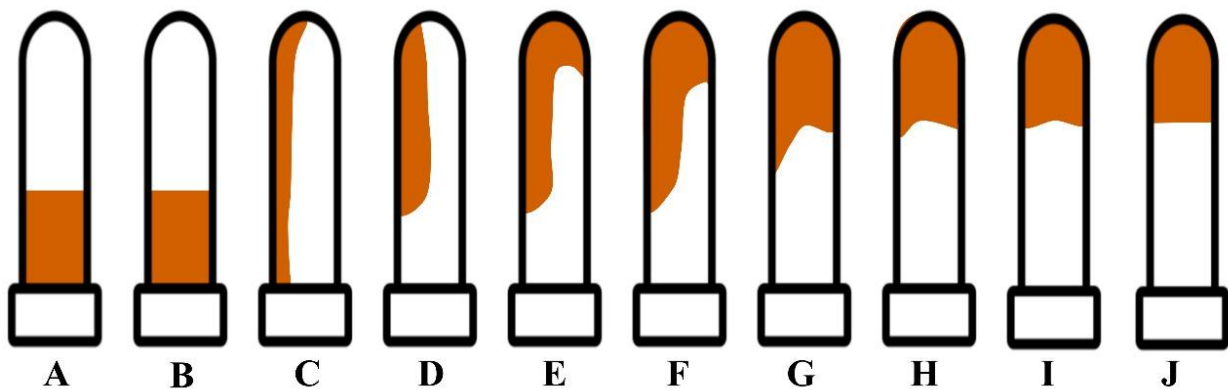
| Código | Nombre del gel | Descripción |
|---------------|----------------------------|--|
| A | Gel formado no detectable. | La viscosidad del sistema es equivalente a la del polímero y no se puede observar la formación de gel a simple vista |
| B | Gel de alta fluidez. | La viscosidad del sistema de gel es ligeramente mayor que la viscosidad del polímero. |
| C | Gel fluido. | La viscosidad del sistema de gel es ligeramente mayor que la viscosidad del polímero. |

| | | |
|---|---------------------------------------|---|
| D | Gel moderadamente fluido. | Cuando se voltea la botella de vidrio, una pequeña cantidad de gel (fracción de masa < 15 %) no puede fluir hacia el otro extremo, a menudo en forma de lengua. |
| E | Gel que apenas fluye. | Cuando se gira el tubo de ensayo, algunos geles pueden fluir lentamente hacia el otro extremo, y la mayoría de ellos (masa fracción > 15 %) no son fluidos. |
| F | Gel no fluido altamente deformable. | El gel no puede fluir hacia la boca del tubo de ensayo cuando se gira. |
| G | Gel no fluido ligeramente deformable | Cuando se le da la vuelta, sólo puede fluir hasta el centro del tubo de ensayo. |
| H | Gel no fluido ligeramente deformable. | Cuando se voltea, sólo se deforma la superficie del gel. |
| I | Gel rígido. | Al darle la vuelta, la superficie del gel no se deforma. |
| J | Gel vibrante. | Al agitar el tubo de ensayo, se puede sentir la vibración mecánica. |

Nota: Tomado y adaptado de Sistema de gel débil de poliacrilamida reticulada compuesta, resistente a altas temperaturas y de baja concentración, preparado a partir de aguas residuales de yacimientos petrolíferos. ACS omega, Yao, E., et al (2022).

Se consideró que una formulación alcanzaba el tiempo de gelificación en el momento en que obtenía una consistencia equivalente o superior a la clase C, la cual representa un gel que fluye lentamente, pero conserva una estructura discernible. Esta metodología permitió cuantificar de forma estandarizada el desempeño inicial de cada sistema, aportando un primer criterio comparativo para la selección de formulaciones con mayor potencial de estabilidad y rigidez.

Figura 8. Criterios visuales para determinar la gelificación.



3.6 Pruebas de reología.

A lo largo de esta sección se evaluará la viscosidad, viscosidad aparente y módulos de deformación en función del Shear Rate (tasa de corte), tanto de las soluciones poliméricas como de los geles entrecruzados en su estado fluido. Las mediciones se realizaron en un reómetro Anton Paar MCR 302 con una geometría de cono-plato y un GAP de 0.101 mm entre platos, a una temperatura de 65 °C, además, el comportamiento observado fue representado mediante un rango de 25 a 40 puntos.

El principio de funcionamiento del reómetro se basa en la aplicación de una deformación controlada a la muestra y la medición del esfuerzo resultante. En el caso de geometría cono-plato, la muestra se confina en un espesor uniforme, lo que permite imponer un gradiente de velocidad constante en todo el volumen.

De esta forma, es posible determinar la relación esfuerzo – Shear Rate. La evaluación reológica en esta etapa se justifica porque permite comparar la respuesta de las soluciones poliméricas y geles en estado fluido, identificando cómo el proceso de gelificación modifica la viscosidad aparente, la resistencia a la deformación y, en general, el comportamiento de flujo del sistema.

3.7 Análisis estadístico ANOVA.

Con el propósito de evaluar la influencia de los factores experimentales (ver tabla 5) sobre las propiedades reológicas de los sistemas gelificantes, se aplicó un análisis de varianza multifactorial (ANOVA), el cual permite determinar el grado de importancia que tienen los factores experimentales (variables independientes) con respecto a una variable de salida (variable dependiente) la cual corresponde al módulo de almacenamiento G' .

El análisis se realizó en el software Statgraphics Centurion XVIII®, aplicando un modelo de efectos principales con interacciones de segundo orden, considerando un nivel de confianza del 95 % y pruebas de comparación múltiple.

Tabla 5. *Diseño experimental mixto 2 x 2 x 3.*

| Factor | Niveles evaluados |
|--|--------------------------|
| Concentración de HPAM (ppm) | 2000, 4000 |
| Relación HPAM/Cr | 60:1, 80:1 |
| Concentración de resina fenólica (ppm) | 3000, 4500, 6000 |

3.8 Pruebas de estabilidad y compatibilidad

Con el fin de evaluar el comportamiento de los sistemas gelificantes en condiciones representativas del medio de aplicación, se realizaron pruebas de compatibilidad fluido-fluido y roca-fluido. Estas pruebas permiten identificar posibles interacciones no deseadas entre el gel y el crudo del campo o con el sustrato mineral, tales como separación de fases, desestabilización térmica, pérdida de rigidez o interferencias en el entrecruzamiento. En ambos casos, se utilizaron muestras provenientes del campo de estudio y se mantuvieron las muestras a 65 °C, temperatura consistente con el protocolo de envejecimiento térmico aplicado en las demás etapas del estudio. Asimismo, se plantea un monitoreo semanal del peso de las muestras, con el fin de analizar su estabilidad en el tiempo y el establecer gráficamente el porcentaje de pérdida de peso.

La evaluación de compatibilidad se realizó mediante observación visual y clasificación de la consistencia del gel utilizando “Test de Sydansk” como criterio comparativo. A continuación, se describen los procedimientos específicos implementados para cada prueba.

3.9 Pruebas de estabilidad.

Para el desarrollo de esta sección, se realizó un monitoreo semanal de los sistemas gelificantes formulados, con el objetivo de observar la pérdida porcentual de agua y así, analizar la tendencia de la estabilidad en el tiempo e identificar los sistemas con mayor porcentaje de pérdida. Según [Shuiqing Hu et al. 2023] la tasa de pérdida de agua de estos sistemas gelificantes alcanza un 10% en sus primeras semanas, lo cual representa un rango de porcentaje comparativo para la siguiente etapa de la investigación. A continuación, se muestran los datos registrados.

Tabla 6. Pérdida de peso % semanal de las muestras 3000 ppm de resina.

| Resina | AC (III) | HMW | Semana 1 | Semana 2 |
|--------|----------|------|----------|----------|
| | | | % | % |
| 3000 | 60 | 2000 | 1.3 | 1.33 |
| | | 4000 | 0.06 | 2.44 |
| | 80 | 2000 | 4.35 | 5.86 |
| | | 4000 | 0.14 | 2.17 |

Tabla 7. Pérdida de peso % semanal de las muestras 4500 ppm de resina.

| Resina | AC (III) | HMW | Semana 1 | Semana 2 |
|--------|----------|------|----------|----------|
| | | | % | % |
| 4500 | 80 | 2000 | 0 | 0.09 |
| | | 4000 | 1.05 | 1.50 |

Tabla 8. Pérdida de peso % semanal de las muestras 6000 ppm de resina.

| Resina | AC (III) | HMW | Semana 1 | Semana 2 |
|--------|----------|------|----------|----------|
| | | | % | % |
| 6000 | 80 | 2000 | 0.15 | 0.34 |
| | | 4000 | 0.09 | 0.18 |

3.10 Pruebas de compatibilidad fluido – fluido y roca - fluido.

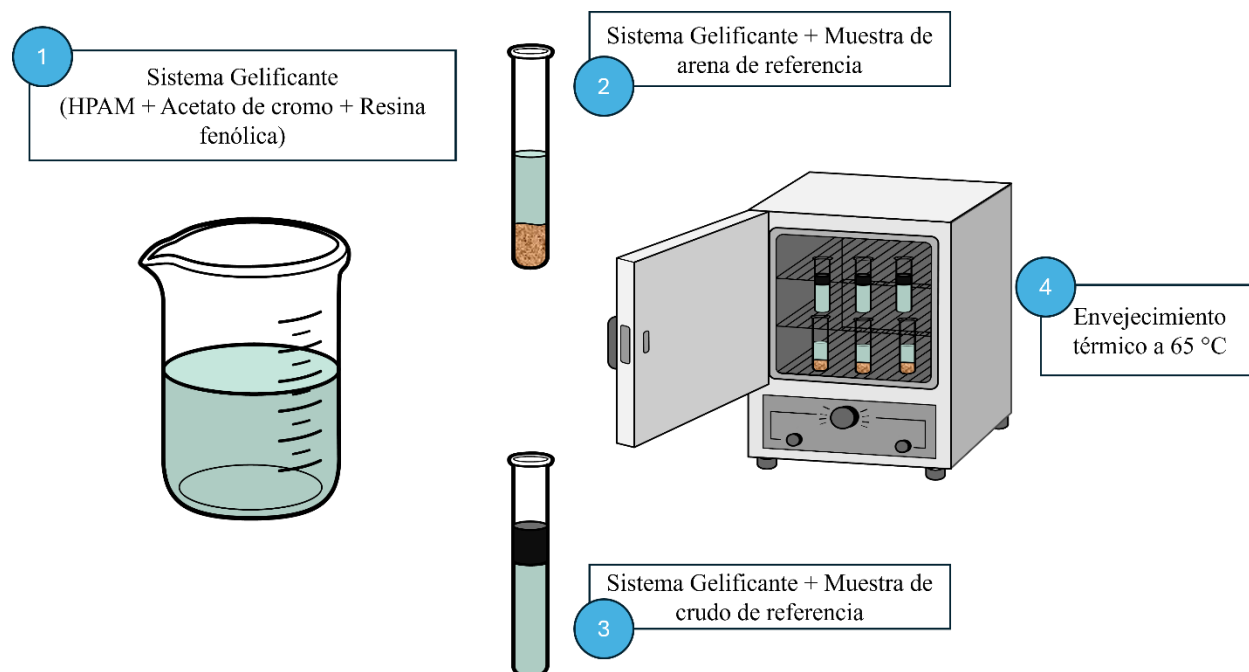
El desarrollo de las pruebas de compatibilidad fluido – fluido y roca - fluido se basó en el protocolo experimental para la formulación de sistemas gelificantes establecido en etapas anteriores de la investigación, con el fin de evaluar su desempeño frente a condiciones representativas del medio poroso y de los fluidos del yacimiento.

Inicialmente se obtienen los sistemas gelificantes en su estado fluido, luego son puestos en contacto con muestras de mineralogía y crudo, para posteriormente ser sometidas a un proceso de envejecimiento térmico a 65 °C, tal como se describe en la Figura 9.

Las Pruebas propuestas en esta sección se basan en la norma API RP 63, donde se establecen las prácticas y condiciones para valorar el desempeño de los sistemas gelificantes bajo las condiciones específicas [American Petroleum Institute, 1990].

Tabla 9. Caracterización del sustrato solido del campo de estudio.

| Prueba | Valor | |
|-------------------------|-------------|----|
| Área Superficial | 0.238 | |
| Potencial Z (mv) | -30.46 | |
| Composición Mineral (%) | Cuarzo | 76 |
| | Arcillas | 21 |
| | Feldespatos | 2 |
| | Siderita | 1 |

Figura 9. Metodología para las pruebas de compatibilidad.

4. Resultados

4.1 Resultados del “Test de Sydansk”.

En esta sección se detallan los resultados obtenidos durante la prueba propuesta. En consecuencia, se integrarán los códigos de gelificación correspondientes a los sistemas compuestos evaluados durante el tiempo determinado, con el objetivo de identificar las formulaciones que presenten mayor estabilidad y rigidez según los criterios establecidos en literatura.

Teniendo en cuenta las condiciones operacionales al momento de aplicar geles poliméricos para procesos de control de agua, se establecieron dos criterios para la selección de las formulaciones. Primer criterio, las formulaciones seleccionadas deben contar con un tiempo de gelificación mayor a 8 horas, dado que una gelificación menor a este tiempo conllevaría problemas operacionales, como el taponamiento prematuro en líneas de superficie y equipo de inyección, obstrucción parcial o total del pozo y una distribución no uniforme del gel en el yacimiento.

Segundo criterio, las formulaciones seleccionadas deben alcanzar un código final mayor o igual a “F” para identificar los sistemas gelificantes rígidos, ya que estos, permiten obstruir los canales de mayor permeabilidad, impidiendo el flujo de agua hacia el pozo.

Los hallazgos que se muestran a continuación corresponden a los 30 experimentos realizados a partir del diseño experimental propuesto anteriormente en la tabla 5, cada grupo de resultados se organiza en tablas y será acompañado de un análisis enfocado en la verificación del cumplimiento de las variables definidas en la matriz experimental. De esta manera, se busca evaluar no solo el comportamiento observado en cada prueba, sino también su coherencia con las condiciones planteadas en el diseño experimental, permitiendo validar la consistencia de la metodología propuesta.

Tabla 10. Resultado de análisis tipo Sydansk: (Relación 80:1 – Concentración resina fenólica 3000 ppm).

| Formulación | 2000 PPM HMW (80:1) 3000 ppm | 4000 PPM HMW (80:1) 3000 ppm | 5000 PPM HMW (80:1) 3000 ppm | 6000 PPM HMW (80:1) 3000 ppm | 8000 PPM HMW (80:1) 3000 ppm |
|--------------------|---|---|---|---|---|
| Hora (h) | Código gel | Código gel | Código gel | Código Gel | Código Gel |
| 0:00 | A | A | A | A | A |
| 1:00 | A | A | B | C | D |
| 2:00 | A | A | B | D | F |
| 3:00 | A | A | D | E | F |
| 4:00 | A | A | D | E | F |
| 5:00 | A | A | D | E | F |
| 6:00 | A | A | D | E | F |
| 7:00 | A | C | D | E | F |
| 8:00 | A | C | D | E | F |
| 24 | D | E | E | F | G |
| 48 | F | F | F | F | H |

En la tabla 10 se logra evidenciar los códigos resultantes de la relación 80:1 a una Concentración 3000 ppm de resina fenólica. Se observa que, conforme va aumentando la concentración de polímero el tiempo de gelificación disminuye, es decir, el sistema alcanza el estado rígido en un menor tiempo. Ahora, teniendo en cuenta que la concentración de entrecruzadores permanece constante, las formulaciones más favorables son 2000 - 4000 ppm HMW, cumpliendo con un tiempo de gelificación mayor a 8 horas con el mínimo de concentración de polímero requerido y lograr un código final igual o mayor a F.

Tabla 11. Resultado de análisis tipo Sydansk: (Relación 80:1 – Concentración resina fenólica 4500 ppm).

| Formulación | 2000 PPM | 4000 PPM | 5000 PPM | 6000 PPM | 8000 PPM |
|-------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|
| | HMW (80:1) 4500 ppm | HMW (80:1) 4500 ppm | HMW (80:1) 4500 ppm | HMW (80:1) 4500 ppm | HMW (80:1) 4500 ppm |
| Hora (h) | Código Gel | Código Gel | Código Gel | Código Gel | Código Gel |
| 0:00 | A | A | A | A | A |
| 1:00 | A | A | A | A | A |
| 2:00 | A | A | A | C | D |
| 3:00 | A | A | B | D | E |
| 4:00 | A | B | C | F | G |
| 5:00 | B | B | C | G | G |
| 6:00 | B | C | E | G | G |
| 7:00 | C | C | E | G | G |
| 8:00 | C | C | E | G | G |
| 24 | F | G | G | G | H |
| 48 | F | G | G | G | H |

En la tabla 11 se logra evidenciar los códigos resultantes de la Relación 80:1 a una Concentración 4500 ppm de resina fenólica. Se observa que, conforme va aumentando la concentración de polímero el tiempo de gelificación disminuye, es decir, el sistema alcanza el estado rígido en un menor tiempo. En este escenario se evidencia el primer descarte de formulaciones, correspondiente a 6000 - 8000 ppm, debido a que alcanzaron códigos F - G respectivamente, alrededor de la cuarta hora, incumpliendo así el criterio mínimo de 8 horas. Por su parte, las formulaciones más favorables continúan siendo las de 2000 - 4000 ppm de HMW, ya que mantienen tiempos de gelificación superiores a 8 horas con el mínimo de concentración de polímero requerido y lograr un código final igual o superior a F.

Tabla 12. Resultado de análisis tipo Sydansk: (Relación 80:1 – Concentración resina fenólica 6000 ppm).

| Formulación | 2000 PPM | 4000 PPM | 5000 PPM | 6000 PPM | 8000 PPM |
|-------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|
| | HMW (80:1) 6000 ppm | HMW (80:1) 6000 ppm | HMW (80:1) 6000 ppm | HMW (80:1) 6000 ppm | HMW (80:1) 6000 ppm |
| Hora (h) | Código Gel | Código Gel | Código Gel | Código Gel | Código Gel |
| 0:00 | A | A | A | A | A |
| 1:00 | A | A | A | C | D |
| 2:00 | A | A | B | D | E |
| 3:00 | B | B | C | E | F |
| 4:00 | C | C | D | F | F |
| 5:00 | C | C | D | F | F |
| 6:00 | C | C | D | F | F |
| 7:00 | C | C | D | F | F |
| 8:00 | C | C | D | F | F |
| 24 | F | F | G | G | G |
| 48 | G | G | H | H | H |

En la tabla 12 se logra evidenciar los códigos resultantes de la Relación 80:1 a una Concentración 6000 ppm de resina fenólica, la mayor concentración de entrecruzador orgánico implementada durante la investigación. Se observa que, conforme va aumentando la concentración de polímero el tiempo de gelificación disminuye, es decir, el sistema alcanza el estado rígido en un menor tiempo. En este caso, las formulaciones de 6000 y 8000 ppm de HMW deben ser descartadas, ya que, alcanzaron códigos F alrededor de la cuarta y tercera hora, respectivamente, incumpliendo el criterio mínimo de 8 horas. Por su parte, las formulaciones más favorables continúan siendo las de 2000 - 4000 ppm de HMW, al mantener tiempos de gelificación superiores a 8 horas con el mínimo de concentración de polímero requerido y lograr un código final igual o superior a F.

Tabla 13. Resultado de análisis tipo Sydansk: (Relación 60:1 - Concentración resina fenólica 3000 ppm).

| Formulación | 2000 PPM | 4000 PPM | 5000 PPM | 6000 PPM | 8000 PPM |
|-------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|
| | HMW (60:1) 3000 ppm | HMW (60:1) 3000 ppm | HMW (60:1) 3000 ppm | HMW (60:1) 3000 ppm | HMW (60:1) 3000 ppm |
| Hora (h) | Código Gel | Código Gel | Código Gel | Código Gel | Código Gel |
| 0:00 | A | A | A | A | A |
| 1:00 | A | A | A | C | D |
| 2:00 | A | A | B | D | G |
| 3:00 | A | C | D | E | G |
| 4:00 | A | C | D | E | G |
| 5:00 | A | C | D | E | G |
| 6:00 | A | C | D | F | G |
| 7:00 | A | C | E | F | G |
| 8:00 | A | C | E | F | G |
| 24 | E | E | E | F | G |
| 48 | F | F | F | F | H |

En la tabla 13 se logra evidenciar los códigos resultantes de la Relación 60:1 a una Concentración 3000 ppm de resina fenólica, esta tabla introduce una variación en la concentración de entrecruzador inorgánico (acetato de cromo) la cual define el número de moles de polímero por mol de Cr (III). Se observa que, conforme va aumentando la concentración de polímero el tiempo de gelificación disminuye, es decir, el sistema alcanza el estado rígido en un menor tiempo. En este caso, las formulaciones de 6000 y 8000 ppm de HMW deben ser descartadas, ya que, alcanzaron códigos F - G alrededor de la sexta y segunda hora, respectivamente, incumpliendo el criterio mínimo de 8 horas. Por su parte, las formulaciones más favorables continúan siendo las de 2000 - 4000 ppm de HMW, al mantener tiempos de gelificación superiores a 8 horas con el mínimo de concentración de polímero requerido y lograr un código final igual o superior a F.

Tabla 14. Resultado de análisis tipo Sydansk: (Relación 60:1 – Concentración resina fenólica 4500 ppm).

| Formulación | 2000 PPM | 4000 PPM | 5000 PPM | 6000 PPM | 8000 PPM |
|-------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|
| | HMW (60:1) 4500 ppm | HMW (60:1) 4500 ppm | HMW (60:1) 4500 ppm | HMW (60:1) 4500 ppm | HMW (60:1) 4500 ppm |
| Hora (h) | Código Gel | Código Gel | Código Gel | Código Gel | Código Gel |
| 0:00 | A | A | A | A | A |
| 1:00 | A | A | A | D | D |
| 2:00 | A | A | D | E | F |
| 3:00 | A | B | D | E | F |
| 4:00 | B | C | E | F | G |
| 5:00 | C | C | E | F | G |
| 6:00 | C | D | E | G | G |
| 7:00 | D | E | E | G | G |
| 8:00 | E | E | E | G | G |
| 24 | F | F | F | G | G |
| 48 | F | F | F | G | G |

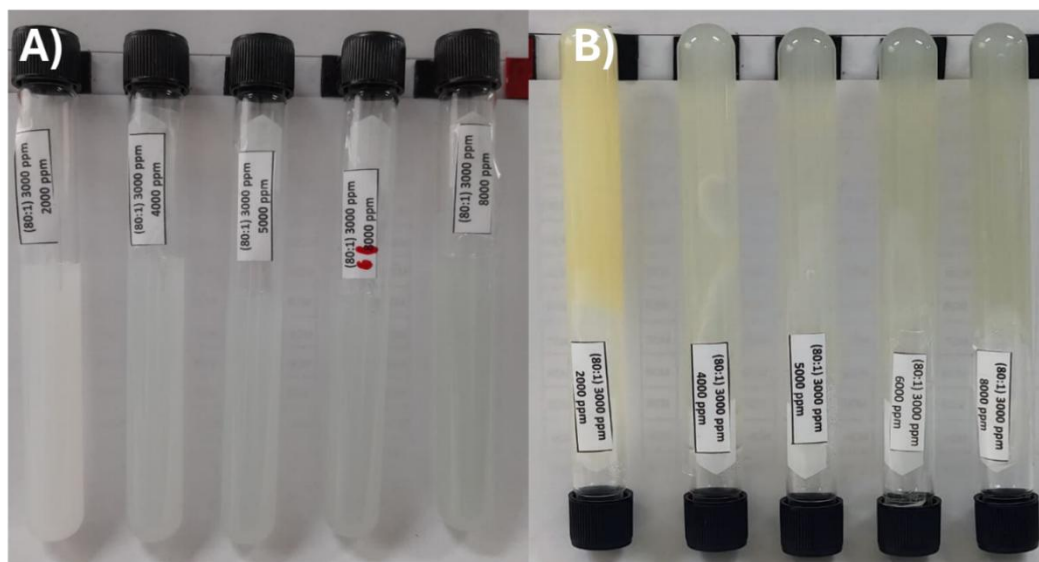
En la tabla 14 se logra evidenciar los códigos resultantes de la Relación 60:1 a una Concentración 4500 ppm de resina fenólica, esta tabla introduce una variación en la concentración de entrecruzador inorgánico (acetato de cromo) y una variación de la concentración de entrecruzador orgánico (resina fenólica). Logra evidenciarse que, conforme va aumentando la concentración de polímero el tiempo de gelificación disminuye, es decir, el sistema alcanza el estado rígido en un menor tiempo. Ahora, las formulaciones de 6000 y 8000 ppm de HMW deben ser descartadas, ya que, alcanzaron nuevamente códigos F alrededor de la cuarta y segunda hora, respectivamente, incumpliendo el criterio mínimo de 8 horas. Asimismo, las formulaciones más favorables continúan siendo las de 2000 - 4000 ppm de HMW, al mantener tiempos de gelificación superiores a 8 horas con el mínimo de concentración de polímero requerido y lograr un código final igual o superior a F.

Tabla 15. Resultado de análisis tipo Sydansk: (Relación 60:1 - Concentración resina fenólica 6000 ppm).

| Formulación | 2000 PPM | 4000 PPM | 5000 PPM | 6000 PPM | 8000 PPM |
|-------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|
| | HMW (60:1) 6000 ppm | HMW (60:1) 6000 ppm | HMW (60:1) 6000 ppm | HMW (60:1) 6000 ppm | HMW (60:1) 6000 ppm |
| Hora (h) | Código Gel | Código Gel | Código Gel | Código Gel | Código Gel |
| 0:00 | A | A | A | A | A |
| 1:00 | A | A | B | C | D |
| 2:00 | A | A | C | D | F |
| 3:00 | B | C | D | E | G |
| 4:00 | C | C | D | F | G |
| 5:00 | C | C | D | F | G |
| 6:00 | D | D | D | F | G |
| 7:00 | D | D | D | F | G |
| 8:00 | E | E | E | F | G |
| 24 | F | F | F | G | G |
| 48 | G | G | H | H | H |

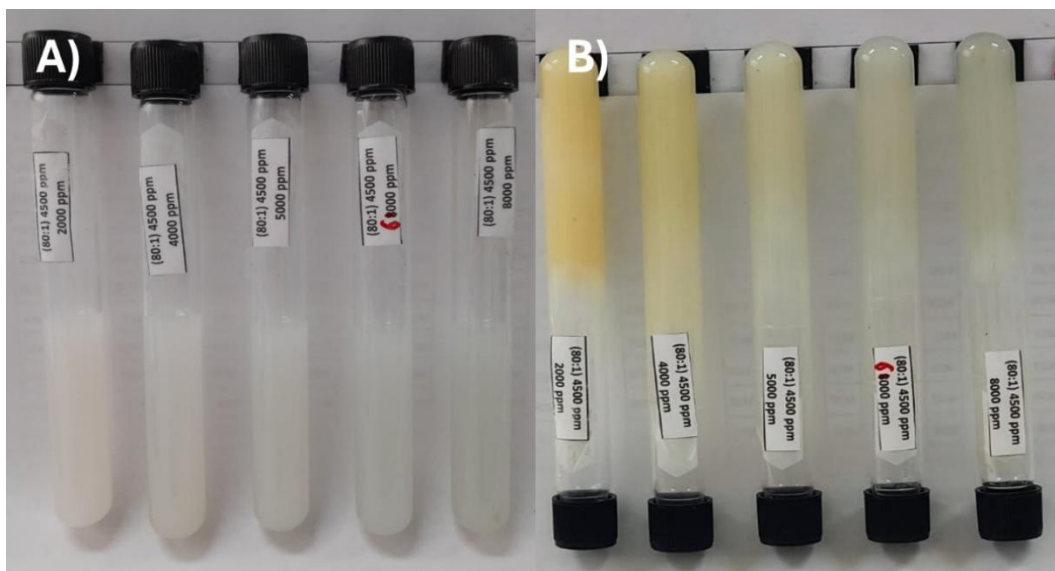
En la tabla 15 se logra evidenciar los códigos resultantes de la Relación 60:1 a una Concentración 4500 ppm de resina fenólica, esta condición representa la concentración de entrecruzador inorgánico (acetato de cromo) y concentración de entrecruzador orgánico (resina fenólica) al máximo propuesto durante la investigación. Bajo este escenario, conforme va aumentando la concentración de polímero el tiempo de gelificación disminuye, es decir, el sistema alcanza el estado rígido en un menor tiempo. En consecuencia, las formulaciones de 6000 y 8000 ppm de HMW deben descartarse, ya que, alcanzaron nuevamente códigos F alrededor de la cuarta y segunda hora, respectivamente, incumpliendo el criterio mínimo de 8 horas. En contraste, las formulaciones más favorables continúan siendo las de 2000 - 4000 ppm de HMW, al mantener tiempos de gelificación superiores a 8 horas con el mínimo de concentración de polímero requerido y lograr un código final igual o superior a F.

Figura 10. Muestras 80:1; 3000 ppm



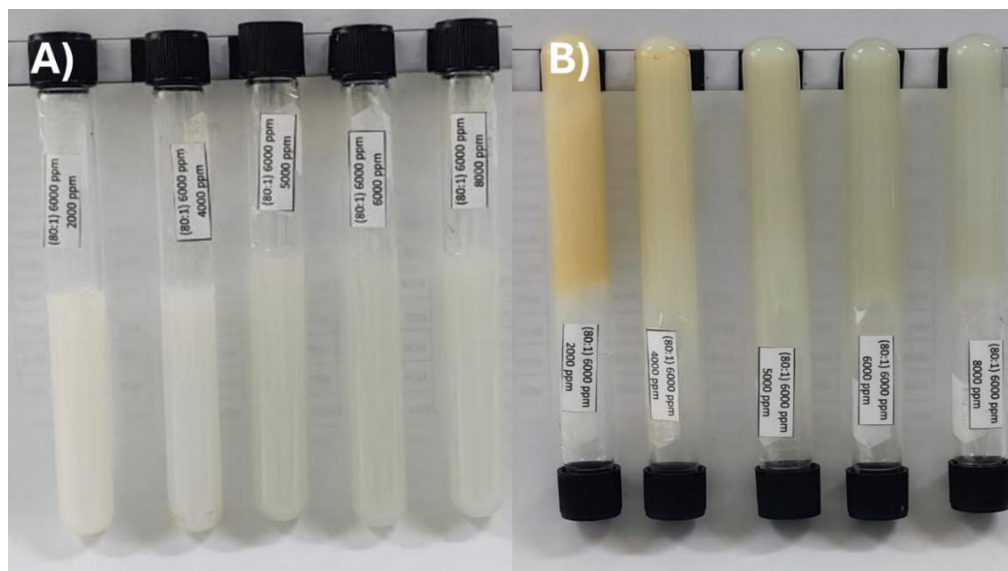
Nota: A) Código hora inicial; B) Código hora final

Figura 11. Muestras 80:1; 4500 ppm



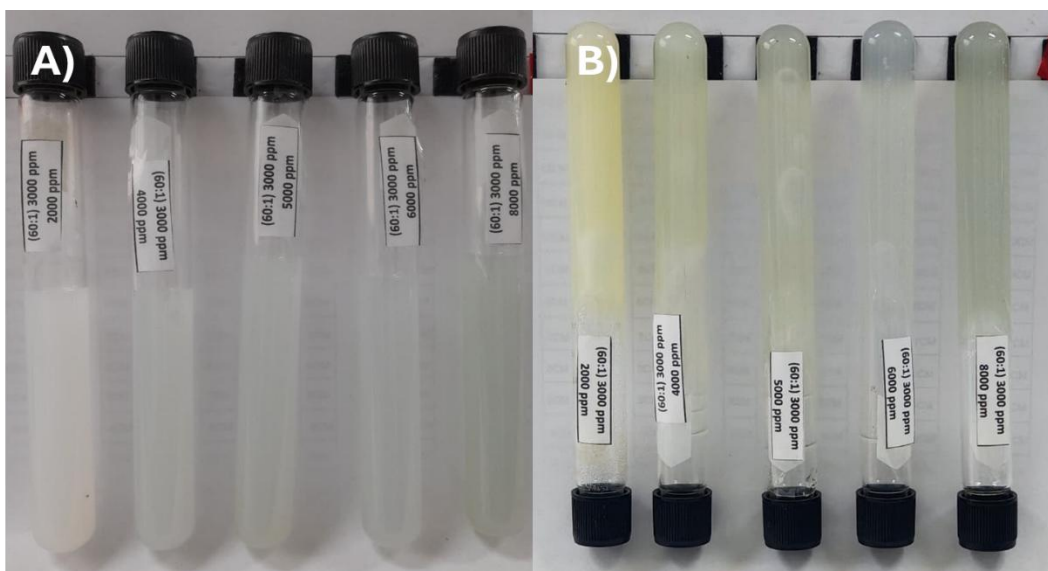
Nota: A) Código hora inicial; B) Código hora final

Figura 12. Muestras 80:1; 6000 ppm



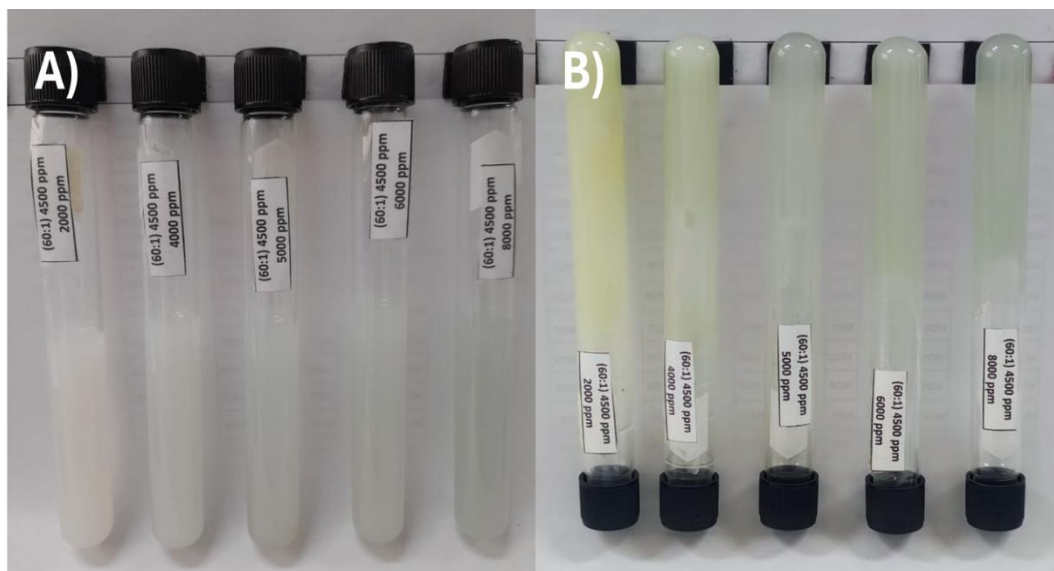
Nota: A) Código hora inicial; B) Código hora final

Figura 13. Muestras 60:1; 3000 ppm.



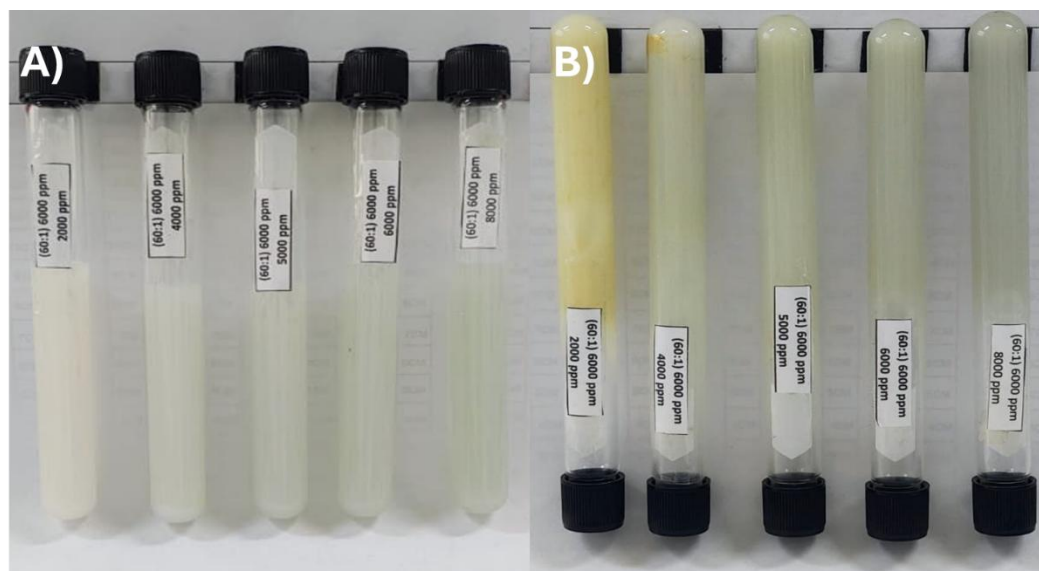
Nota: A) Código hora inicial; B) Código hora final

Figura 14. Muestras 60:1; 4500 ppm.



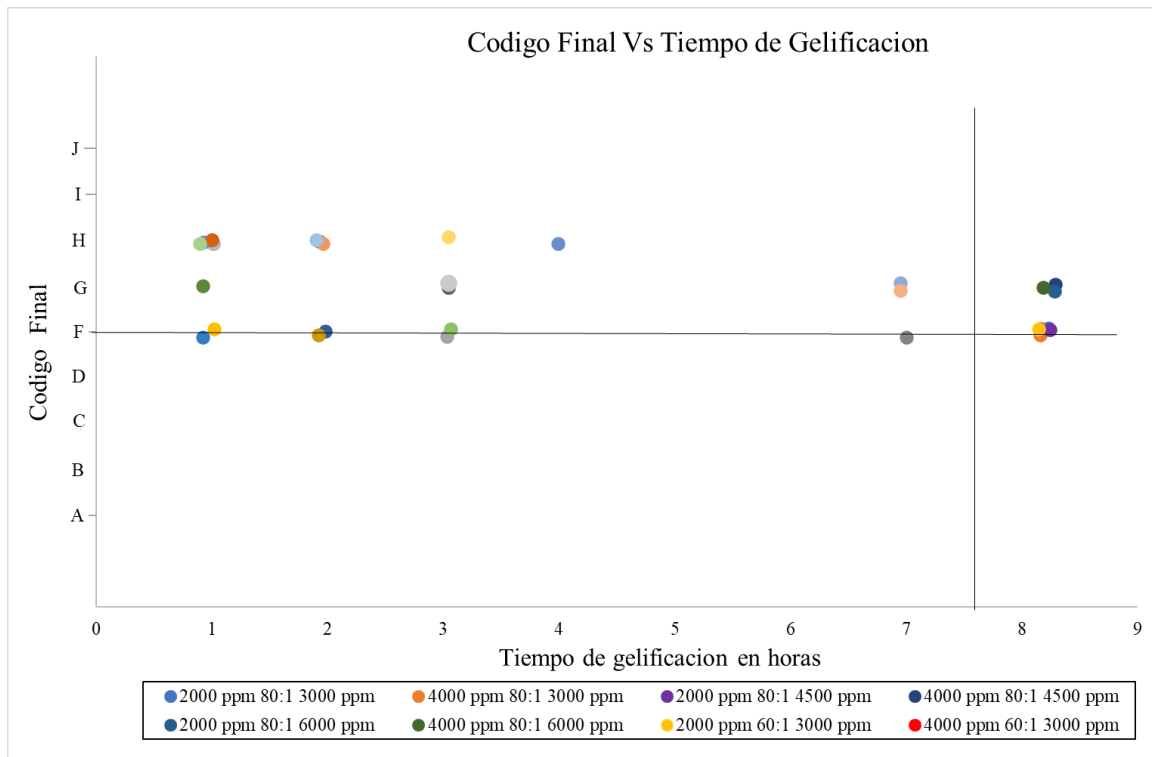
Nota: A) Código hora inicial; B) Código hora final

Figura 15. Muestras 60:1; 6000 ppm



Nota: A) Código hora inicial; B) Código hora final

Figura 16. Diagrama de dispersión del código final vs tiempo de gelificación.



Nota: El diagrama de dispersión presentado, permite identificar las formulaciones que cumplen los criterios de rigidez y tiempo de gelificación.

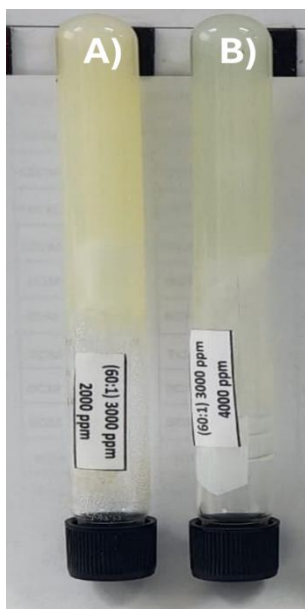
En resumen, al analizar los 30 experimentos propuesto en la anterior matriz experimental permitió evidenciar el comportamiento de los sistemas evaluados. En primer lugar, se confirma que al aumentar la concentración de polímero HWM, se acelera el proceso de gelificación, reduciendo el tiempo requerido para que el sistema alcance un estado rígido y mostrando los códigos más elevados en el “Test de Sydansk”. Sin embargo, en formulaciones como 6000 y 8000 ppm tienden a gelificarse en tiempos menores a 8 horas, lo que supone un riesgo al aplicar estos sistemas gelificantes en procesos de control de agua.

En segundo lugar, el entrecruzador orgánico también ejerce una influencia significativa. A medida que su concentración aumenta los sistemas generan geles más rígidos pero al costo de reducir los tiempos de gelificación, especialmente en las formulaciones de mayor carga polimérica (6000 ppm y 8000 ppm).

En tercer lugar, se destaca el efecto del entrecruzador inorgánico (acetato de cromo) en el sistema, siendo determinante al momento de disminuir el tiempo de gelificación, en este caso, de una relación 80:1 \rightarrow 60:1 se traduce en una gelificación más rápida, esto puede evidenciarse aún mejor en las formulaciones con mayor carga polimérica (6000 ppm y 8000 ppm) donde la variación entre relaciones de entrecruzador inorgánico hace que el tiempo de gelificación se reduzca alrededor de 1 – 2 horas.

Estos resultados permiten concluir que las formulaciones más favorables son aquellas con 2000 - 4000 ppm HMW, independientemente de la combinación de entrecruzadores. Estos sistemas cumplen con el criterio de tiempo de gelificación superior a 8 horas y alcanzan códigos finales iguales o superiores a F, lo que garantiza un equilibrio adecuado entre tiempo de inyección y consistencia final del gel. Además, el uso de bajas concentraciones de polímero representa una alternativa más rentable, al reducir la carga polimérica sin comprometer el desempeño del gel. Por el contrario, las formulaciones con 6000 y 8000 ppm HMW deben descartarse, ya que, bajo la mayoría de las condiciones evaluadas, generan geles rígidos de manera prematura, con un comportamiento poco adecuado para operaciones en campo. A continuación, se presentan los códigos finales de las formulaciones seleccionadas.

Figura 17. Muestras 60:1, 3000 ppm (Código final)



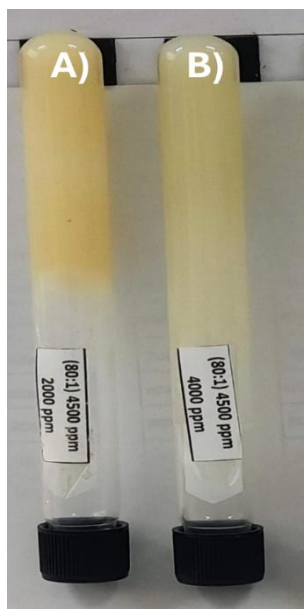
Nota: A) 2000 HMW ppm F: Gel no fluido altamente deformable; B) 4000 HMW ppm F: Gel no fluido altamente deformable.

Figura 18. Muestras 80:1, 3000 ppm (Código final)



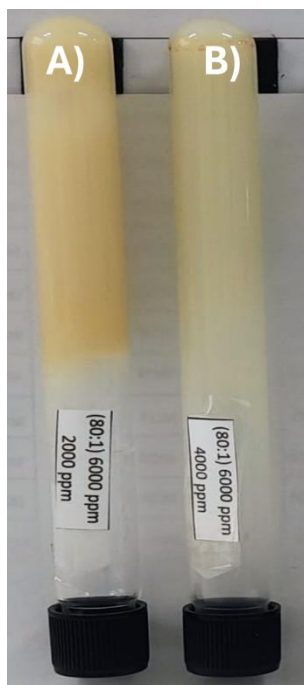
Nota: A) 2000 HMW ppm F: Gel no fluido altamente deformable; B) 4000 HMW ppm F: Gel no fluido altamente deformable.

Figura 19. Muestras 80:1, 4500 ppm (Código final)



Nota: A) 2000 HMW ppm F: Gel no fluido altamente deformable; B) 4000 HMW ppm G: Gel no fluido ligeramente deformable.

Figura 20. Muestras 80:1, 6000 ppm (Código final)

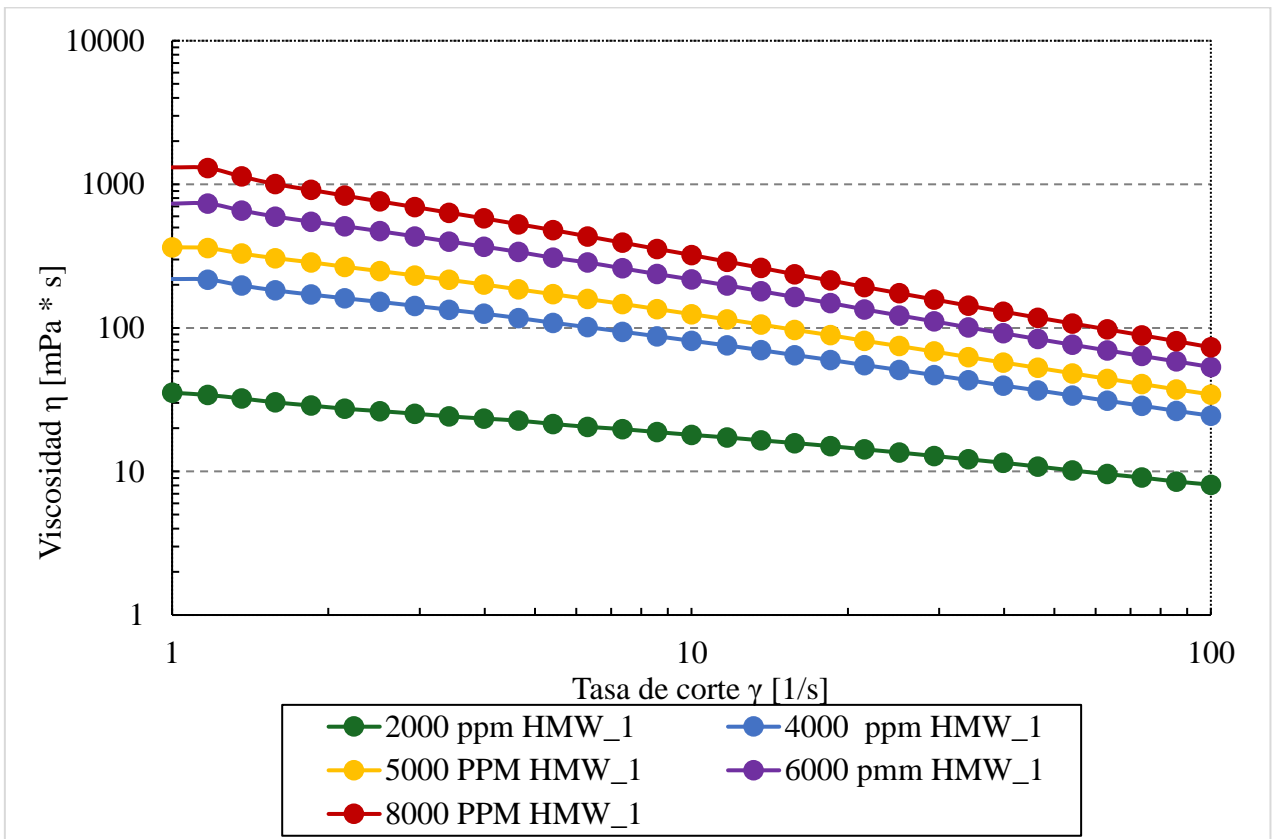


Nota: A) 2000 HMW ppm G: Gel no fluido ligeramente deformable; B) 4000 HMW ppm G: Gel no fluido ligeramente deformable.

4.2 Resultados reología de las soluciones Poliméricas.

A continuación, se muestra en la figura 21 el comportamiento reológico de la viscosidad de las soluciones poliméricas.

Figura 21. Viscosidades de las soluciones Poliméricas.



A lo largo del rango de concentraciones (2000, 4000, 5000, 6000 y 8000 ppm), se observa que la viscosidad disminuye conforme aumenta la tasa de corte, lo que indica que el material fluye más fácilmente bajo esfuerzo.

Este comportamiento reológico refleja la desorganización progresiva entre las cadenas, en este caso, poliméricas y su alineación bajo la tasa de corte, lo que reduce la resistencia del sistema.

En consecuencia, las soluciones pueden clasificarse como fluidos pseudoplásticos con viscosidades moderadas a altas tasas.

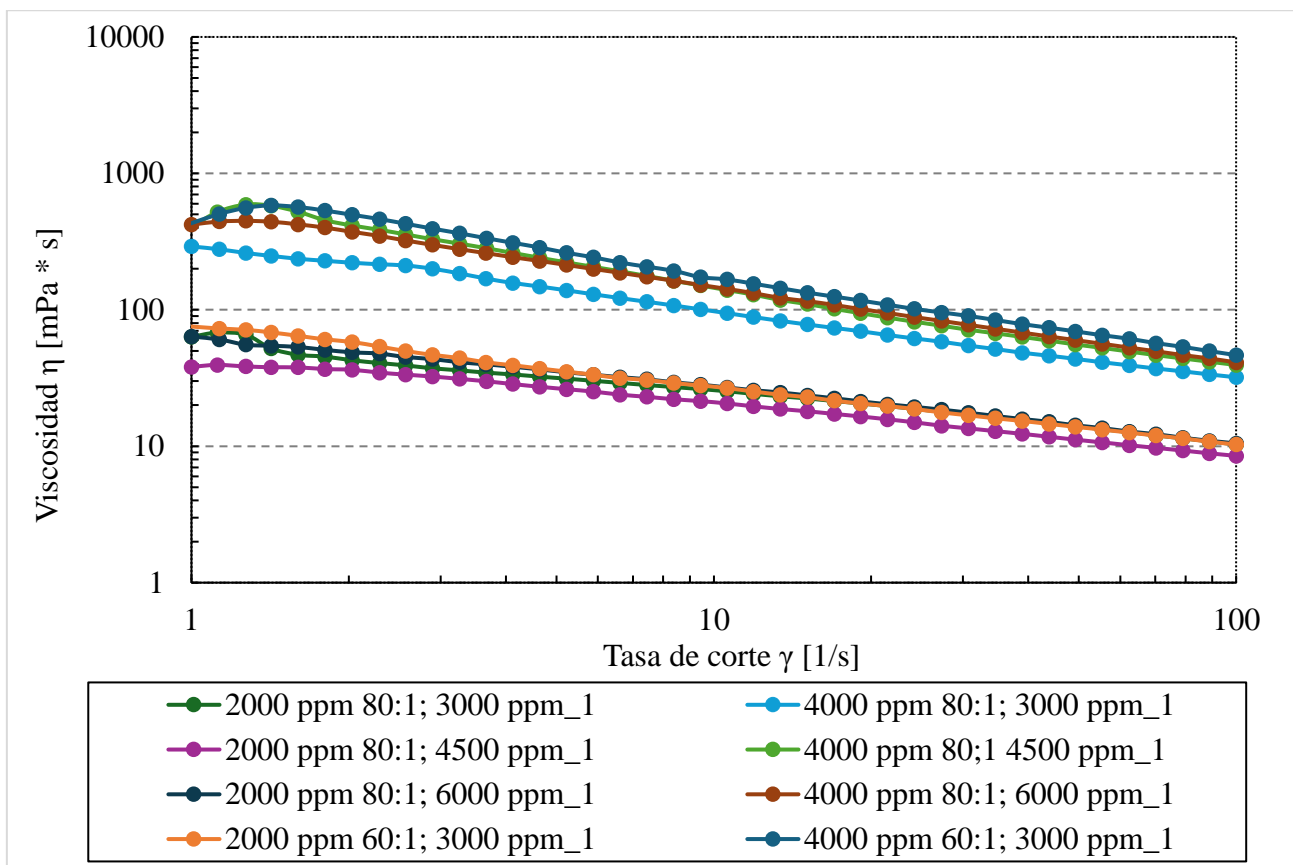
Además, la similitud entre curvas indica buena reproducibilidad en los datos. Estos resultados son clave para entender cómo se comporta el sistema bajo condiciones dinámicas, lo cual es esencial para aplicaciones en formulaciones donde el control del flujo es crítico.

En conjunto, los resultados confirman que la concentración del polímero es el factor determinante en la magnitud de la viscosidad y tasa de corte, definiendo la resistencia de las soluciones poliméricas. Este análisis establece la línea base del comportamiento de flujo previo al entrecruzamiento, condición necesaria para interpretar los cambios posteriores en la formación de geles y su desempeño en medios porosos.

4.3 Resultados reología de geles poliméricos.

A continuación, se muestra en la figura 22 el comportamiento reológico de los sistemas gelificantes seleccionados a partir de los resultados arrojados del “Test de Sydansk”.

Figura 22. Viscosidades de los geles fluidos



Dado que las soluciones ya están entrecruzadas (resina fenólica + acetato de cromo), los cambios de viscosidad observados se atribuyen principalmente a un aumento en el entrecruzamiento y a las interacciones específicas polímero–entrecruzador. Se observa que, a diferencia de las soluciones poliméricas, los geles presentan valores de viscosidad inicial considerablemente más altos, confirmando la formación de una estructura tridimensional rígida que incrementa la resistencia al flujo.

En consecuencia, el esfuerzo requerido para deformar el sistema es significativamente mayor en comparación con las soluciones poliméricas, lo que indica que el entrecruzamiento del polímero genera un refuerzo mecánico en el fluido.

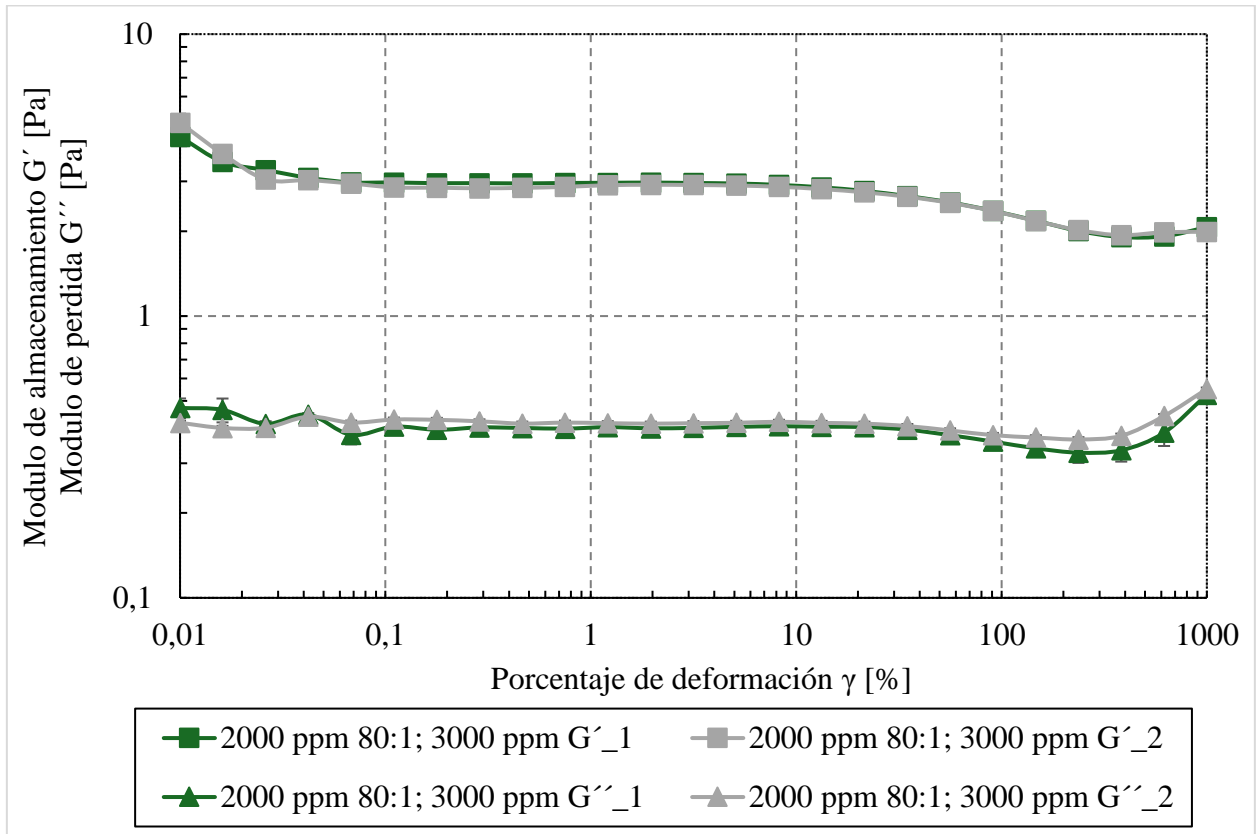
En varios casos se verifica la presencia del punto de cedencia (Yield Stress), que representa la energía mínima necesaria para iniciar el flujo del gel, atributo que se evidencia mayormente en las formulaciones con alta carga polimérica al inicio de las curvas anteriormente presentadas.

4.4 Resultados reología de módulos.

Por otro lado, los ensayos dinámicos de oscilación efectuados sobre los geles poliméricos permiten determinar los módulos de amplitud, en particular el módulo de almacenamiento (G') y el módulo de pérdida (G'').

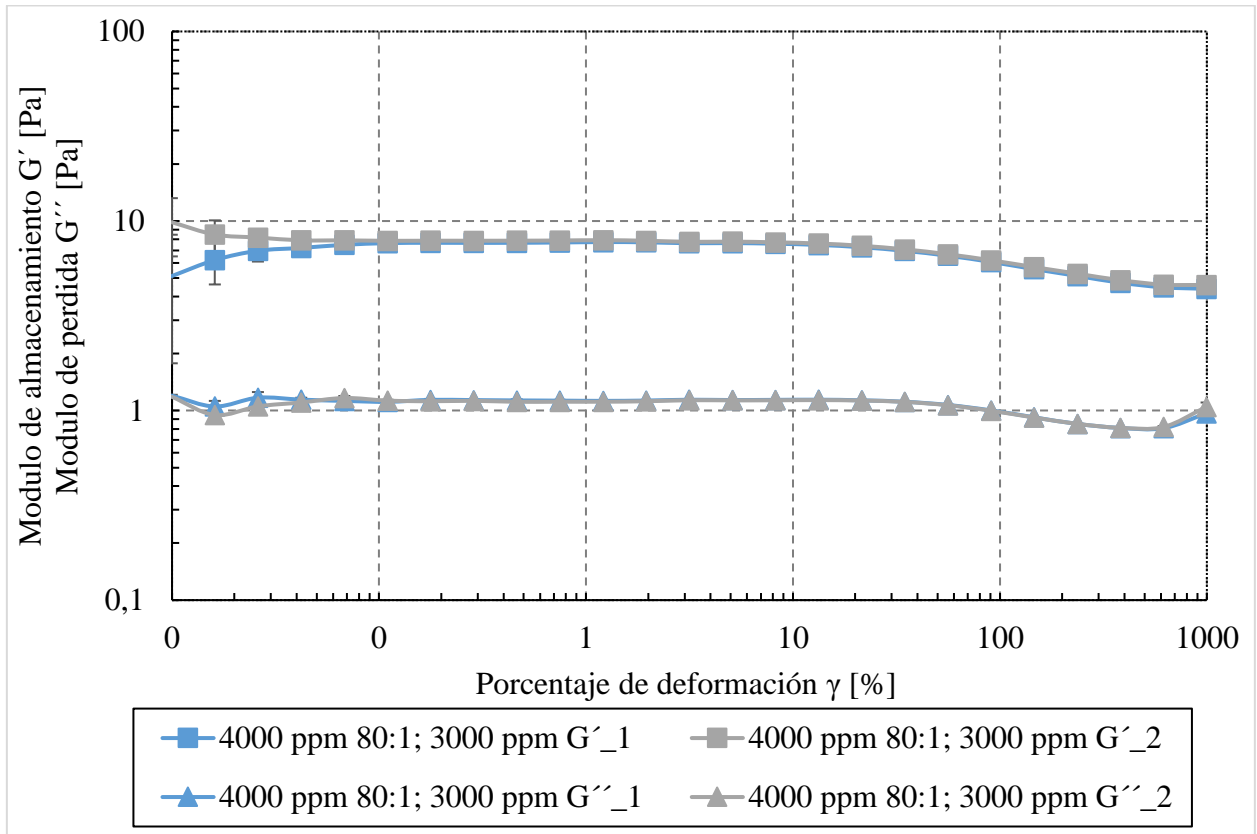
Así mismo la desviación estándar representada por barras de error en los módulos son pequeñas entre las mediciones y sus réplicas. Esto indica baja dispersión, alta repetibilidad y precisión del ensayo. Las tendencias observadas y las diferencias entre formulaciones reflejan cambios reales del material y no ruido experimental, lo que respalda la confiabilidad de los resultados. A continuación, se muestra en las siguientes figuras el comportamiento reológico de los módulos de amplitud de los sistemas gelificantes.

Figura 23. Módulos G' y G'' 2000 ppm (80:1, 3000 ppm).



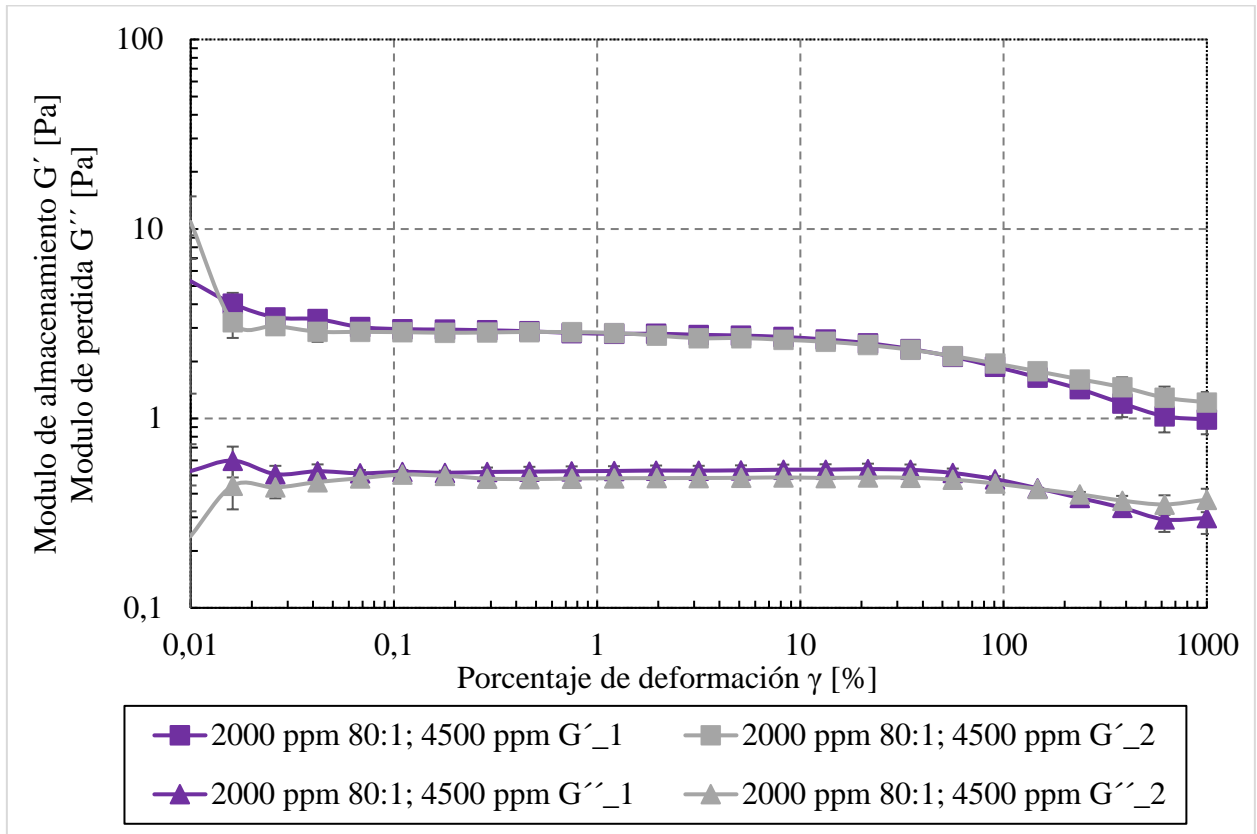
Nota: Resultados obtenidos en el modelo de amplitud, en los cuales se observan valores de módulo de almacenamiento ($G' = 4.8$) y módulo de pérdida ($G'' = 0.4$). Asimismo, se identifica el punto a partir del cual finaliza la región lineal viscoelástica (RLV = 100%).

Figura 24. Módulos G' y G'' 4000 ppm (80:1, 3000 ppm).



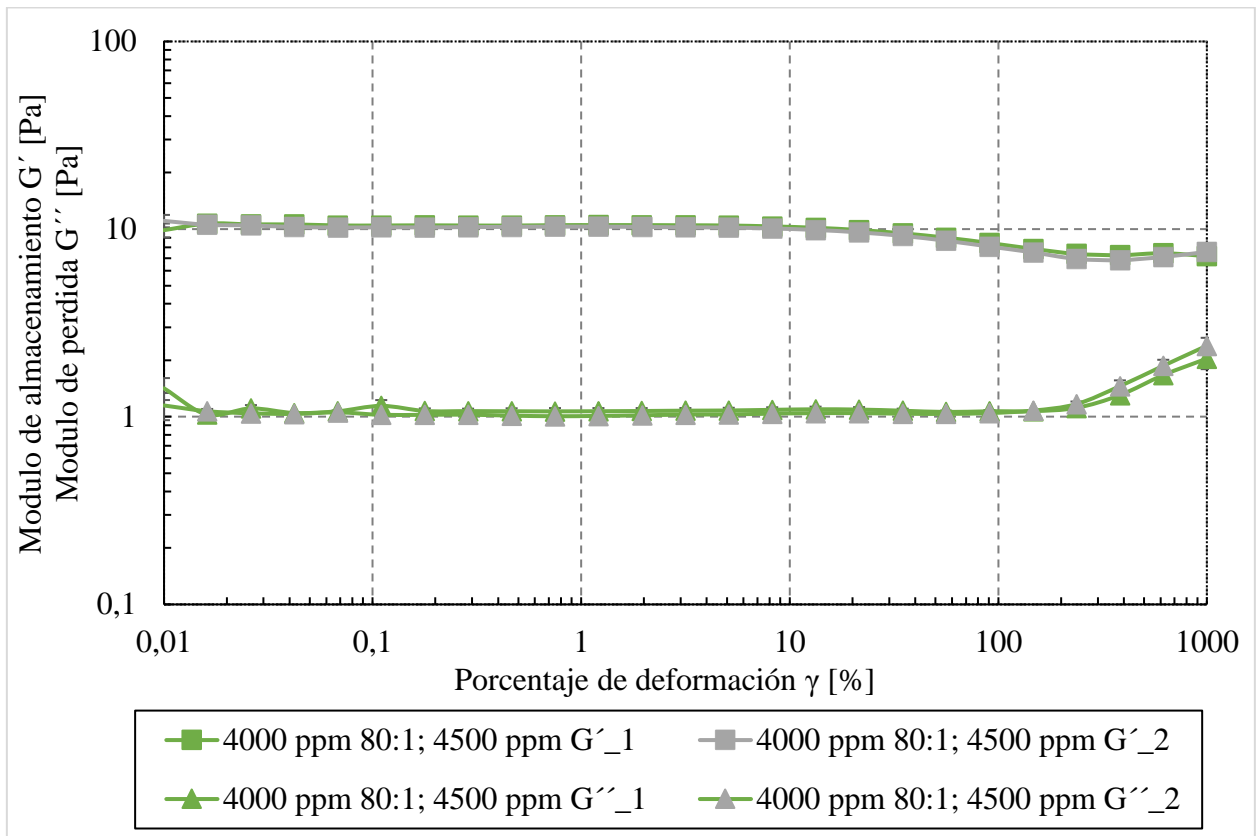
Nota: Resultados obtenidos en el modelo de amplitud, en los cuales se observan valores de módulo de almacenamiento ($G' = 6.2$) y módulo de pérdida ($G'' = 0.9$). Asimismo, se identifica el punto a partir del cual finaliza la región lineal viscoelástica (RLV = 100%)

Figura 25. Módulos G' y G'' 2000 ppm (80:1, 4500 ppm).



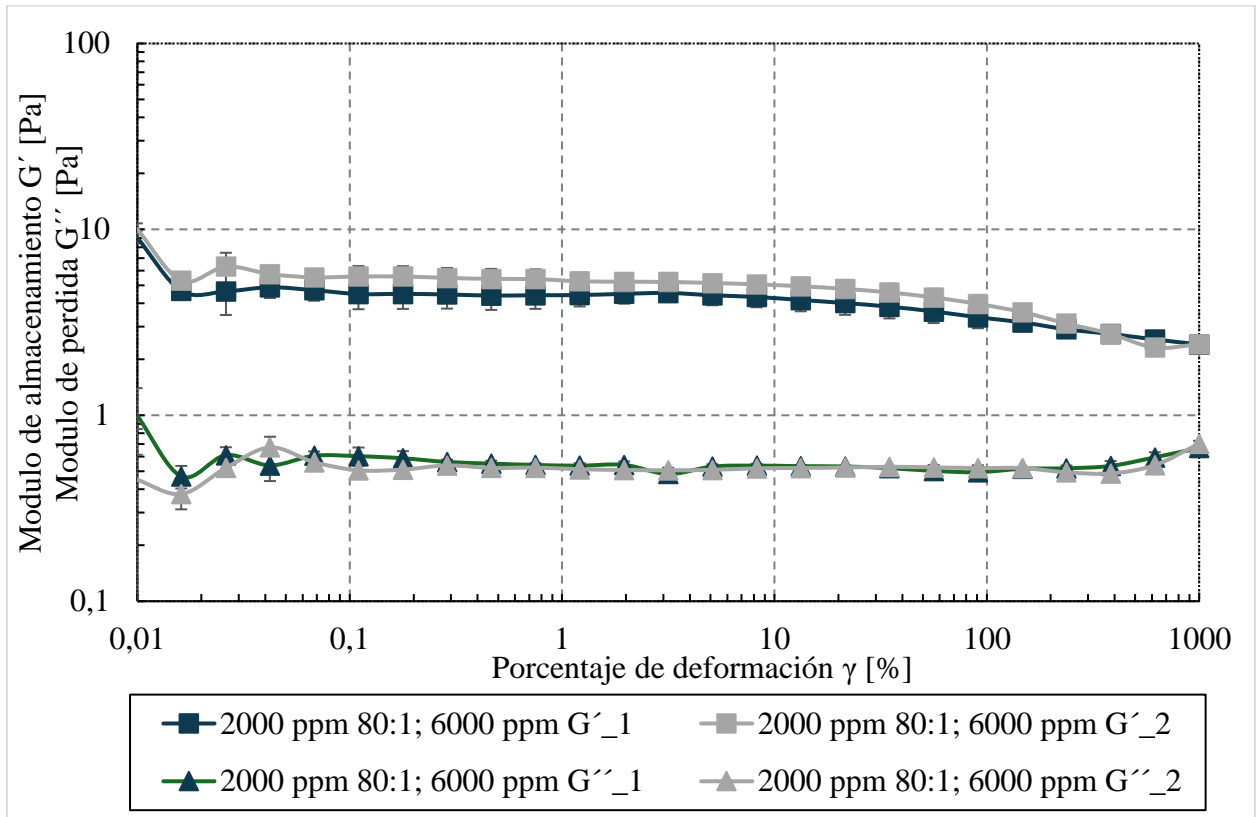
Nota: Resultados obtenidos en el modelo de amplitud, en los cuales se observan valores de módulo de almacenamiento ($G' = 4.1$) y módulo de pérdida ($G'' = 0.3$). Asimismo, se identifica el punto a partir del cual finaliza la región lineal viscoelástica (RLV = 230%).

Figura 26. Módulos G' y G'' 4000 ppm (80:1, 4500 ppm).



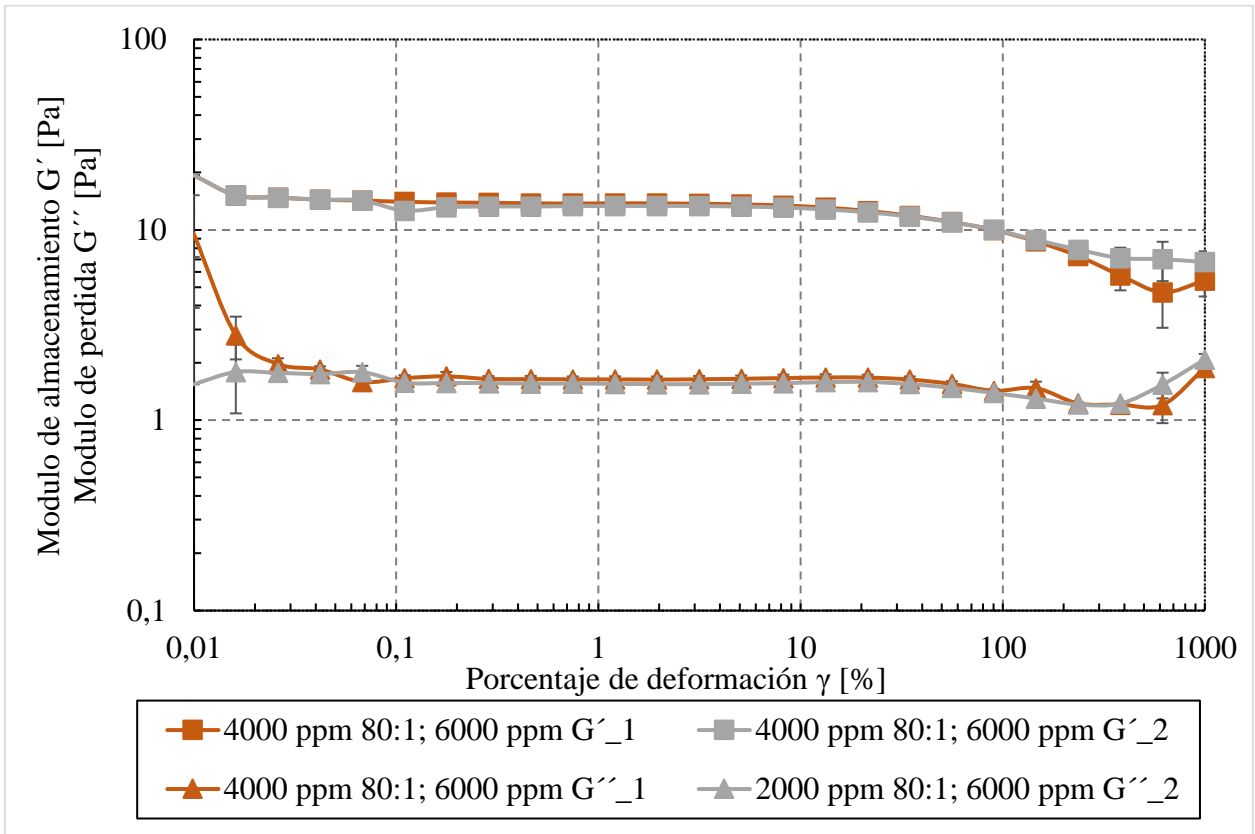
Nota: Resultados obtenido en el modelo de amplitud, en los cuales se observan valores de módulo de almacenamiento ($G' = 10.5$) y módulo de pérdida ($G'' = 1.1$). Asimismo, se identifica el punto a partir del cual finaliza la región lineal viscoelástica (RLV = 100%).

Figura 27. Módulos G' y G'' 2000 ppm (80:1, 6000 ppm).

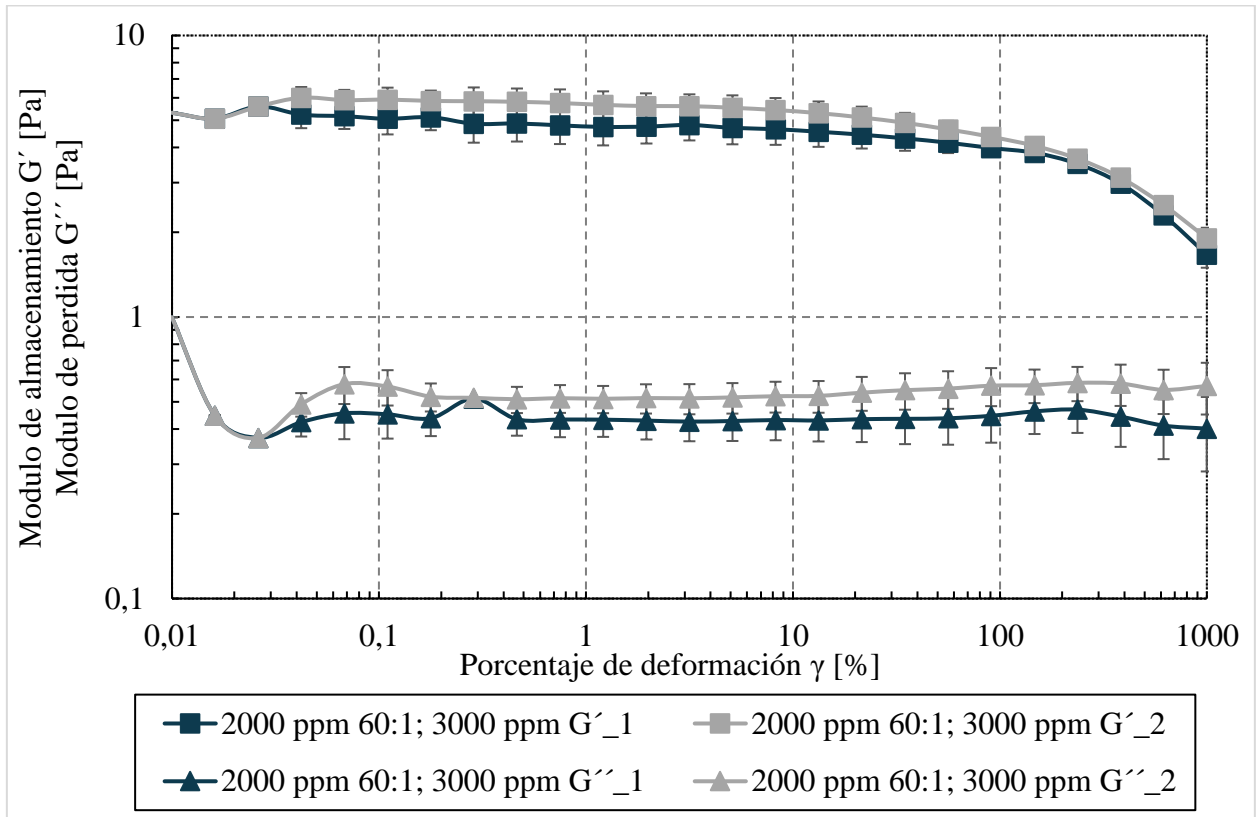


Nota: Resultados obtenidos en el modelo de amplitud, en los cuales se observan valores de módulo de almacenamiento ($G' = 5.3$) y módulo de pérdida ($G'' = 0.5$). Asimismo, se identifica el punto a partir del cual finaliza la región lineal viscoelástica (RLV = 380%).

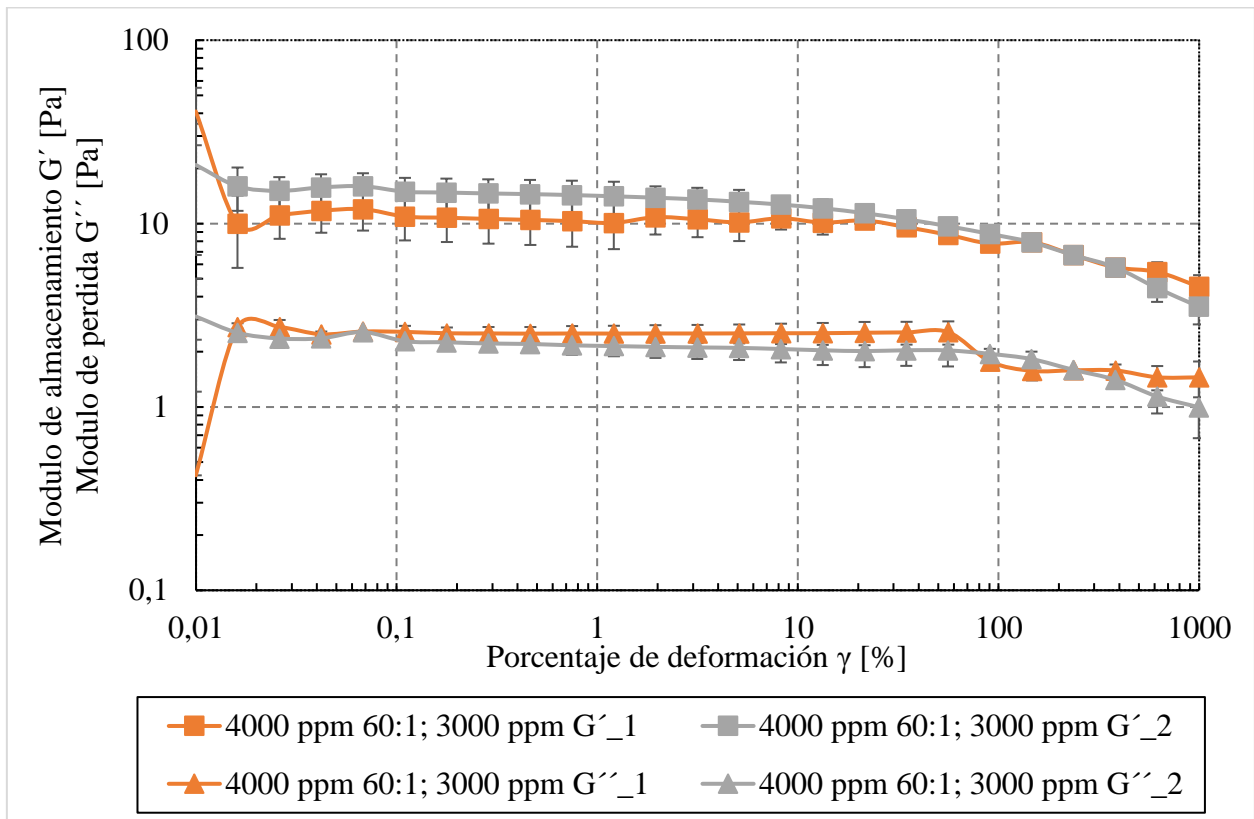
Figura 28. Módulos G' y G'' 4000 ppm (80:1, 6000 ppm).



Nota: Resultados obtenidos en el modelo de amplitud, en los cuales se observan valores de módulo de almacenamiento ($G' = 14.6$) y módulo de pérdida ($G'' = 2.8$). Asimismo, se identifica el punto a partir del cual finaliza la región lineal viscoelástica (RLV = 380%).

Figura 29. Módulos G' y G'' 2000 ppm (60:1, 3000 ppm).

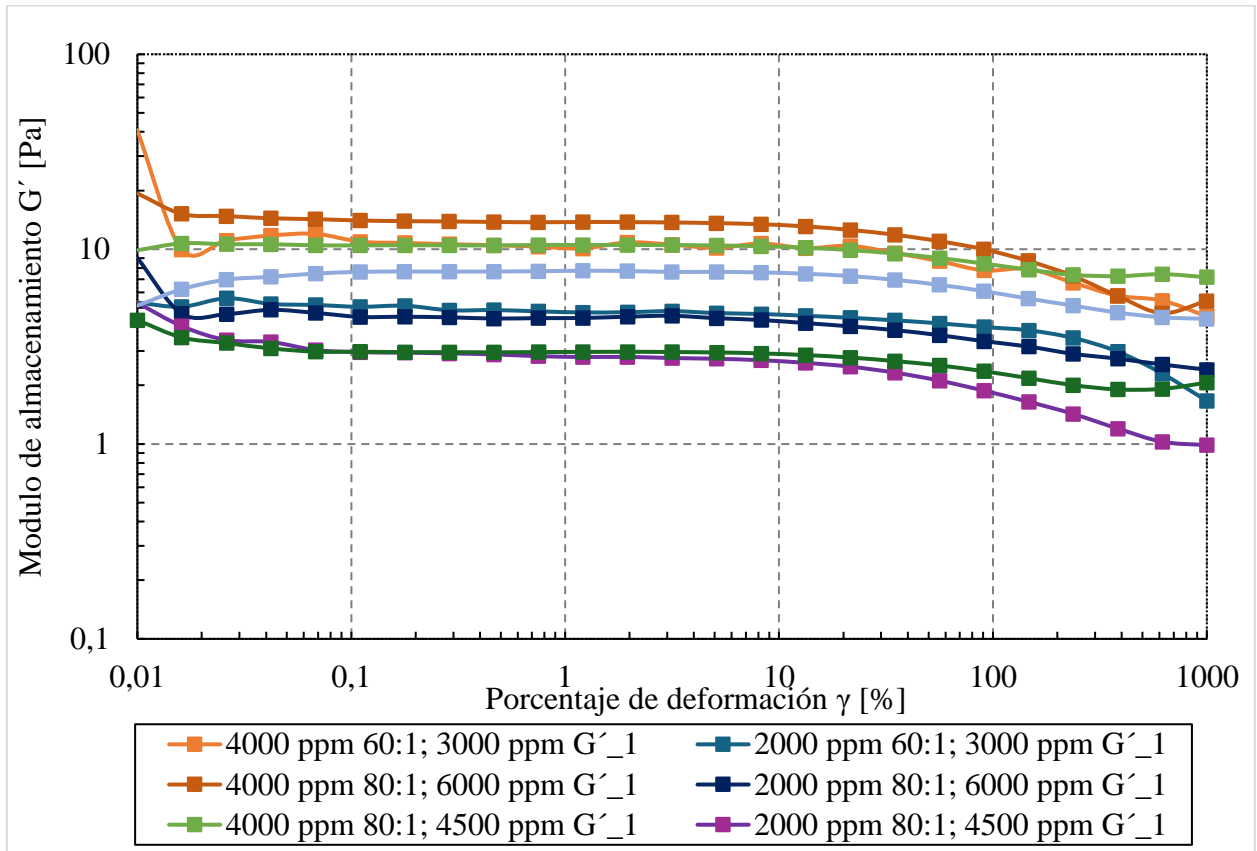
Nota: Resultados obtenidos en el modelo de amplitud, en los cuales se observan valores de módulo de almacenamiento ($G' = 5.2$) y módulo de pérdida ($G'' = 0.5$). Asimismo, se identifica el punto a partir del cual finaliza la región lineal viscoelástica (RLV = 380%).

Figura 30. Módulos G' y G'' 4000 ppm (60:1, 3000 ppm).

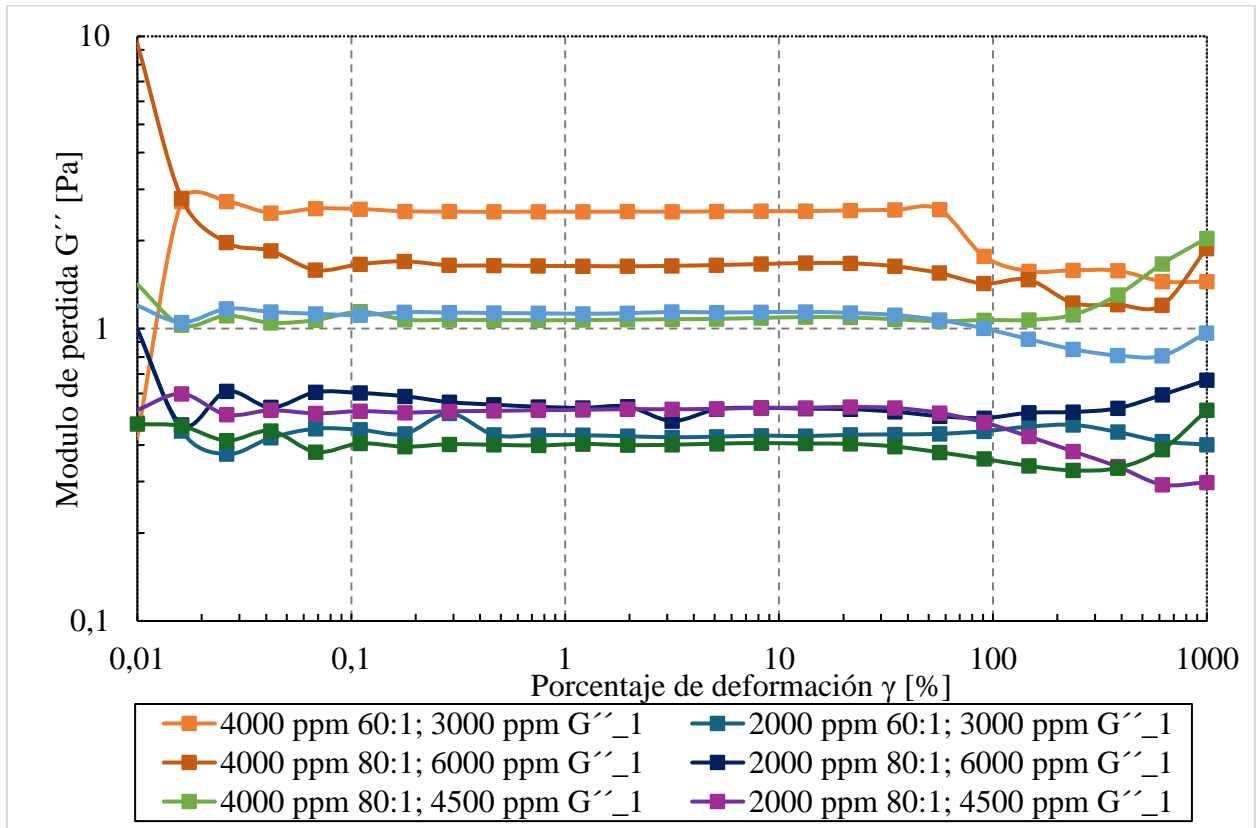
Nota: Resultados obtenidos en el modelo de amplitud, en los cuales se observan valores de módulo de almacenamiento ($G' = 9.9$) y módulo de pérdida ($G'' = 2.3$). Asimismo, se identifica el punto a partir del cual finaliza la región lineal viscoelástica (RLV = 270%)

En los sistemas se observa que $G' > G''$ dentro de la región lineal viscoelástica (RLV), lo cual confirma el dominio del carácter de almacenamiento sobre el de pérdida, característica fundamental en sistemas gelificados. Esta diferencia entre módulos refleja la formación de una red tridimensional estable, capaz de almacenar energía mecánica de deformación sin perder su estructura.

Figura 31. Módulo de almacenamiento (G') de los sistemas gelificantes evaluados.



Nota: La grafica representa el comportamiento de módulo de almacenamiento para los distintos sistemas evaluados, reflejando, la capacidad de los geles para mantener su rigidez estructural.

Figura 32. Módulo de pérdida (G'') de los sistemas gelificantes evaluados.

Nota: La grafica representa el comportamiento del módulo de pérdida para los distintos sistemas evaluados, reflejando, el porcentaje de deformación de los geles.

De la misma manera, se resalta que el sistema con mayor módulo de almacenamiento corresponde a 4000 ppm, 80:1, 6000 ppm (Ubicado en la figura 30) y por otro lado, el de mayor módulo de pérdida corresponde a 4000 ppm, 60:1, 3000 ppm (Ubicado en la figura 31).

Igualmente, en los sistemas al incrementar la amplitud de deformación, ambos módulos tienden a decaer, marcando la salida de la RLV y el inicio de la ruptura progresiva de la red polimérica.

Los valores de G' registrados fueron mayores en las formulaciones con concentraciones poliméricas y de entrecruzador más altas, lo cual indica mayor rigidez estructural y capacidad de soportar tensiones antes de fluir. Por el contrario, en geles de menor concentración, G'' se aproxima a G' , sugiriendo una red menos densa y más susceptible a deformación.

4.5 Resultados análisis estadístico ANOVA.

La Tabla 16 presenta los resultados del análisis de varianza multifactorial aplicado al módulo de almacenamiento (G'), donde se incluyen los parámetros estadísticos característicos: la suma de cuadrados (SC), que representa la variabilidad explicada por cada factor; los grados de libertad (gl), que indican el número de observaciones independientes empleadas en la estimación; el cuadrado medio (CM), obtenido al dividir la SC entre sus gl y que expresa la varianza promedio asociada a cada fuente; la razón F, que compara la varianza del factor con la del error para determinar la magnitud del efecto; y el valor p, que indica la probabilidad de que las diferencias observadas sean debidas al azar, considerándose significativos los valores inferiores a 0.05 con un nivel de confianza del 95 %.

Tabla 16. Análisis Multifactorial ANOVA

| Fuente | Suma de Cuadrados | Gl | Cuadrado Medio | F | Valor p |
|----------------------|-------------------|----|----------------|-------|---------|
| Concentración HPAM | 107,123 | 1 | 107,123 | 42,34 | 0,0000 |
| Relación HPAM/Cr | 903,125 | 1 | 903,125 | 3,57 | 0,0855 |
| Concentración Resina | 42.7817 | 2 | 21.3908 | 8,45 | 0,0060 |
| Residuos | 27.8325 | 11 | 253,023 | N/A | N/A |
| Total (corregido) | 177,74 | 15 | N/A | N/A | N/A |

De acuerdo con los resultados, los factores experimentales (concentración HPAM y concentración de resina presentan) representan efectos estadísticamente significativos ($p < 0.05$) sobre el módulo de almacenamiento, mientras que la relación HPAM/Cr muestra un efecto marginal ($p = 0.0855$).

No obstante, aunque su influencia directa sobre la rigidez no es estadísticamente significativa, se evidenció experimentalmente que el aumento en la concentración del entrecruzador inorgánico Cr(III) tiene un impacto notorio en el tiempo de gelificación, acortándolo de forma considerable.

Esto indica que el incremento en la concentración del polímero y del entrecruzador orgánico contribuye directamente al aumento de la rigidez del gel, al generar una red tridimensional más densa, mientras que la variación del entrecruzador inorgánico actúa principalmente sobre la cinética de gelificación, más que sobre la resistencia mecánica final del gel. El modelo estadístico explica aproximadamente el 84 % de la variabilidad total del sistema, evidenciando un buen ajuste y coherencia con los resultados experimentales previos. Finalmente, el análisis multifactorial ANOVA confirma que la rigidez del gel está controlada principalmente por la concentración de HPAM y de resina fenólica, mientras que la cantidad de Cr(III) influye de manera indirecta, acelerando la formación del gel y afectando los tiempos de gelificación más que su módulo de almacenamiento final.

4.6 Resultados pruebas de compatibilidad fluido – fluido y roca – fluido.

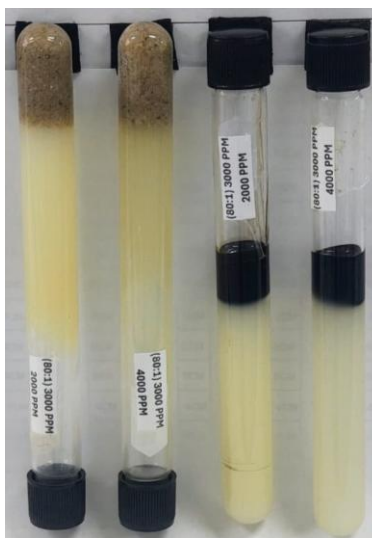
Los resultados presentados a continuación corresponden a los 8 experimentos realizados. Además, en la tabla 17 se presentan el diseño experimental para las pruebas de compatibilidad fluido – fluido y roca – fluido.

Tabla 17. *Diseño experimental de las pruebas de compatibilidad.*

| Factor | Niveles evaluados |
|-------------------------------|--------------------------|
| Concentración de HPAM (ppm) | 2000, 4000 |
| Relación Cr/HPAM | 60:1, 80:1 |
| Concentración de resina (ppm) | 3000, 4500, 6000 |

Tabla 18. Resultado de compatibilidad (Relación 80:1- Concentración 3000 ppm).

| Formulación | 2000 PPM | 4000 PPM |
|-------------|------------------------|------------------------|
| | HMW (80:1) 3000 ppm | HMW (80:1) 3000 ppm |
| Hora (h) | Código gel | Código gel |
| 0:00 | A | A |
| 1:00 | A | A |
| 2:00 | A | A |
| 3:00 | A | A |
| 4:00 | A | A |
| 5:00 | A | A |
| 6:00 | A | A |
| 7:00 | A | C |
| 8:00 | A | C |
| 24 | D | E |
| 48 | F | F |

Figura 33. Relación 80:1- Concentración 3000 ppm

En la Tabla 18 se presentan los códigos resultantes para la relación 80:1 con una concentración de 3000 ppm de resina fenólica. Adicionalmente, en la Figura 33 se presentan el registro fotográfico de los geles en contacto con crudo y con el sustrato mineral. Se evidencia que

no se producen cambios en la coloración del sistema tras dicho contacto, lo que asegura la ausencia de mezclas o reacciones indeseadas entre fases, tanto con el crudo como con el sustrato mineral, es decir, mantienen sus propiedades químicas originales. Asimismo, no se observa alteración en la coloración respecto a los sistemas gelificantes previamente evaluados, y los códigos registrados permanecen consistentes al compararse con los reportados en la sección 4.1 Resultados del Test de Sydansk. Esto confirma que la rigidez y el tiempo de gelificación de los geles no se ven comprometidos incluso frente a agentes externos. Finalmente, dado que la concentración de entrecruzadores se mantiene constante, la formulación más favorable corresponde a 2000 ppm de HMW, ya que combina una adecuada rigidez y robustez con la menor carga polimérica, cumpliendo con el criterio de tiempo de gelificación superior a 8 horas y alcanzando un código final igual o mayor a F.

Tabla 19. Resultado de compatibilidad (Relación 80:1- Concentración 4500 ppm).

| Formulación | 2000 PPM | 4000 PPM |
|--------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| | HMW (80:1) 4500 ppm | HMW (80:1) 4500 ppm |
| Hora (h) | Código Gel | Código Gel |
| 0:00 | A | A |
| 1:00 | A | A |
| 2:00 | A | A |
| 3:00 | A | A |
| 4:00 | A | B |
| 5:00 | B | B |
| 6:00 | B | C |
| 7:00 | C | C |
| 8:00 | C | C |
| 24 | F | G |
| 48 | F | G |

Figura 34. Relación 80:1- Concentración 4500 ppm



En la Tabla 19 se registran los códigos obtenidos para la relación 80:1 con una concentración de 4500 ppm de resina fenólica. En la Figura 34 se incluye el registro fotográfico de los geles en contacto con crudo y con el sustrato mineral. Los resultados muestran que no se presentan modificaciones en la coloración del sistema tras dicho contacto, lo que confirma la ausencia de mezclas o reacciones no deseadas entre fases. Tanto el crudo como el sustrato mantienen sus características químicas originales y se diferencian con claridad de la fase de gel. De igual manera, no se evidencian variaciones de color respecto a los sistemas previamente analizados y los códigos permanecen consistentes al compararlos con los reportados en la sección 4.1 Resultados del Test de Sydansk. Esto corrobora que la rigidez y el tiempo de gelificación de los geles se mantienen estables incluso en presencia de agentes externos. Finalmente, pese al ajuste en la concentración del entrecruzador orgánico, la formulación más recomendable sigue siendo la de 2000 ppm de HMW, ya que ofrece buena rigidez y estabilidad con la menor carga polimérica, cumpliendo con un tiempo de gelificación superior a 8 horas y alcanzando un código final igual o mayor a F.

Tabla 20. Resultado de compatibilidad (Relación 80:1- Concentración 6000 ppm).

| Formulación | 2000 PPM | 4000 PPM |
|-------------|-----------------|-----------------|
| | HMW | HMW |
| | (80:1) 6000 ppm | (80:1) 6000 ppm |
| Hora (h) | Código Gel | Código Gel |
| 0:00 | A | A |
| 1:00 | A | A |
| 2:00 | A | A |
| 3:00 | B | B |
| 4:00 | C | C |
| 5:00 | C | C |
| 6:00 | C | C |
| 7:00 | C | C |
| 8:00 | C | C |
| 24 | F | F |
| 48 | G | G |

Figura 35. Relación 80:1- Concentración 6000 ppm

La Tabla 20 presenta los códigos obtenidos para la relación 80:1 con una concentración de 6000 ppm de resina fenólica, mientras que en la Figura 35 se muestra el registro fotográfico de los geles en contacto con crudo y con el sustrato mineral. En este caso, se observa que la coloración del sistema permanece inalterada tras la interacción con dichos agentes, lo cual descarta la

presencia de mezclas o reacciones adversas entre fases. Tanto el crudo como el sustrato conservan sus propiedades químicas iniciales y se distinguen claramente de la fase de gel. Asimismo, no se aprecian diferencias respecto a los sistemas previamente evaluados, y los códigos registrados son consistentes con los reportados en la sección 4.1 Resultados del Test de Sydansk. Estos hallazgos refuerzan que la rigidez y el tiempo de gelificación de los geles permanecen estables incluso en condiciones de contacto con agentes externos. Finalmente, al emplear la máxima concentración del entrecruzador orgánico, se reafirma que la formulación más conveniente corresponde a 2000 ppm de HMW, ya que proporciona la rigidez y estabilidad necesarias con la menor carga polimérica, cumpliendo con el criterio de tiempo de gelificación superior a 8 horas y alcanzando un código final igual o mayor a F.

Tabla 21. Resultado de compatibilidad (Relación 60:1- Concentración 3000 ppm).

| Formulación | 2000 PPM | 4000 PPM |
|-------------|-----------------|-----------------|
| | HMW | HMW |
| | (60:1) 3000 ppm | (60:1) 3000 ppm |
| Hora (h) | Código Gel | Código Gel |
| 0:00 | A | A |
| 1:00 | A | A |
| 2:00 | A | A |
| 3:00 | A | C |
| 4:00 | A | C |
| 5:00 | A | C |
| 6:00 | A | C |
| 7:00 | A | C |
| 8:00 | A | C |
| 24 | E | D |
| 48 | E | F |

Figura 36. Relación 60:1- Concentración 3000 ppm



En la Tabla 21 se registran los códigos correspondientes a la relación 60:1 con una concentración de 3000 ppm de resina fenólica, mientras que en la Figura 36 se evidencia el registro fotográfico de los geles en contacto con crudo y con el sustrato mineral.

Los resultados permiten constatar que la coloración del sistema no presenta alteraciones tras dicha interacción, lo que indica la ausencia de mezclas o reacciones desfavorables entre fases. Tanto el crudo como el sustrato mantienen sus características originales y se diferencian de manera clara. De igual forma, no se detectan variaciones respecto a los sistemas evaluados previamente, y los códigos permanecen acordes con los reportados en la sección 4.1 Resultados del Test de Sydansk. Este comportamiento confirma que la rigidez y el tiempo de gelificación de los geles se mantienen estables aun frente al contacto con agentes externos. Finalmente, al aplicarse una relación distinta de entrecruzador inorgánico, se establece que la formulación más apropiada sigue siendo la de 2000 ppm de HMW, pues garantiza la rigidez y estabilidad requeridas con la menor carga polimérica, cumpliendo con un tiempo de gelificación superior a 8 horas y alcanzando un código final igual o mayor a F.

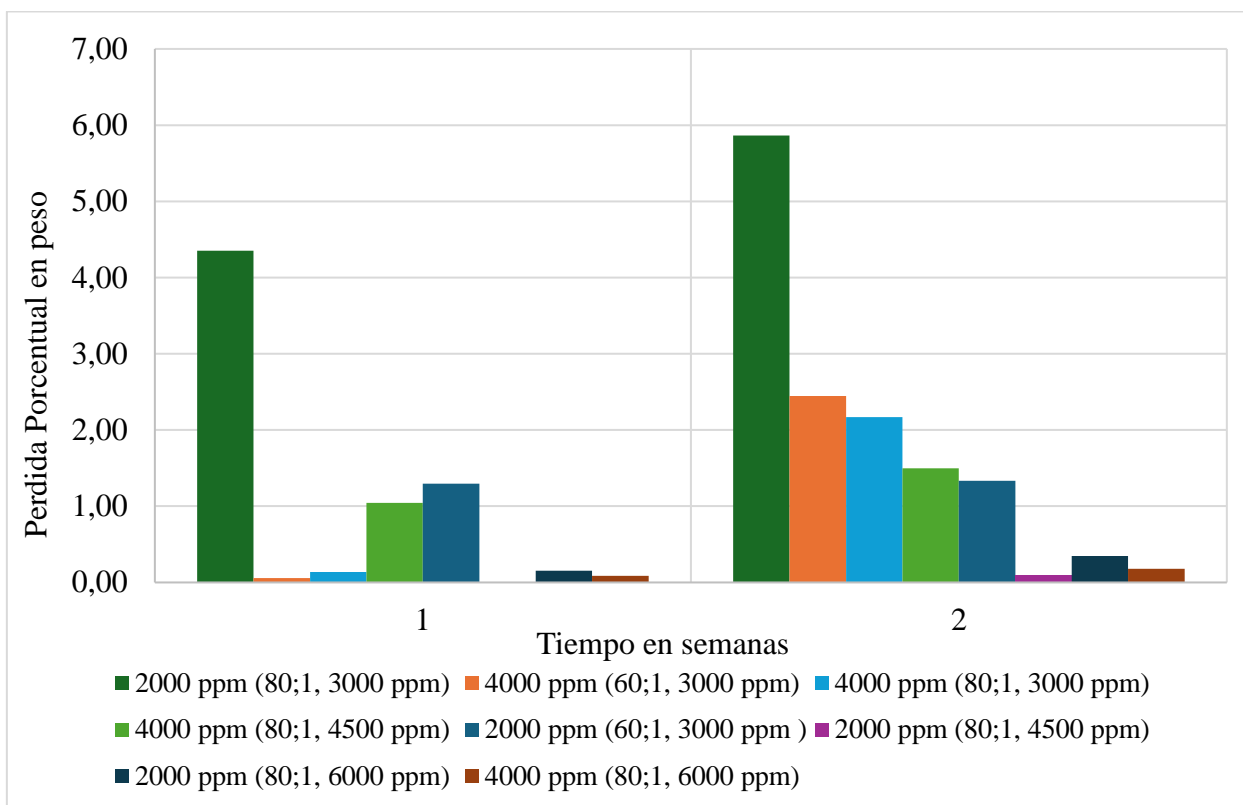
Entonces, de acuerdo con los resultados obtenidos en las pruebas de compatibilidad fluido-fluido y roca-fluido demostraron un comportamiento estable de los sistemas gelificantes bajo las condiciones de envejecimiento a 65 °C. No se evidenciaron fenómenos indeseados tales como separación de fases, precipitación de sólidos, desestabilización térmica ni pérdida de rigidez estructural. Tampoco se observaron interferencias en el proceso de entrecruzamiento ni alteraciones visibles en la consistencia del gel de acuerdo con la clasificación del “Test de Sydansk”. En resumen, se puede afirmar que los sistemas gelificantes formulados mantienen su integridad, son compatibles con el crudo y con la matriz rocosa del campo, confirmando su viabilidad para aplicaciones en condiciones de yacimiento.

4.7 Resultado prueba de estabilidad.

Para evaluar la estabilidad de los geles en el tiempo, se determinó la pérdida de peso porcentual de cada muestra a partir de registros semanales. En primer lugar, se pesaron individualmente todos los tubos de ensayo vacíos, y a partir de estos valores se obtuvo el promedio del peso del tubo de ensayo vacío, el cual se empleó como referencia para los cálculos posteriores. Seguidamente, se pesaron los tubos con las muestras recién preparadas, obteniendo el peso total inicial.

El peso neto del gel en el tiempo cero se determinó por la diferencia entre el peso total y el peso promedio del tubo vacío. En cada medición, se calculó el peso neto del gel restando al peso total registrado el peso promedio del tubo vacío. Con estos datos se obtuvo el porcentaje de pérdida de peso comparando el peso del gel en cada semana con su peso inicial.

Los resultados presentados a continuación corresponden a las muestras monitoreadas. La figura 37 presenta la evolución de la pérdida de peso porcentual en función del tiempo, lo que permite observar la tendencia de cada sistema.

Figura 37. Pérdida de peso porcentual vs tiempo.

El mayor porcentaje de pérdida de peso observado en la figura 37, corresponde a la formulación de 2000 ppm, 80:1, 3000 ppm. Este mayor porcentaje de pérdida de peso puede atribuirse a una menor densidad de entrecruzamiento de la red polimérica. A concentraciones bajas, el número de cadenas disponibles para interactuar con el entrecruzador disminuye, generando una red tridimensional menos densa y con menor capacidad para retener agua.

Esta condición estructural facilita la sinéresis y la expulsión de agua con el tiempo, reflejándose en un incremento de la pérdida de peso. En contraste, las formulaciones con mayor concentración presentan un entrecruzamiento más robusto, lo que confiere mayor estabilidad frente a la separación de fases. Lo anterior se hace más evidente al comparar formulaciones que comparten la misma concentración polimérica, siendo ambas las de menor contenido de polímero evaluado.

En particular, la formulación con relación 60:1 contiene una mayor cantidad de acetato de cromo que la formulación 80:1, lo cual se traduce en un mayor número de puntos de coordinación entre los grupos carboxilo de la poliacrilamida y los iones Cr (III).

Esto permite que la red inicial formada sea más compacta y con mayor capacidad de interacción posterior con la resina fenólica. En contraste, cuando la proporción de acetato es menor (80:1) y la concentración de resina fenólica no es tan alta, la red resulta más débil, lo que compromete la sinergia del sistema compuesto y favorece una mayor pérdida de agua.

Este resultado no contradice lo anterior, sino que refleja el efecto de la mayor carga polimérica: al haber más cadenas disponibles, la red tridimensional es más densa y estable, aun cuando la proporción de Cr (III) sea menor. Adicionalmente, debe considerarse que el polímero empleado presenta un grado de hidrólisis de 5–10%, lo que implica una mayor cantidad de grupos amida libres capaces de reaccionar con la resina fenólica.

Esto confirma que el equilibrio entre la resina fenólica y el acetato de cromo es determinante para lograr una formulación más consistente y estable, como es el caso del sistema gelificante 4000 ppm, 80:1, 6000 ppm mostrando un menor porcentaje de perdido de peso de los sistemas evaluados y a su vez, el candidato con mejores resultados en las etapas previas de la investigación.

Conclusiones

La revisión documental permitió seleccionar los componentes y rangos de concentración de los sistemas gelificantes, tomando como referencia los resultados reportados en la literatura. Asimismo, el análisis de las diferentes investigaciones estableció los protocolos experimentales

Este proceso aseguró que las formulaciones evaluadas contaran con un respaldo científico sólido y que el diseño experimental se desarrollara bajo parámetros previamente validados para aplicaciones de control de agua en yacimientos.

El análisis realizado mediante el “Test de Sydansk” permitió determinar que las formulaciones más adecuadas corresponden a las cargas poliméricas de 2000 ppm y 4000 ppm. Estas concentraciones, independientemente de la variación en los entrecruzadores, cumplieron satisfactoriamente con los criterios definidos en el diseño experimental: tiempos de gelificación superiores a 8 horas, códigos finales iguales o mayores a “F” e implementación de una menor carga polimérica para alcanzar un desempeño adecuado. Esta prueba, arrojó que el uso en conjunto de entrecruzadores (Orgánico e Inorgánico) genera una sinergia favorable en la formación de redes poliméricas estables, en comparación con su uso individual, además, muestran una concordancia general con lo reportado en la literatura, evidenciándose que, a mayor concentración de resina fenólica y acetato de cromo, se incrementan la rigidez y la estabilidad de los geles poliméricos.

En consecuencia, los análisis reológicos lograron registrar las formulaciones en las que el módulo de almacenamiento (G') fue mayor de manera consistente sobre el módulo de pérdida (G''), confirmado un comportamiento propio de redes tridimensionales poliméricas bien consolidadas.

En este orden, la formulación con mejor comportamiento reológico fue 4000 ppm, 80:1, 6000 ppm al mantener con una viscosidad manejable tanto su estado base (Solución polimérica) como en el estado entrecruzado y unos módulos de amplitud adecuados. En los cuales se observan valores de módulo de almacenamiento ($G' = 14.6$) y módulo de pérdida ($G'' = 2.8$). Asimismo, se identificó el punto a partir del cual finaliza la región lineal viscoelástica ($RLV = 380\%$), lo que resulta fundamental al establecer el rango en el que el sistema conserva su estructura interna sin alteraciones. Los resultados obtenidos muestran que, debe existir una relación entre el incremento de la concentración de entrecruzadores y la carga polimérica, para que los geles pasen de estado fluido a una consistencia rígida con tiempos de gelificación controlables, alcanzando códigos finales iguales o mayores a F.

Por otro lado, la evaluación de estabilidad y compatibilidad de los sistemas gelificantes, tanto en pruebas fluido-fluido como roca-fluido y complementada con el monitoreo de pérdida de peso porcentual de las muestras, demostró que los geles formados conservaron sus propiedades sin presentar inconsistencias como separación de fases, debilitamiento estructural, desestabilización térmica y un porcentaje de pérdida de peso menor al 10%. Finalmente, los resultados obtenidos consolidan a la formulación 4000 ppm HMW, 80:1, 6000 ppm, durante la investigación como la más adecuada dentro de las evaluadas, por su capacidad de mantener los criterios experimentales y condiciones de estudio. Esto consolida a los geles poliméricos con entrecruzadores compuestos

como una solución confiable para procesos de control de agua, al combinar estabilidad, compatibilidad y sin afectar la viabilidad técnico-financiera del proyecto.

Recomendaciones

Se recomienda complementar los análisis reológicos y de estabilidad con estudios morfológicos empleando microscopía electrónica de barrido (SEM). Esta técnica permitirá observar directamente la estructura interna de los geles, identificando la distribución, densidad y uniformidad de la red polimérica formada por los entrecruzadores compuestos. El análisis de las micrografías proporcionará información valiosa sobre el grado de entrecruzamiento, la presencia de poros o zonas heterogéneas, y la relación entre la microestructura y las propiedades mecánicas del gel. Estos resultados contribuirán a correlacionar la rigidez y estabilidad observadas con la arquitectura interna del material, fortaleciendo la comprensión del mecanismo de gelificación.

Se sugiere orientar futuras investigaciones hacia la incorporación de nanomateriales, tales como nanopartículas de sílice, alúmina u óxidos metálicos, con el propósito de incrementar la resistencia térmica y mecánica del gel.

Se plantea analizar la incorporación de retardantes en las formulaciones que presentan tiempos de gelificación excesivamente cortos, con el propósito de garantizar su viabilidad operacional durante el proceso de inyección. La inclusión de estos aditivos permitiría extender el periodo de gelificación sin comprometer la rigidez ni la estabilidad térmica del sistema, facilitando su manejo y colocación en el yacimiento.

Referencias Bibliográficas

- Amaguaña Amagua, P. J., & Vargas Andi, K. W. (2022). *Análisis técnico para determinar la intrusión temprana de agua de la arenisca M-1 en los pozos del campo Tambococha* [Tesis de pregrado, Universidad Central del Ecuador].
- American Petroleum Institute. (1990). *Recommended Practices for Evaluation of Polymers Used in Enhanced Oil Recovery Operations* (Vol. 63). American Petroleum Institute.
- Amir, Z., Said, I. M., & Jan, B. M. (2019). In situ organically cross-linked polymer gel for high-temperature reservoir conformance control: A review. *Polymers for Advanced Technologies*, 30(1), 13-39. <https://doi.org/10.1002/pat.4469>
- Bai, B., Zhou, J., & Liu, Y. (2015). A comprehensive review of polyacrylamide polymer gels for conformance control. *Petroleum Exploration and Development*, 42(4), 525–532. [https://doi.org/10.1016/S1876-3804\(15\)30045-8](https://doi.org/10.1016/S1876-3804(15)30045-8)
- Chan, K. S. (1995, October). Water control diagnostic plots. In *SPE Annual Technical Conference and Exhibition* (pp. SPE-30775). Society of Petroleum Engineers. <https://doi.org/10.2118/30775-MS>
- Díaz Analuisa, J. F., & Chulde Defaz, S. F. (2021). *Análisis de alternativas para disminuir la producción de agua de formación asociada a la producción de petróleo* [Tesis de pregrado, Escuela Politécnica Nacional].

- Ferrucho Herrera, A. J., & Infante Urrea, C. N. (2020). *Diseño de una metodología gráfica para el diagnóstico del mecanismo de producción de agua en pozos petroleros verticales y desviados para futuros trabajos de control de esta en fondo* [Tesis de pregrado, Fundación Universidad de América].
- Geng, J., Pu, J., & Bai, B. (2018). Effect of the chromium ion diffusion in polyacrylamide/chromium acetate gelation system with surrounding water on gelation behavior. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 171, 1067–1076. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2018.05.068>
- Giraldo, L. J., Giraldo, M. A., Llanos, S., Maya, G., Zabala, R. D., Nassar, N. N., Franco, C. A., Alvarado, V., & Cortés, F. B. (2017). The effects of SiO₂ nanoparticles on the thermal stability and rheological behavior of hydrolyzed polyacrylamide based polymeric solutions. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 159, 841–852. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2017.10.009>
- Knop, A., & Pilato, L. A. (1985). *Phenolic Resins: Chemistry, Applications, and Performance*. Springer-Verlag. <https://doi.org/10.1007/978-3-662-02429-4>
- Lu, S., Bo, Q., Zhao, G., Shaikh, A., & Dai, C. (2023). Recent advances in enhanced polymer gels for profile control and water shutoff: A review. *Frontiers in Chemistry*, 11. <https://doi.org/10.3389/fchem.2023.1107437>
- Parra Silva, W. (2022). *Implementación de técnicas para aislamiento de agua (“Water Shut Off”) en yacimientos de crudo extrapesado con arenas masivas y presencia de acuífero activo* [Tesis de pregrado, Universidad Industrial de Santander].

- Poljanšek, I., & Krajnc, M. (2005). Characterization of phenol–formaldehyde prepolymer resins by in-line FT-IR spectroscopy. *Acta Chimica Slovenica*, 52(3), 238–244.
- Ramírez, A. T. O., Maldonado, D. F. M., & Rodríguez, E. D. O. (2019). *Revisión general de la producción elevada de agua en la industria del petróleo* [Tesis de pregrado, Universidad de los Andes].
- Reddy, B. R., Eoff, L., Crespo, F., & Lewis, C. (2013, April). Avances recientes en sistemas de polímeros de conformidad reticulados orgánicamente. In *SPE International Symposium on Oilfield Chemistry*, The Woodlands, Texas, EE. UU. <https://doi.org/10.2118/164115-MS>
- Shaikh Mohammad Shehbaz, & Bera, A. (2023). Effects of nanoparticles, polymer and accelerator concentrations, and salinity on gelation behavior of polymer gel systems for water shut-off jobs in oil reservoirs. *Petroleum Research*, 8(2), 234–243. <https://doi.org/10.1016/j.ptlrs.2023.02.004>
- Sharifpour, E., Escrochi, M., Riazi, M., & Ayatollahi, S. (2016). Sobre la importancia de la rigidez y cobertura del gel en un tratamiento inteligente de cierre de agua en pozos de gas. *Revista de Ciencia e Ingeniería del Gas Natural*, 31, 808–818.
- Sun, F., Lin, M., Dong, Z., Zhu, D., Wang, S. L., & Yang, J. (2016). Effect of composition of HPAM/chromium(III) acetate gels on delayed gelation time. *Journal of Dispersion Science and Technology*, 37(6), 753–759. <https://doi.org/10.1080/01932691.2015.1041034>

- Sun, X., & Bai, B. (2017). Comprehensive review of water shutoff methods for horizontal wells. *Petroleum Exploration and Development*, 44(6), 1022–1029. [https://doi.org/10.1016/S1876-3804\(17\)30112-6](https://doi.org/10.1016/S1876-3804(17)30112-6)
- Wanli Kang, K., Kang, X., Lashari, Z. A., Li, Z., Zhou, B., Yang, H., Sarsenbekuly, B., & Aidarova, S. (2021). Progress of polymer gels for conformance control in oilfields. *Advances in Colloid and Interface Science*, 289, 102384. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2021.102384>
- Wang, W., Xu, Y., Ge, J., Guo, H., et al. (2022). Phenolic resin gel suitable for medium temperature and high salinity reservoirs. *Journal of Molecular Liquids*, 364, 119887. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2022.119887>
- Yao, E., Yu, G., Li, B., Zhao, L., Li, Y., Bai, H., & Zhou, F. (2022). High-temperature-resistant, low-concentration water-controlling composite cross-linked polyacrylamide weak gel system prepared from oilfield sewage. *ACS Omega*, 7(15), 12570–12579. <https://doi.org/10.1021/acsomega.1c05675>
- Yudhowijoyo, A., Rafati, R., Sharifi Haddad, A., Pokrajac, D., & Manzari, M. (2019, September). Desarrollo de geles nanocompuestos a partir de biopolímeros para el control de fugas en pozos de petróleo y gas. In *SPE Offshore Europe Conference and Exhibition*, Aberdeen, Reino Unido. <https://doi.org/10.2118/195765-MS>
- Zeeshan Ali Lashari, Z., Yang, H., Zhu, Z., Tang, X., Cao, C., Iqbal, M. W., & Kang, W. (2018). Experimental research of high-strength thermally stable organic composite polymer gel. *Journal of Molecular Liquids*, 263, 172–180. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2018.04.091>

Zheng, J., Aziz, T., Fan, H., Haq, F., Khan, F. U., Ullah, R., Ullah, B., Khattak, N. S., & Wei, J. (2020). Synergistic impact of cellulose nanocrystals with multiple resins on thermal and mechanical behavior. *Zeitschrift für Physikalische Chemie*, 235(11–12), 1247–1262. <https://doi.org/10.1515/zpch-2020-1697>

Apéndices

Apéndices A Caracterización FTIR

Los espectros infrarrojos por transformada de Fourier (FTIR) se obtuvieron en modo transmitancia, en el intervalo de 4000 a 400 cm^{-1} , utilizando el eje de número de onda invertido. La identificación de las bandas se realizó a partir de los mínimos de transmitancia (%T) y se contrastó con valores reportados en la literatura para los reactivos seleccionados. La aplicación de esta técnica fue indispensable, ya que proporcionó la evidencia espectroscópica necesaria para verificar la pureza y composición química de los reactivos empleados como el HPAM, acetato de cromo y de la resina fenólica sintetizada. Además, la comparación de los espectros obtenidos con los datos reportados en la literatura permitió confirmar la identidad de los compuestos analizados y asegurar la coherencia de los resultados con referencias ampliamente documentadas, reforzando así la confiabilidad de los reactivos empleados en el estudio.

Apéndices B Caracterización FTIR del Acetato de cromo (III)

El espectro presenta una banda ancha centrada en $\sim 3400 \text{ cm}^{-1}$ atribuida al estiramiento O–H de moléculas de agua de coordinación, así como una señal de flexión H–O–H en torno a 1600 cm^{-1} . Las bandas características del anión carboxilato se observan en $\sim 1555\text{--}1575 \text{ cm}^{-1}$ para el modo de estiramiento asimétrico ($\nu_{\text{as}}(\text{COO}^-)$) y en $\sim 1410\text{--}1440 \text{ cm}^{-1}$ para el estiramiento simétrico ($\nu_{\text{s}}(\text{COO}^-)$). La diferencia de frecuencias $\Delta\nu$ obtenida se encuentra en el rango 140–160 cm^{-1} , valor que sugiere un modo de coordinación bidentado de tipo puente. Así mismo se evidencia la presencia de la banda de C=O libre ($\sim 1710 \text{ cm}^{-1}$), lo que confirma la sal carboxilato. En la región de baja frecuencia se aprecia una señal atribuida al enlace Cr–O ($\sim 620\text{--}650 \text{ cm}^{-1}$).

Este comportamiento del espectro es acorde a lo reportado en la literatura [Shahadat, Rafatullah, & Teng, 2013; Nawaz et al., 2017].

Tabla 21.

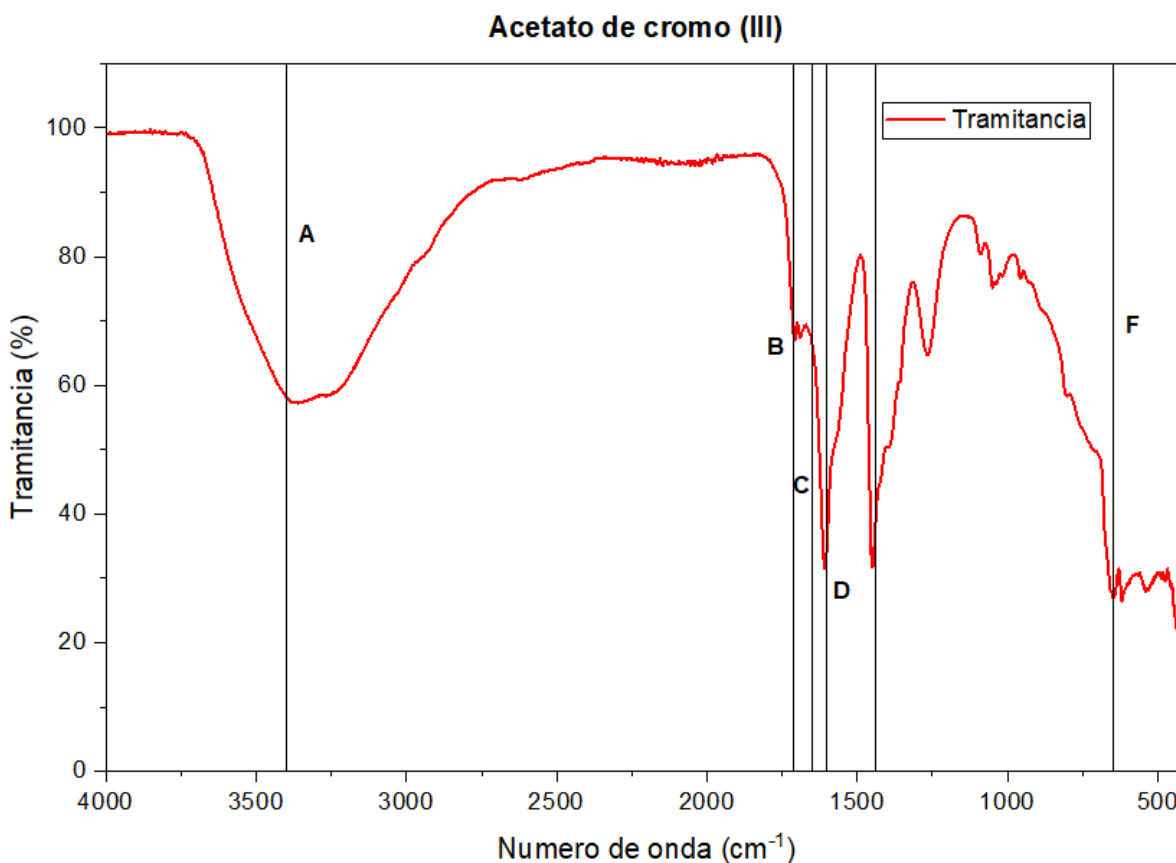
Bandas principales del acetato de cromo (III)

| Banda / Tipo de vibración | Rango observado (cm⁻¹) | Asignación | Interpretación |
|--|--|---|--|
| O–H (estiramiento) (A) | 3400 ± 20 | Estiramiento O–H de moléculas de agua de coordinación | Presencia de agua coordinada |
| δ(H–O–H) (flexión) (B) | 1630 ± 5 | Flexión H–O H (agua de coordinación) | Complementa la banda ancha de O–H |
| v _{as} (COO ⁻) (D) | 1555–1575 | Estiramiento asimétrico del anión carboxilato | N/A |
| v _s (COO ⁻) (E) | 1410–1440 | Estiramiento simétrico del anión carboxilato | N/A |
| Δv (v _{as} – v _s) | 140–160 | Diferencia entre estiramientos | Coordinación bidentada puente |
| C=O libre (ausente) (C) | ~1710 (no observado) | Estiramiento de carbonilo libre | Confirma ausencia de ácido acético libre |

| | | | |
|------|---------|--------------------------------|---------------------------------|
| Cr–O | 620–650 | Estiramiento metal– oxígeno | Enlace directo Cr–O presente |
| (F) | | | |

Figura 38.

Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier de acetato de cromo



Apéndices C Caracterización FTIR de la Poliacrilamida parcialmente hidrolizada (HPAM)

El espectro FTIR correspondiente al polímero HPAM presenta una banda ancha entre 3200–3400 cm⁻¹, asociada al estiramiento de los grupos N–H de la amida y O–H de los grupos carboxilato generados por la hidrólisis parcial. En 2920–2850 cm⁻¹ se evidencian señales de estiramiento C–H alifático. La banda de la amida I, correspondiente al estiramiento C=O de los grupos –CONH₂, aparece en torno a 1650–1670 cm⁻¹, mientras que la banda de la amida II atribuida a la deformación N–H se observa en el rango 1550–1600 cm⁻¹.

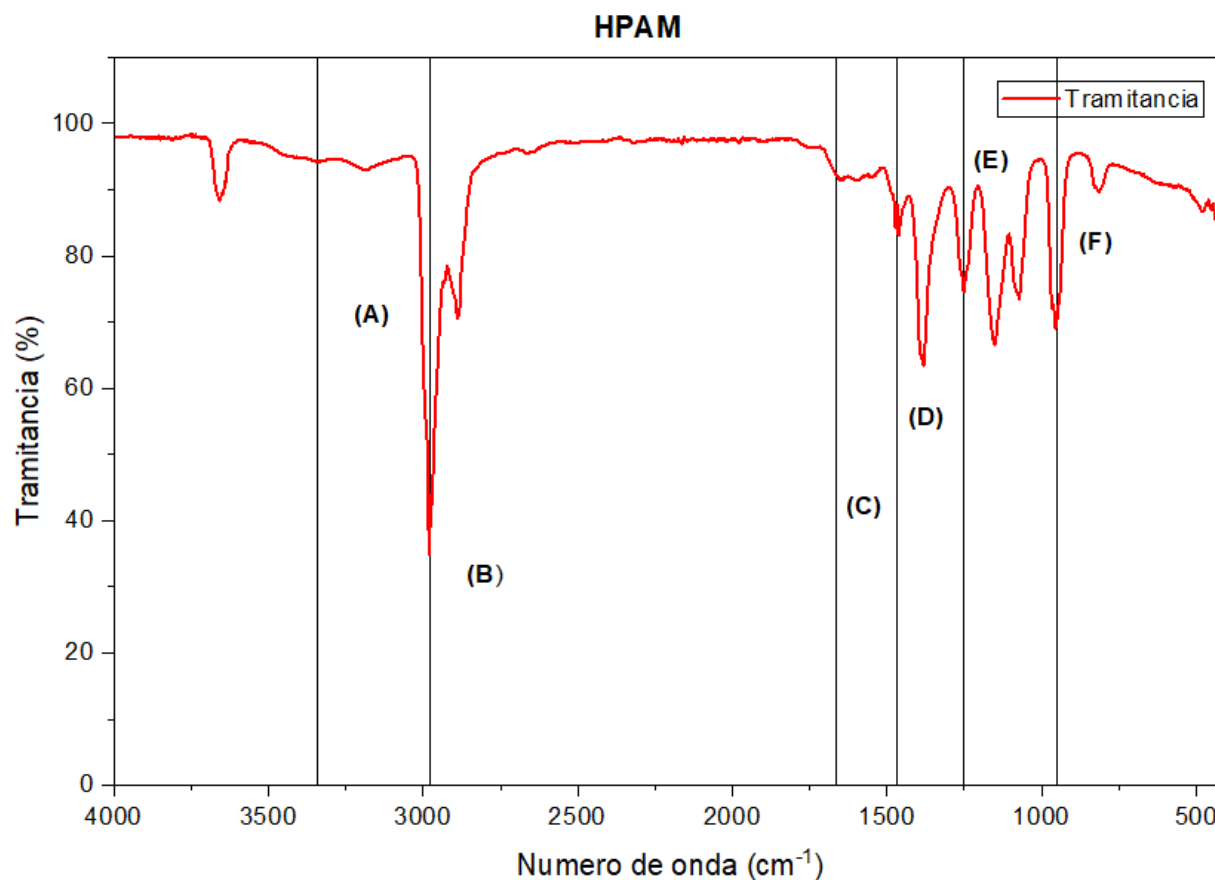
La hidrólisis parcial del polímero se confirma con la aparición de un par de bandas características del anión carboxilato COO^- : el modo asimétrico cercano a 1560 cm^{-1} y el modo simétrico en $1410\text{--}1440 \text{ cm}^{-1}$. Además, se distinguen absorciones en el intervalo $1450\text{--}1250 \text{ cm}^{-1}$, asociadas a vibraciones C–N y C–O, y en $1100\text{--}1000 \text{ cm}^{-1}$, correspondientes a estiramientos C–O en la estructura polimérica. Estos resultados concuerdan con las asignaciones reportadas para poliacrilamidas parcialmente hidrolizadas en la literatura [Zhang et al., 2017; Pei et al., 2018].

Tabla 22.

Bandas principales de la poliacrilamida parcialmente hidrolizada.

| Banda / Tipo de vibración | Rango observado (cm^{-1}) | Asignación | Interpretación |
|---|--|--|--|
| N–H / O–H (estiramiento) (A) | 3200–3400 | Estiramiento N–H y O–H | Grupos amida y carboxilato por hidrólisis |
| C–H alifático (estiramiento) (B) | 2920–2850 | Estiramiento C–H alifático | Estructura polimérica |
| Amida I (C) | 1650–1670 | Estiramiento C=O de – CONH ₂ | Grupo amida |
| Amida II (D) | 1500 | Deformación N–H | Grupo amida |
| $\nu_{\text{as}}(\text{COO}^-)$ | ~1560 | Estiramiento asimétrico COO^- | Evidencia de hidrólisis parcial |

| Banda / Tipo de vibración | Rango observado (cm⁻¹) | Asignación | Interpretación |
|------------------------------------|--|--|------------------------------------|
| v _s (COO ⁻) | 1410–1440 | Estiramiento simétrico COO ⁻ | Evidencia de hidrólisis parcial |
| C–N / C–O (E) | 1450–1250 | Estiramientos C–N y C–O | Grupos amida y carboxilato |
| C–O (F) | 1100–1000 | Estiramiento C–O | Estructura polimérica |

Figura 39.*Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier del HPAM***Apéndices D Caracterización FTIR de la Resina fenol-formaldehído.**

El espectro FTIR de la resina presenta una banda ancha centrada en el intervalo 3200–3500 cm^{-1} , atribuida al estiramiento de los grupos O–H fenólicos. Las señales en 2920–2850 cm^{-1} corresponden a estiramientos C–H alifáticos. En la región aromática se distinguen bandas en ~ 1600 y ~ 1500 cm^{-1} , asociadas al estiramiento C=C del anillo aromático.

Entre 1260 y 1020 cm^{-1} se observa un conjunto de absorciones características de enlaces C–O fenólicos y de puentes éter C–O–C formados durante la policondensación. En la región 830–750 cm^{-1} aparecen bandas atribuibles a las vibraciones fuera de plano del C–H aromático. Es importante señalar la ausencia de señal intensa en 1710–1730 cm^{-1} , lo que indica que no

permanecen grupos carbonilo libres, evidenciando que la reacción de condensación consumió el formaldehído y no se generaron subproductos carbonílicos.

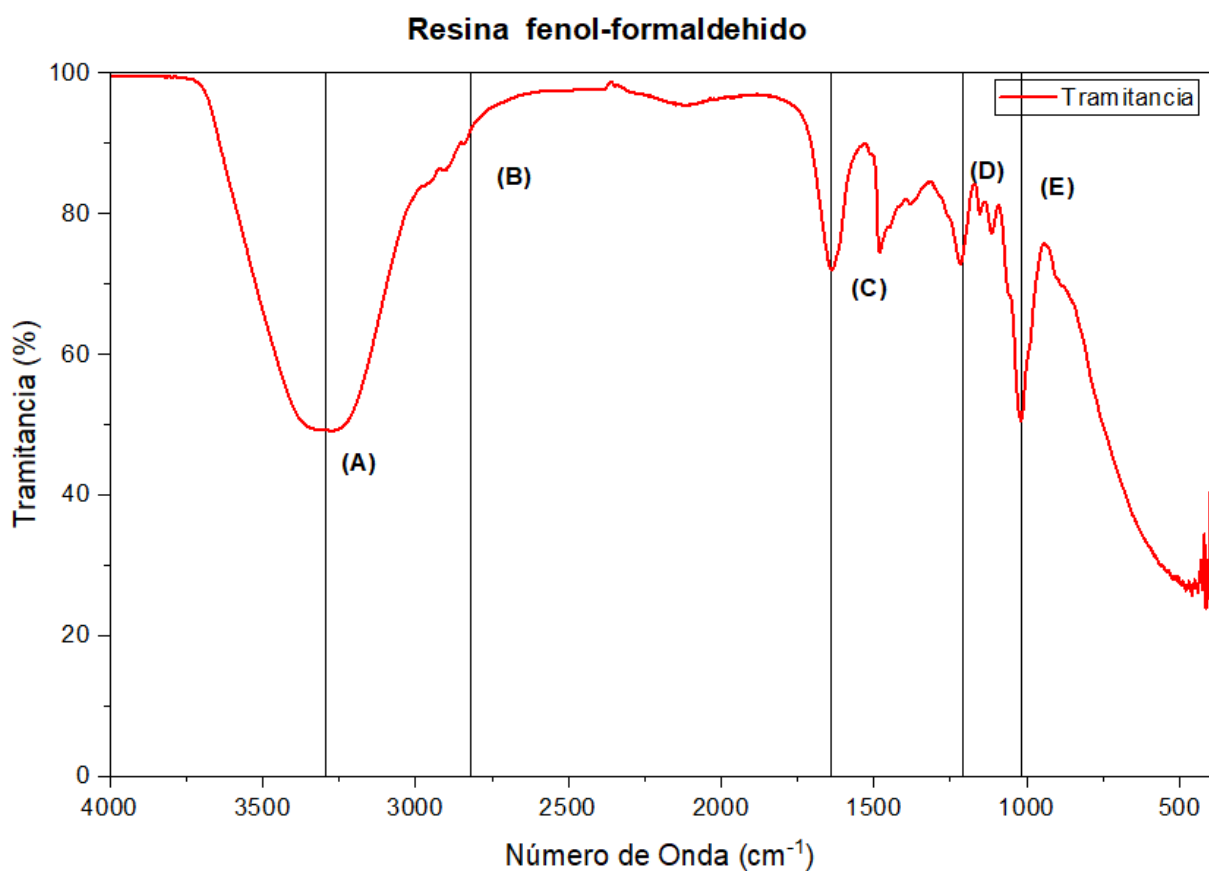
Estos resultados concuerdan con lo esperado para resinas fenólicas tipo resol, confirmando la correcta síntesis y estructura del entrecruzador obtenido [Zheng et al., 2020; Poljanšek & Krajnc, 2005].

Tabla 23.

Bandas principales de la poliacrilamida parcialmente hidrolizada.

| Banda / Tipo de vibración | Rango observado (cm⁻¹) | Asignación | Interpretación |
|--|--|-----------------------------------|--|
| O–H (estiramiento) (A) | 3200–3500 | Estiramiento O–H fenólico | Grupos hidroxilo presentes |
| C–H alifático (estiramiento) (B) | 2920–2850 | Estiramiento C–H | Cadena alifática |
| C=C aromático (C) | 1600 y 1500 | Estiramiento C=C | Esqueleto aromático |
| C–O / C–O–C (D) | 1260–1020 | Vibraciones C–O y enlaces éter | Formación de puentes –CH ₂ –O– |
| C–H aromático fuera del plano (E) | 830–750 | Flexión fuera del plano C–H | Sustitución aromática |

| Banda / Tipo de vibración | Rango observado (cm^{-1}) | Asignación | Interpretación |
|---------------------------|--------------------------------------|------------------------|---|
| C=O (ausente) | 1710–1730 | Estiramiento carbonilo | Ausencia confirma consumo de formaldehído |

Figura 40.*FTIR Resina fenol - formaldehido*

Apéndices E Viscosidades de las soluciones poliméricas

Figura 41.

Comportamiento de la viscosidad Vs Tasa de corte, 2000 ppm.

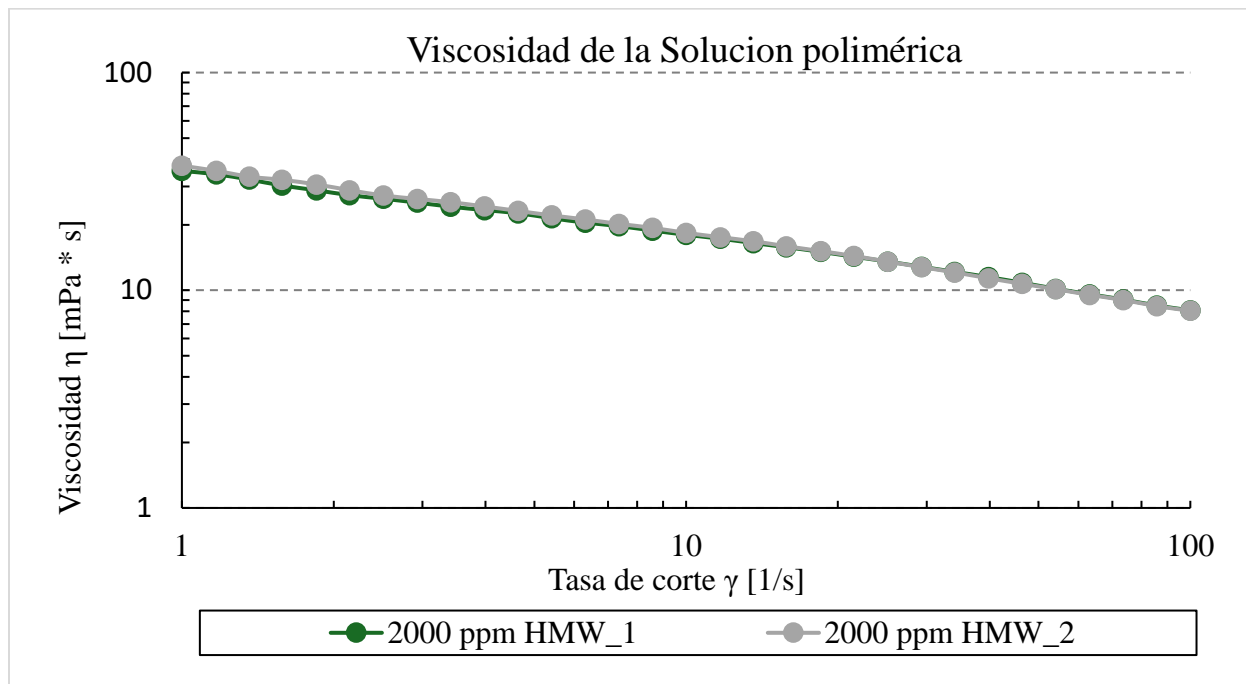


Figura 42.

Comportamiento de la viscosidad Vs Tasa de corte, 4000 ppm.

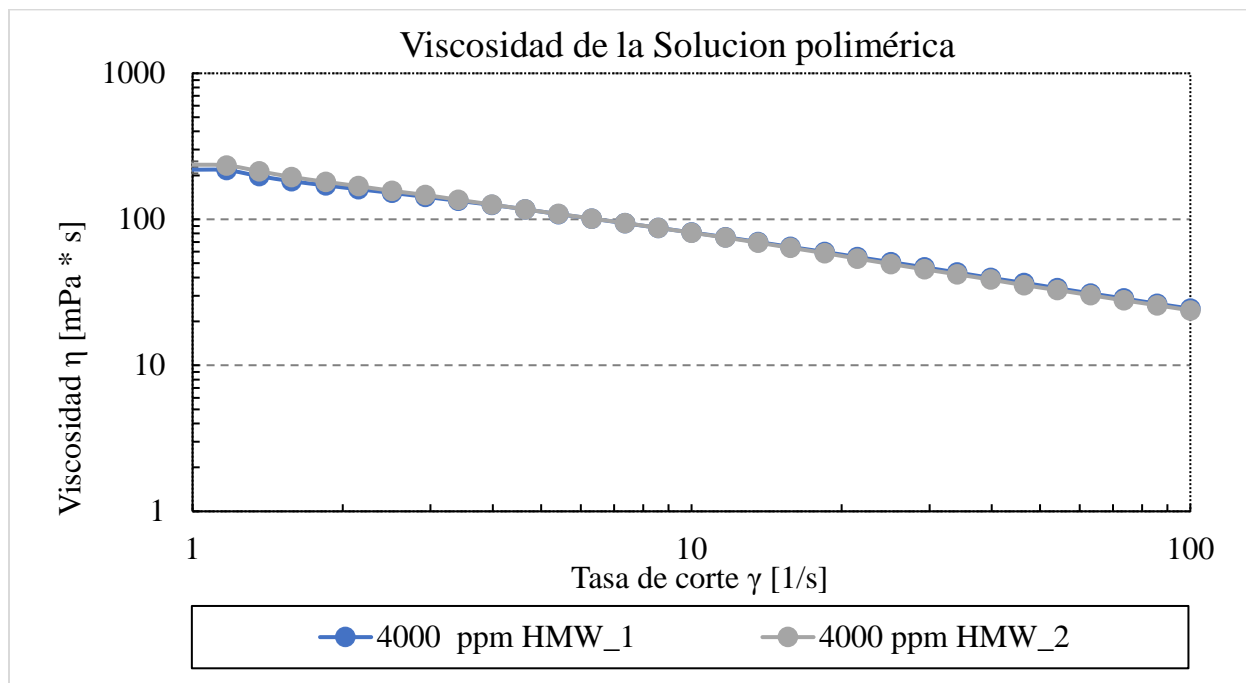


Figura 43.

Comportamiento de la viscosidad Vs Tasa de corte, 5000 ppm.

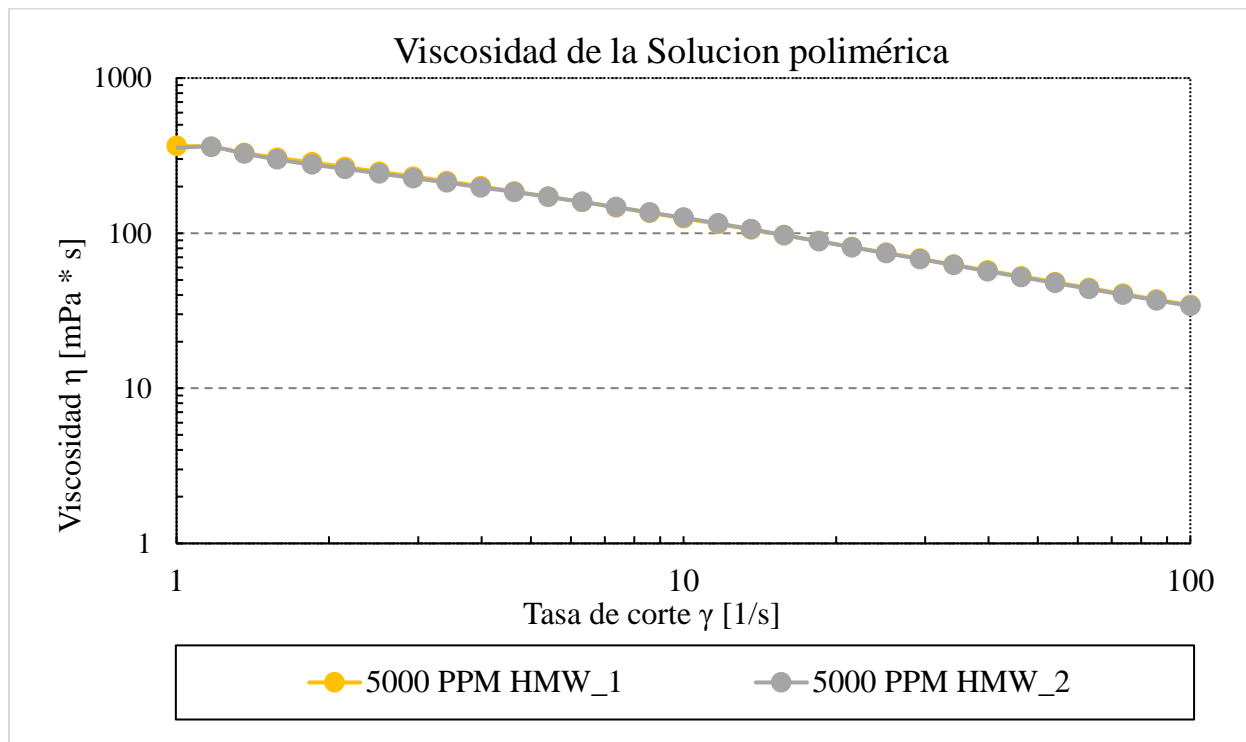


Figura 44.

Comportamiento de la viscosidad Vs Tasa de corte, 6000 ppm.

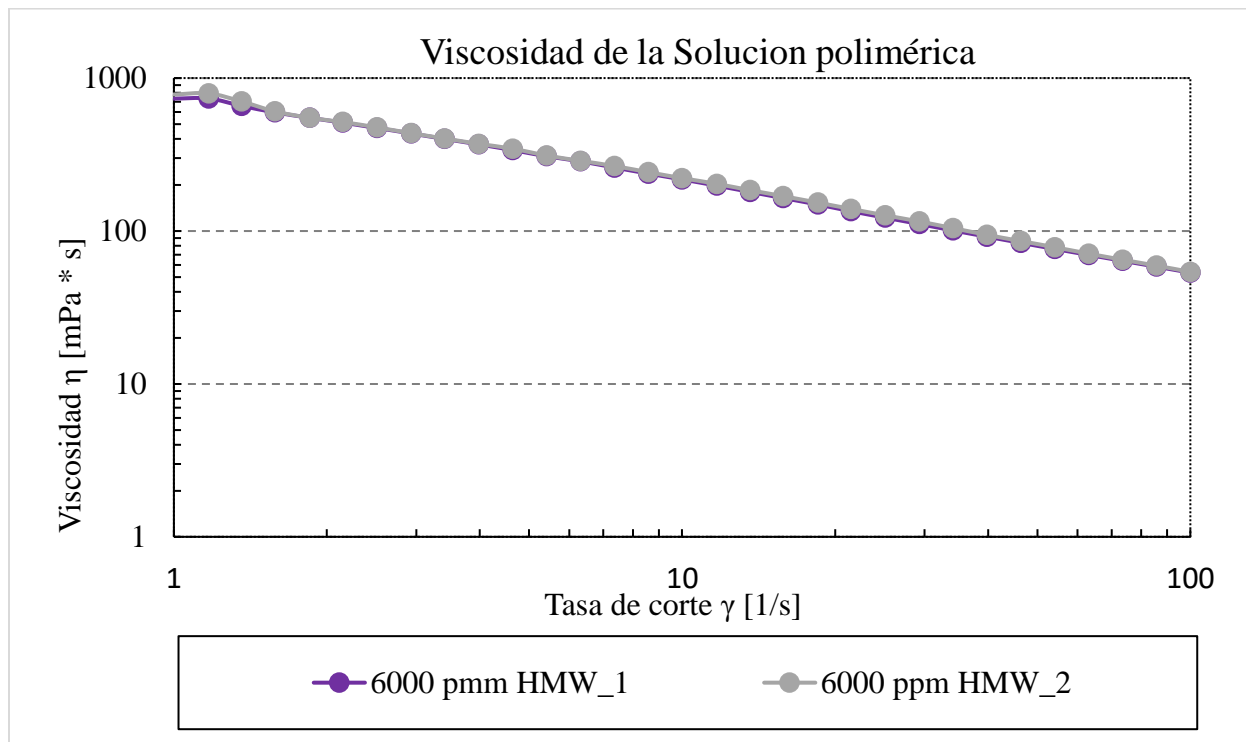
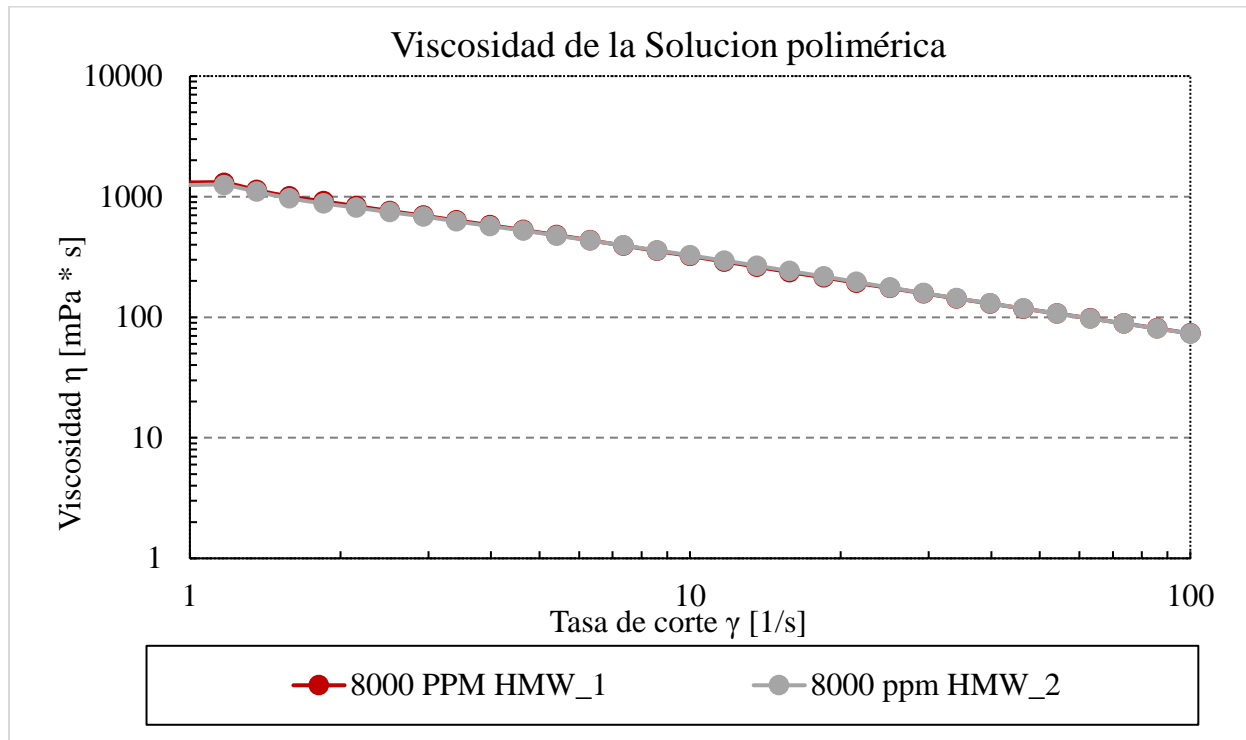


Figura 45.

Comportamiento de la viscosidad Vs Tasa de corte, 8000 ppm



Apéndices F Viscosidades de los geles fluidos.

Figura 46.

Comportamiento de la viscosidad Vs Tasa de corte, 2000 ppm (80:1, 3000 ppm).

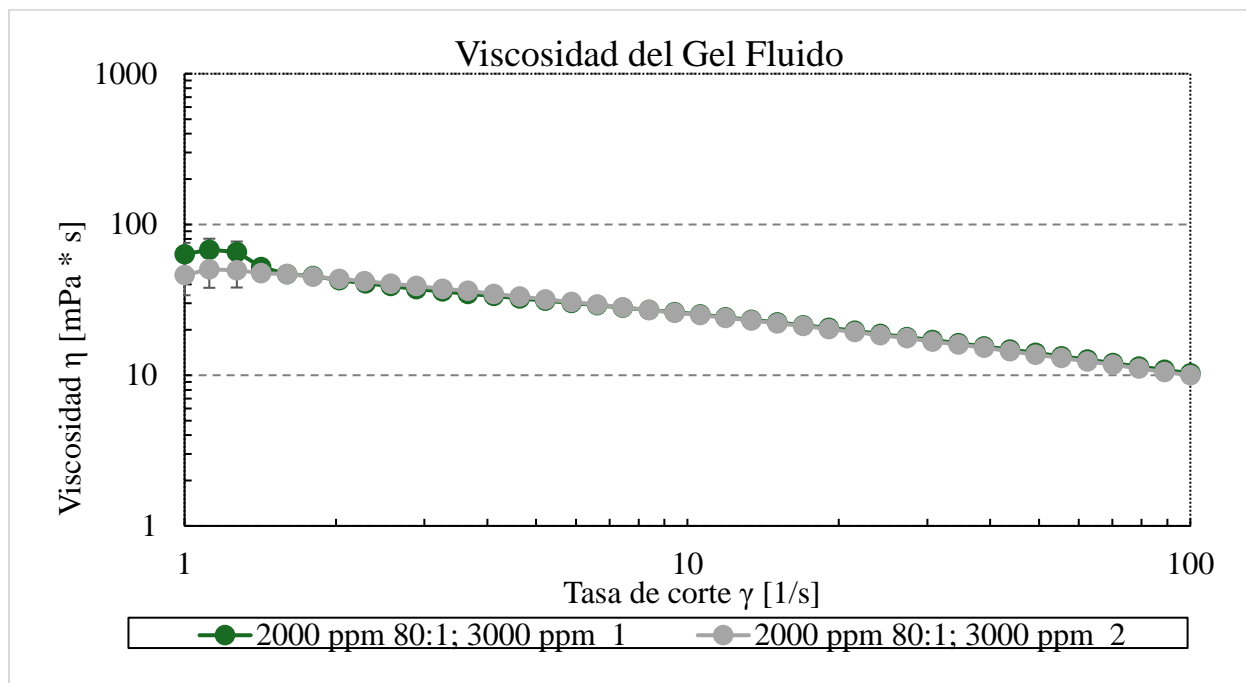


Figura 47.

Comportamiento de la viscosidad Vs Tasa de corte, 4000 ppm (80:1, 3000 ppm).

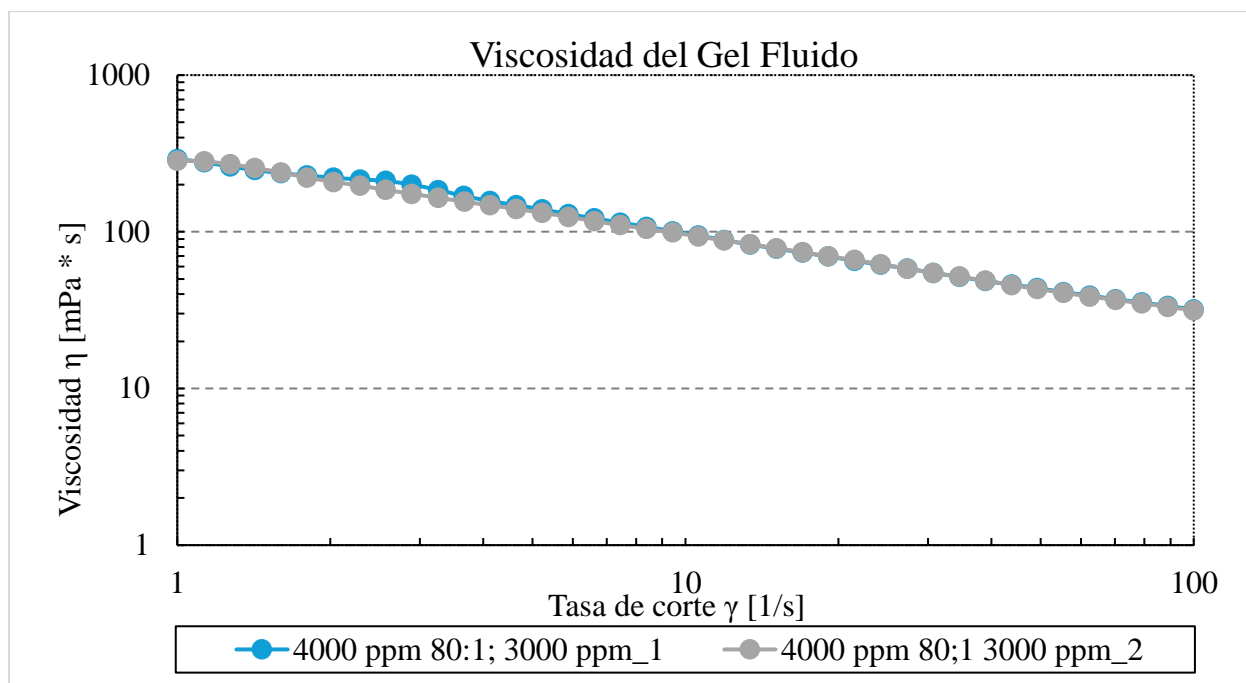


Figura 48.

Comportamiento de la viscosidad Vs Tasa de corte, 2000 ppm (80:1, 4500 ppm).

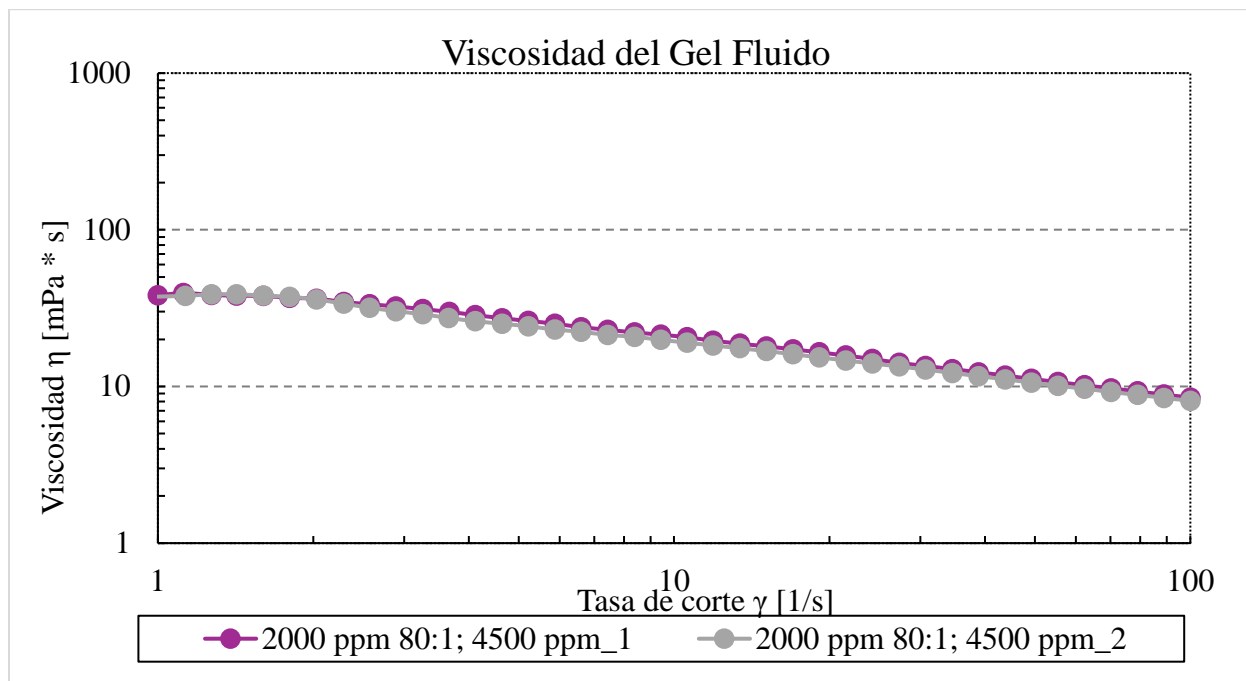


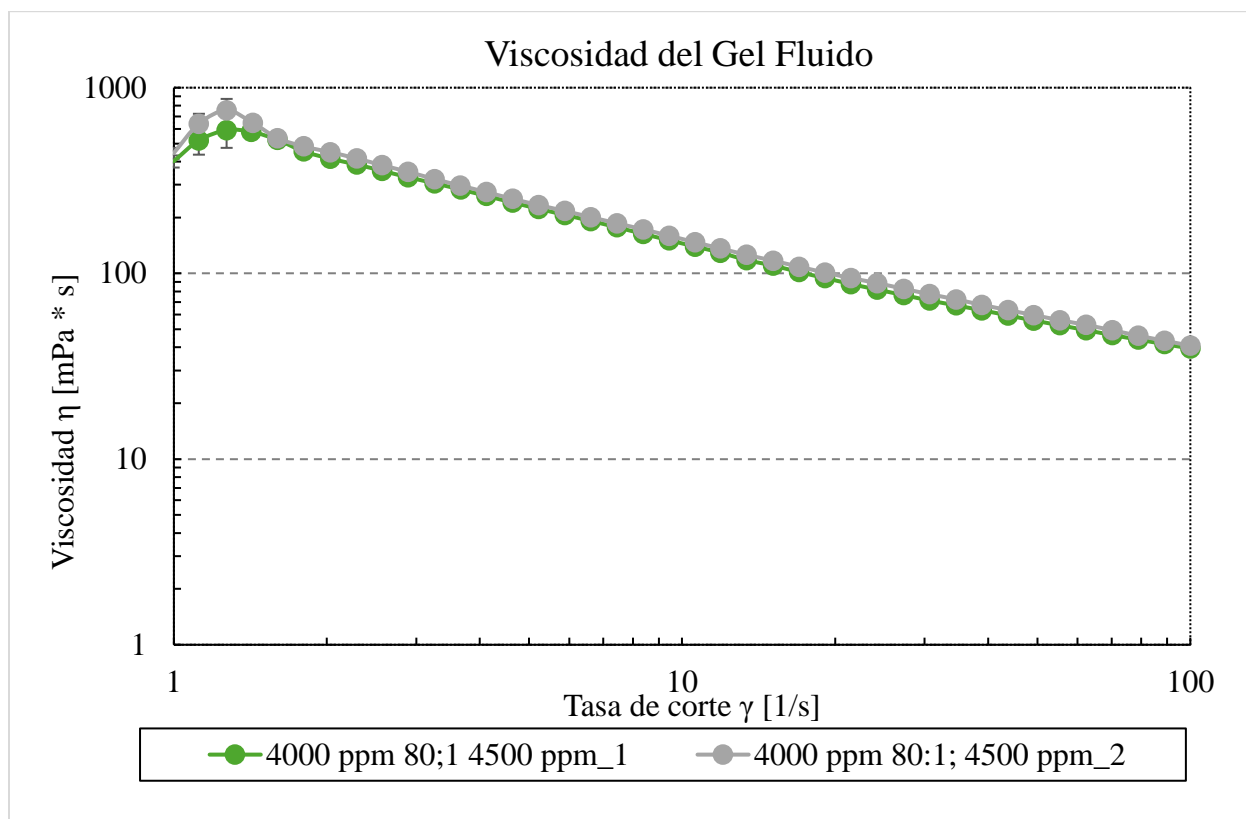
Figura 49.Comportamiento de la viscosidad Vs *Tasa de corte*, 4000 ppm (80:1, 4500 ppm).

Figura 50.

Comportamiento de la viscosidad Vs Tasa de corte, 2000 ppm (80:1, 6000 ppm).

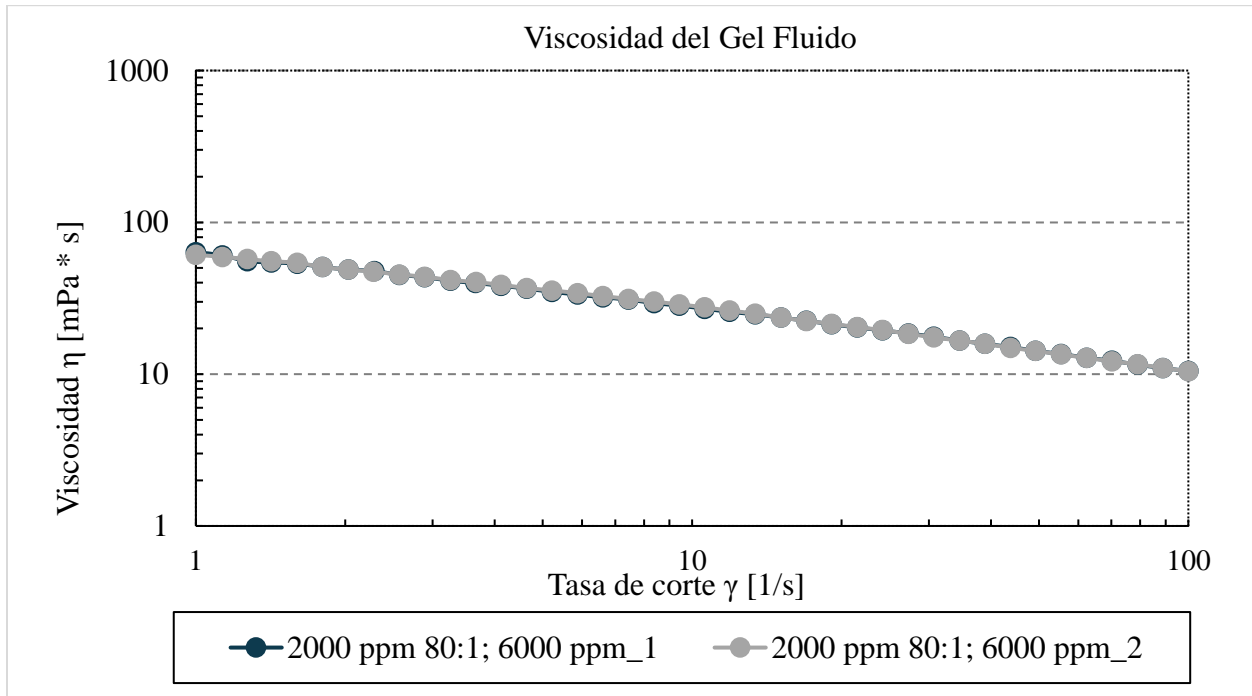


Figura 51.

Comportamiento de la viscosidad Vs Tasa de corte, 4000 ppm (80:1, 6000 ppm).

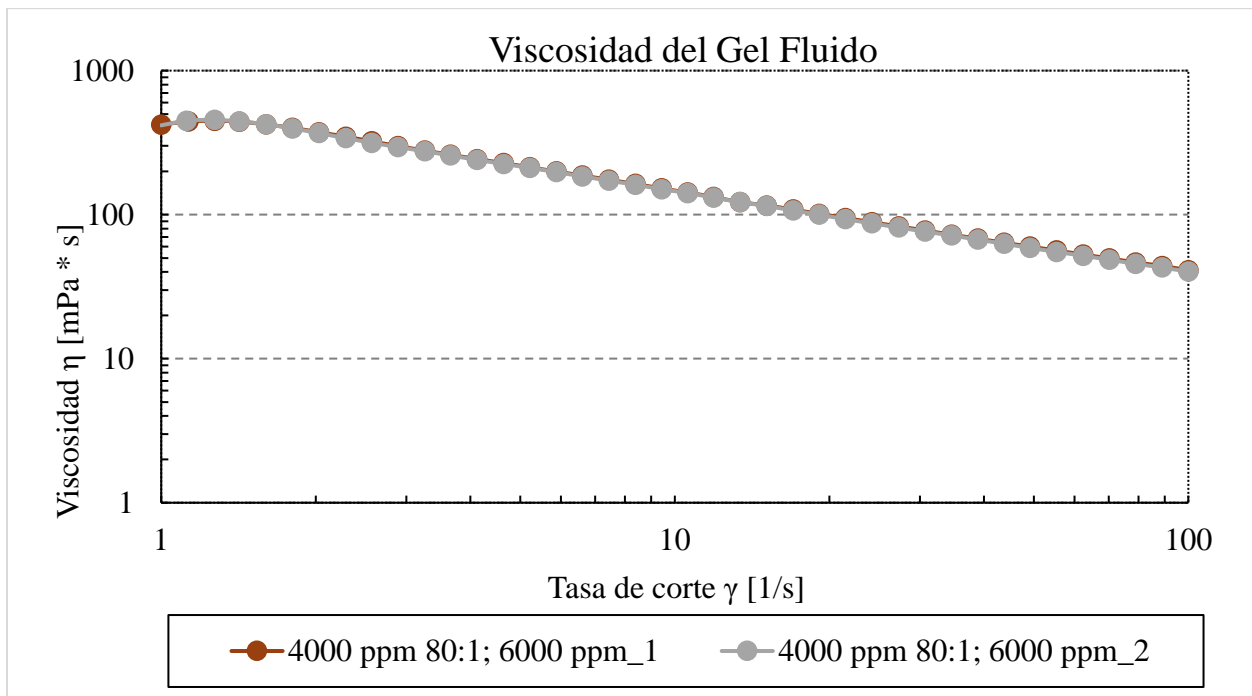


Figura 52.

Comportamiento de la viscosidad Vs Tasa de corte, 2000 ppm (60:1, 3000 ppm).

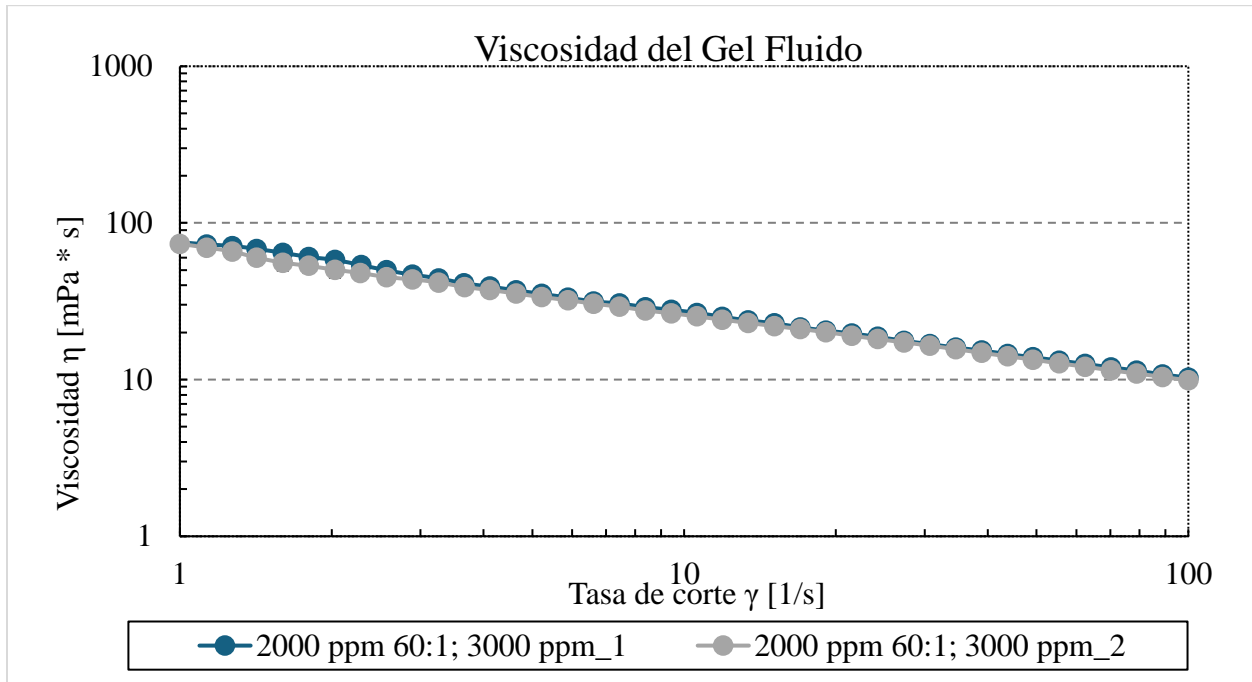


Figura 53.

Comportamiento de la viscosidad Vs Tasa de corte, 4000 ppm (60:1, 3000 ppm).

