

EVALUACIÓN DE LA DEGRADACIÓN MECÁNICA

**Evaluación De La Degradación Mecánica De Un Polímero HPAM Con Adición De
Nanopartículas Hidrofilicas**

Reynaldo Andrés Vera Arenas

Trabajo de Grado para optar por el título de
Magister en Ingeniería de Hidrocarburos

Director

Samuel Fernando Muñoz Navarro

Magister en Ingeniería de Hidrocarburos

Codirectora

Laura Milena Corredor Rojas

Doctora en Ingeniería de Petróleos

Universidad industrial de Santander

Facultad de Ingenierías Físicoquímicas

Escuela de Ingeniería de Petróleos

Bucaramanga

2021

Dedicatoria

“Para Dios quien me ha enviado con un propósito en la vida y lo estoy llevando a cabo, para mi familia, que son mi impulso para crecer como persona, y para mí, que en mi bella vida tuve el placer de ser magister en algo que realmente me encanta hacer”.

Tabla de Contenido

Introducción	10
1. Marco Conceptual.....	12
1.1 Inyección De Polímeros	12
1.2 Generalidades De Los Polímeros.....	14
1.2.1 Tipos De Polímeros.....	15
1.2.2 Propiedades De Los Polímeros	16
1.3 Degradación Mecánica De Polímeros.....	16
1.4 Generalidades De Las Nanopartículas	18
2. Antecedentes	19
2.1 Medición De La Degradación Mecánica De Polímeros En Medios Porosos	19
2.2 Uso De Nanopartículas Con Polímeros	21
3. Objetivos	24
3.1 Objetivo General.....	24
3.2 Objetivos Específicos.....	24
4. Metodología	25
5. Métodos De Preparación.....	27
5.1 Preparación De Las Soluciones Poliméricas.....	28
5.2 Preparación de los Nanofluidos	28
5.2.1 Adición Del Polímero Sobre Las Nanopartículas Dispersas en Salmuera	29

EVALUACIÓN DE LA DEGRADACIÓN MECÁNICA	4
5.2.2 Adición De Las Nanopartículas A La Solución Polimérica	29
6. Caracterización Básica De Los Nanofluidos	29
6.1 Espectroscopia Infrarroja Por Transformada De Fourier (FT-IR).....	30
6.2 Determinación Del Porcentaje De Humedad Del Polímero	30
6.3 Determinación Del Porcentaje De Hidrólisis Del Polímero	30
6.4 Determinación Del Radio Hidrodinámico De Las Nanopartículas.....	31
7 Estabilidad Mecánica	32
7.1 Prueba De Cizallamiento	32
7.2 Screen Factor	33
7.3 Relación de Filtrabilidad.....	34
8. Reología	35
9. Resultados y Análisis.....	37
9.1 Métodos de Preparación De Los Nanofluidos	37
9.1.1 Nanopartícula de sílica modificada con APTES (NANO 2)	37
9.1.2 Adición Del Polímero Sobre Las Nanopartículas.....	39
9.1.3 Adición De Las Nanopartículas Sobre El Polímero	41
9.2 Métodos De Caracterización.....	44
9.2.1 Espectroscopia Infrarroja Por Transformada De Fourier (FT-IR).....	45
9.2.2 Estabilidad Coloidal (potencial Z).....	46
9.3 Ensayo De Cizallamiento.....	48

EVALUACIÓN DE LA DEGRADACIÓN MECÁNICA	5
9.4 Screen Factor (SF)	51
9.5 Relación De Filtrabilidad (RF)	51
9.6 Comportamiento Reológico	52
10. Conclusiones	55
Referencias.....	58
Apéndice	62

Lista De Tablas

Tabla 1. Formulación de la salmuera sintética equivalente al agua formación de campo utilizada.....	27
Tabla 2. Caracterización fisicoquímica de salmuera de campo usada en la investigación.....	28
Tabla 3. Nanofluidos realizados con nanopartícula 2 de acuerdo al método de preparación.	38
Tabla 4. Nanofluidos realizados con la nanopartícula 1 de acuerdo al método de preparación.	39
Tabla 5. Información característica de los polímeros y nanofluidos evaluados	40
Tabla 6. Información característica de los polímeros y nanofluidos evaluados.	41
Tabla 7. Viscosidades en cPs de los nanofluidos preparados a temperatura ambiente y de yacimiento.....	41
Tabla 8. Resultados de la degradación mecánica de la solución 1000 ppm FP 6035 y del nanofluido 1-NF 6035	49

Tabla 9. Relación de filtrabilidad de la solución 1000 ppm **FP 6035** y del nanofluido **1-NF**

6035.....52

Lista De Figuras

Figura 1. Eficiencia de barrido – digitación viscosa. -----	12
Figura 2. Esquema general de la inyección de polímeros-----	14
Figura 3. Diagrama típico de la viscosidad contra esfuerzo de corte para una solución polimérica. -----	21
Figura 4. Esquema de la metodología aplicada para realización de pruebas experimentales	26
Figura 5. Formación de agregados de la Nanopartícula 2 en la solución HPAM 6035 -----	38
Figura 6. Estabilidad de los nanofluidos a) 100NF6035-M2 y b) 200NF6035-M2 a las 120 horas de evaluación. -----	40
Figura 7. Estabilidad de los nanofluidos a) 100NF6035-M1 y b) 200NF6035-M1 a las 55 horas de evaluación. -----	42
Figura 8. Viscosidades de los nanofluidos a 56°C y 7.3s ⁻¹ en función del tiempo.-----	43
Figura 9. Viscosidades de los nanofluidos a 25°C y 7.3s ⁻¹ en función del tiempo.-----	44
Figura 10. Espectro característico del FP 6035. -----	45
Figura 11. Espectro característico de nanopartícula de SiO ₂ hidrofílica de 7 nm.-----	46
Figura 12. Distribución del radio hidrodinámico de la nanopartícula 1 en el nanofluido 1-NF 6035 . -----	48
Figura 13. Viscosidades de las muestras degradadas a 56 °C y 7.3 s ⁻¹ . -----	50
Figura 14. Porcentaje de pérdida de viscosidad en relación al esfuerzo de corte para el FP6035 y el 1-NF 6035 . -----	50

Figura 15. Screen Factor del FP 6035 y del 1-NF 6035 a diferentes esfuerzos de corte. ----	51
Figura 16. Viscosidad de las soluciones poliméricas a diferentes velocidades de corte. -----	53
Figura 17. Comparación de las viscosidades entre el 1-NF 6035 y el caso base FP 6035 . --	54
Figura 18. Modelo Carreau Yasuda implementado al polimero FP 6035 -----	54
Figura 19. Desplazamiento reológico en relación al modelo Carreau Yasuda del 1-NF 6035 -----	55

Lista de Apéndices

Apéndice A	62
-------------------------	----

Resumen

Título: Evaluación De La Degradación Mecánica De Un Polímero HPAM Con Adición De Nanopartículas Hidrofilicas*

Autor: Reynaldo Andrés Vera Arenas**

Palabras Clave: degradación mecánica, recobro químico, nanopartículas, inyección de polímeros

Descripción:

La inyección de polímero como método de recobro químico se ve limitada por la degradación térmica, mecánica y química, la cual se evidencia en la reducción de la viscosidad. En esta investigación se evalúa la degradación mecánica de la solución polimérica, se prepararon nanofluidos SiO₂-poliacrilamida parcialmente hidrolizada para aplicación a las condiciones de un campo de estudio del Magdalena medio. Los resultados obtenidos con los nanofluidos preparados fueron comparados con el polímero que se inyecta actualmente en el campo (**FP 6035**).

El polímero se caracterizó usando espectroscopia infrarroja (FTIR), se midió su porcentaje de humedad, grado de hidrólisis y tamaño de partícula mediante difracción de luz (DLS). Se evaluó la estabilidad de las nanopartículas de SiO₂ midiendo el potencial z.

En la primera etapa del estudio se diseñó un protocolo de adición de nanopartículas en soluciones poliméricas con el cual se obtuvo la mayor estabilidad de las nanopartículas de SiO₂. En la segunda etapa se evaluó el comportamiento reológico, la resistencia a la degradación mecánica y la relación de filtrabilidad de tres nanofluidos diferentes (**1-NF 6035**, **NF 6035-1** y **2-NF 6035**) a 30°C y 56°C. La viscosidad del **FP 6035** y de los nanofluidos se evaluó a concentraciones entre 100 y 900 ppm para determinar la concentración requerida para alcanzar la viscosidad objetivo del campo seleccionado (10 cP). Se determinó que la concentración óptima del polímero es de 1000 ppm y las nanopartículas es de 100 ppm.

Los resultados mostraron que algunos nanofluidos no fueron estables, adicionalmente las nanopartículas del nanofluido obstruyeron la membrana de filtración impidiendo realizar el ensayo. El nanofluido **1-NF 6035** y el polímero **FP 6035** tuvieron pérdidas de viscosidad inferiores al 40%. En conclusión, el nanofluido el **1-NF 6035** cumplió los criterios de evaluación. Se recomienda evaluar mediante pruebas roca-fluido para su implementación en campo.

* Trabajo de Grado

** Facultad Ingenierías Físicoquímicas. Director: MSc. Samuel Fernando Muñoz, Codirectora: PhD. Laura Milena Corredor Rojas.

Abstract

Title: Evaluation of Mechanical Degradation of HPAM Polymer with Addition of Hydrophilic Nanoparticles *

Author: Reynaldo Andrés Vera Arenas**

Key Words: mechanical degradation, chemical recovery, nanoparticles, polymer flooding

Descriptions:

Polymer injection as a method of chemical recovery is limited by thermal, mechanical and chemical degradation, which is evidenced in the reduction of viscosity. In this research the mechanical degradation of the polymer solution is evaluated, nanofluids SiO₂-partially hydrolyzed polyacrylamide were prepared for application to the conditions of field in Magdalena medio. The results obtained with the prepared nanofluids were compared with the polymer injected in the field currently (**FP 6035**).

The polymer was characterized using infrared spectroscopy (FTIR), percentage of humidity, degree of hydrolysis and particle size measured by light diffraction (DLS). SiO₂ nanoparticle stability was evaluated by measuring the z potential.

In the first stage of the study, a protocol for the addition of nanoparticles in polymer solutions was designed with which the greater stability of the SiO₂ nanoparticles was obtained. In the second stage, the rheological behavior, resistance to mechanical degradation and the filterability ratio of three different nanofluids (**1-NF 6035**, **NF 6035-1** and **2-NF 6035**) at 30°C y 56°C were evaluated. The viscosity of **FP 6035** and the nanofluids was evaluated at concentrations between 100 and 900 ppm to determine the concentration required to achieve the target viscosity of the selected field (10 cP). It was determined that the optimal concentration of polymer is 1000 ppm and nanoparticles is 100 ppm.

The results showed some nanofluids were not stable, additionally the nanoparticles of the nanofluid clogged the filtration membrane, preventing the test from being carried out. Nanofluid **1-NF 6035** and polymer **FP 6035** had viscosity losses of less than 40%. In conclusion, the nanofluid **1-NF 6035** met the evaluation criteria. It is recommended to evaluate through rock-fluid tests for its implementation in the field.

* Master of Science Thesis

** Faculty of Physicochemical Engineering, Director: MSc. Samuel Fernando Muñoz, Co-Director: PhD. Laura Milena Corredor Rojas

Introducción

Los recursos fósiles son los que suplen en mayor proporción la creciente demanda energética mundial, siendo el petróleo el que más contribuye con un 31,3% del total (Jackson et al., 2018). Si bien el consumo global de hidrocarburo aumenta progresivamente, la producción disminuye; esto se debe al descenso de hallazgos y al agotamiento de la energía natural de los yacimientos, disminuyendo la cantidad de petróleo que es posible extraer de forma convencional. Por esta razón, el método de recobro más utilizado a nivel mundial para aumentar la producción de hidrocarburo es la inyección de agua, cuyo mecanismo de operación es el fenómeno de desplazamiento del crudo y del mantenimiento de presión, generando factores de recobro que varían entre un 20 a 50% (Vega Nope, 2018).

A pesar de las ventajas del proceso, este se vuelve ineficiente con el tiempo debido a la alta relación de movilidad entre los fluidos. La técnica de inyección de agua puede optimizarse con la adición de polímeros, donde se aumenta la viscosidad del fluido desplazante, mejorando la eficiencia de barrido volumétrico y, por consiguiente, incrementando la cantidad de hidrocarburo recuperado (Espinosa Quintero, 2018).

La implementación de dicha alternativa es eficaz ya que permite obtener mayor recuperación, manteniendo las propiedades físicas del petróleo. Para esto, es necesario el uso de polímeros que reduzcan la relación de movilidad fluido – aceite. Las poliacrilamidas parcialmente hidrolizadas son polímeros sintéticos, ampliamente utilizados en los proyectos de recobro mejorado. La desventaja del uso de este tipo de polímeros es su susceptibilidad a la

degradación química, térmica y mecánica. Sufren degradación generada por las altas tasas de flujo de inyección, el contacto con otras sustancias o la temperatura del transporte por tubería.

Así mismo, cuando el polímero pasa a través del medio poroso, experimenta un daño molecular producto de su baja estabilidad, causado por el cizallamiento y el diámetro de poro, ocasionando una disminución de la viscosidad y generando un barrido volumétrico ineficiente (Reyes Bello & Vargas Camargo, 2015). La implementación de nanopartículas hidrofílicas surge como método que permite disminuir la degradación mecánica del polímero, aumentando las propiedades viscoelásticas de la molécula, y generando resistencia al cizallamiento tras su flujo tanto en tuberías como en el medio poroso (Pizarro, 2018).

El carácter hidrofílico de la nanopartícula, que debido a su tamaño cuenta con mayor área superficial en relación al polímero, le permite hacer enlaces iónico-covalentes con la molécula del HPAM mejorando la estabilidad al darle condiciones fenomenológicas especiales que no se pueden tratar a escala macroscópica.

La presente investigación examina un fenómeno poco conocido. Se estudia la degradación mecánica de un polímero HPAM en el medio poroso. Para esto, se diseñó un protocolo de adición de nanopartículas hidrofílicas a concentración en la cual se obtuvo la menor degradación posible, midiéndose previamente las viscosidades referentes al paso del polímero por válvulas y perforados. Finalmente, se evaluaron experimentalmente mediante pruebas de desplazamiento reológico el comportamiento de la viscosidad del nanofluido ante los esfuerzos de corte o cizallamiento presentes en su paso por el medio poroso.

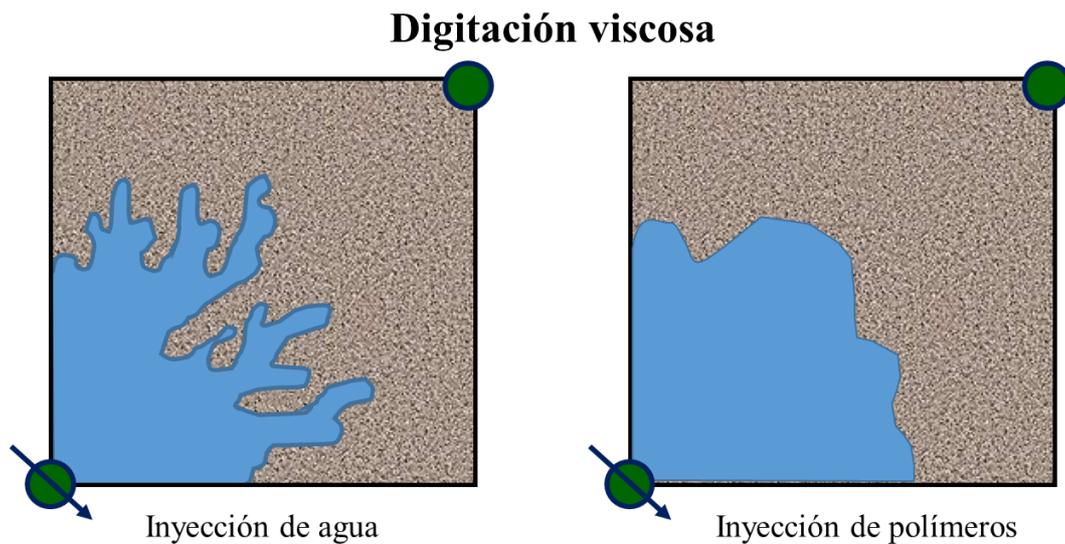
1. Marco Conceptual

1.1 Inyección De Polímeros

La implementación de polímeros como método de recobro busca aumentar la viscosidad del agua de inyección permitiendo generar un frente de desplazamiento más estable (Pu et al., 2016), ya que debido a las heterogeneidades del yacimiento pueden ocurrir fenómenos de digitación viscosa, como se esquematiza en la **Figura 1**

Figura 1.

Eficiencia de barrido – digitación viscosa.



Nota: Tomado de Sorbie K., (1991)

La movilidad de un fluido se define como la relación entre la permeabilidad efectiva y su viscosidad (**Ecuación 1**)

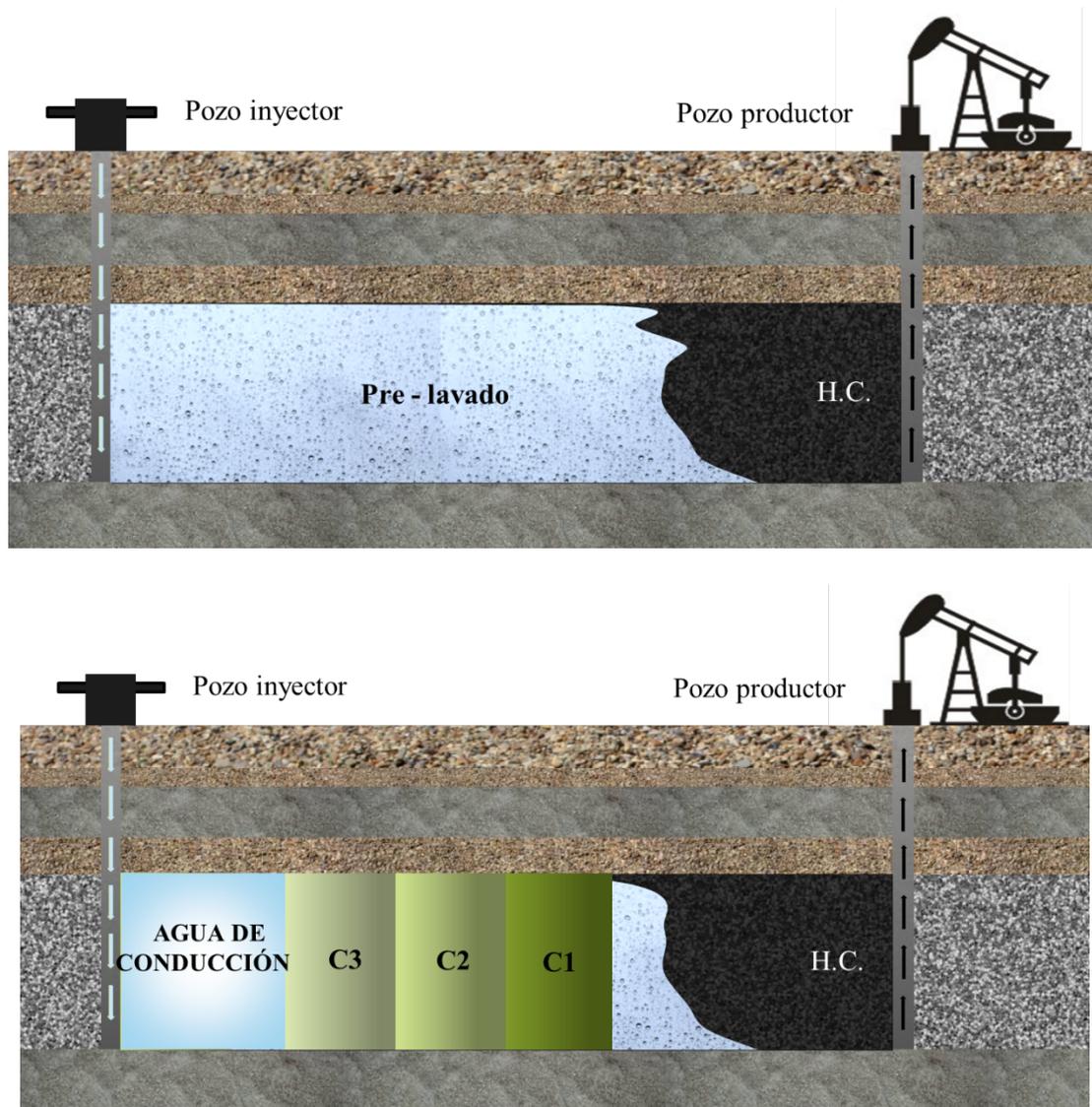
$$\lambda = \frac{k}{\mu} \quad (1)$$

Donde λ es la movilidad del fluido, k la permeabilidad efectiva y μ la viscosidad.

Asimismo, la razón de movilidad agua – petróleo se define como la movilidad del fluido desplazante sobre la movilidad del aceite, como se muestra en la expresión.

$$\lambda_{w,o} = \frac{\lambda_w}{\lambda_o} = \frac{k_w/\mu_w}{k_o/\mu_o} = \frac{k_w * \mu_o}{k_o * \mu_w} \quad (2)$$

Cuando la razón de movilidad en un proceso de inyección de agua es mayor o igual a 5, el recobro con polímeros se torna una opción factible como método de recobro (Lizcano-Nino et al., 2020). El esquema de inyección de polímero se presenta en la **Figura 2**. El proceso inicia con la inyección de un bache de agua de salinidad menor a la de la salmuera presente en yacimiento para acondicionar el medio y arrastrar la mayor cantidad de sales posibles, estableciendo un pH óptimo para el uso de polímeros; no obstante, este paso no es necesario en yacimientos donde ya se ha efectuado un proceso de inyección de agua. Posteriormente, se sugiere inyectar tres baches seguidos de solución polimérica, cuya concentración gradualmente será reducida desde el primero hasta el último; y finalmente, se bombea un bache de agua que empuje el químico inyectado previamente.

Figura 2.*Esquema general de la inyección de polímeros*

Nota: Tomado de Willhite, P., y Green D. (2003) Enhanced Oil Recovery. USA: SPE Textbook Series.

1.2 Generalidades De Los Polímeros

La inyección de polímeros se rige a partir de los principios físicos de flujo de dos líquidos inmiscibles: agua como fluido desplazante y petróleo como fluido desplazado. Basándose en la teoría de desplazamientos entre dos fluidos (Buckley & Leverett, 1942), se estima el comportamiento del crudo cuando se inyecta un fluido desplazante-agua a una tasa

constante en el yacimiento. Siendo así el flujo fraccional del petróleo dependiente de la saturación de agua en el frente de invasión después de la ruptura, y la relación de movilidad, como se muestra a continuación:

$$f_w = \frac{1 - 0,488 \cdot \frac{k_o A}{\mu_o q t} \cdot \Delta y}{1 + \frac{k_o \mu_w}{k_w \mu_o}} \quad (3)$$

Donde k_o y k_w son permeabilidades relativas del agua y del aceite, respectivamente, μ_o y μ_w son las viscosidades del aceite y del agua, respectivamente.

1.2.1 Tipos De Polímeros

Los polímeros más usados para procesos de recobro mejorado se describan a continuación:

Poliacrilamida Parcialmente Hidrolizada (HPAM): Es un copolímero de acrilamida y ácido acrílico. El porcentaje de hidrólisis define las propiedades de la solución, teniendo en cuenta su uso en yacimiento, dicho porcentaje debe ser menor al 35%, ya que a valores superiores habrá una gran adsorción de la molécula. (Littmann, 1988; Sheng et al., 2011a).

Goma de Xanthan: Es un polisacárido extracelular producido por la bacteria *Xanthomonas Campestris*. Este biopolímero tiene una estructura helicoidal que le proporciona rigidez, resistencia a la salinidad, y según el tamaño y forma de la molécula, capacidad para aumentar la viscosidad del fluido desplazante brindando un mayor volumen y arrastre de inundación (Littmann, 1988).

1.2.2 Propiedades De Los Polímeros

Algunas características de desplazamiento a nivel molecular del polímero como un fluido pseudoplástico se definen según el efecto del fenómeno que sufren y le permiten un mejor factor de recobro. Los principales evaluados son:

- *Extracción:* La elasticidad del polímero en espacios reducidos genera esfuerzos normales con el aceite, imponiendo la fuerza para extraer la gota de crudo de dichos espacios.
- *Raspado:* Las fuerzas generadas por el fluido polimérico por ser de carácter No Newtoniano ejercen una fuerza capilar más fuerte que la generada por el agua que raspa la película de aceite en la superficie de la roca, permitiendo el desprendimiento y recuperación de este crudo.
- *Hilos de Fluido:* El polímero tiene la facilidad de desplazar los hilos de aceite extraídos de las gargantas de poro.
- *Flujo en función de las tasas de corte:* Este se presenta gracias a las altas tasas de flujo, que dan condición de fluido cizallado, desplazando rápidamente el crudo móvil.

1.3 Degradación Mecánica De Polímeros

Los polímeros pueden sufrir distintas degradaciones a lo largo de la trayectoria en el desplazamiento desde la superficie hasta el interior del yacimiento. La concentración de sales en el agua de formación debe ser baja, los iones monovalentes de potasio y sodio (K^+ y Na^+), de igual forma los divalentes de calcio y magnesio (Ca^{2+} y Mg^{2+}) generan un cambio en la viscosidad de la solución polimérica, alterando de esta manera el proceso. Los polisacáridos,

como la Goma Xantana, son generalmente más resistentes a altas salinidades en comparación con las poliacrilamidas. Cuando se utilizan biopolímeros debe adicionarse al fluido de inyección un biocida, ya que las bacterias degradan rápidamente las largas cadenas de este tipo de polímeros, ocasionando pérdidas en la viscosidad de la solución.

Adicionalmente, temperaturas mayores a 200°F, degradan las moléculas del polímero provocando una disminución en su viscosidad; este factor debe ser evaluado y considerado en el diseño del proceso, puesto que la temperatura es un parámetro inherente al yacimiento (Sheng et al., 2011b).

Los polímeros son propensos a la degradación mecánica. La agitación de polímero durante la preparación de la solución acuosa, su transporte a través de tuberías, su inyección al yacimiento y movimiento a través del medio poroso, causan una disminución en la viscosidad del polímero debido al rompimiento de las cadenas poliméricas (Zhang & Yue, 2008). El efecto de la degradación mecánica es más severo a altas velocidades y largas distancias de flujo. Igualmente, en un medio poroso de baja permeabilidad donde el estrés que actúa sobre el polímero es mayor debido al menor diámetro promedio de garganta de poro (Sheng et al., 2011a). Teniendo en cuenta el comportamiento pseudoplástico de los polímeros EOR, la evaluación de la viscosidad a partir de la tasa de corte se realiza mediante la siguiente expresión:

$$\mu_p = K\dot{\gamma}^{n-1} \quad (4)$$

Donde μ_p es la viscosidad de la solución polimérica (cP), K es el índice de consistencia de flujo y n es el índice de comportamiento de flujo (que por la característica pseudo-plástica del polímero esta entre 0,4 y 0,7).

1.4 Generalidades De Las Nanopartículas

La nanotecnología es la ciencia que se encarga de estudiar los materiales con aplicación en la industria a escala nanométrica, está determinada por su cambio en las propiedades funcionales de las sustancias debido al tamaño de moléculas, brindando mayor destreza para la utilización en procesos de recobro. Los nanofluidos son suspensiones coloidales con presencia de nanopartículas, que gracias a su tamaño pueden fluir más fácil en el medio poroso.

Las nanopartículas hidrofílicas son aquellas que tienen afinidad al agua, dicha afinidad se ve reflejada en la interacción de la molécula por medio de los enlaces iónicos con otros compuestos dependiendo de su polaridad. Estos nanofluidos interactúan con las demás sustancias a partir de las fuerzas de Van der Waals, definidas como fuerzas de atracción que enlazan las moléculas permitiendo los puentes de hidrogeno, la interacción ion - dipolo o dipolo – dipolo (Maghzi et al., 2013). A partir de esta característica de afinidad, es que la nanopartícula le brinda al polímero una estructura organizada con propiedades viscoelásticas especiales, aptas para soportar el choque con el medio poroso.

Las nanopartículas tienen un área superficial alta que interactúa con el medio, generando una mayor efectividad de los procesos donde están involucradas. Además, brindan un mejor desempeño al polímero al organizar las moléculas de HPAM de tal forma que su propiedad viscoelástica permita soportar el impacto que sufre en el medio poroso. Las

bondades de las nanopartículas se deben a varios factores: primero, su pequeño tamaño les permite ser transportadas a poros que no son accesibles para partículas más grandes; segundo, a escala nano, las propiedades del material dependen del tamaño; por lo tanto, las nanopartículas pueden diseñarse para contener propiedades ópticas, magnéticas, interfaciales, eléctricas o químicas específicas para realizar funciones específicas. Por último, tienen una relación superficie-área más grande que las partículas a granel; por ende, son mucho más reactivas cuando entran en contacto con los materiales circundantes (Bornaee et al., 2014).

2. Antecedentes

2.1 Medición De La Degradación Mecánica De Polímeros En Medios Porosos

A lo largo de su recorrido en el medio poroso, se ha encontrado que el polímero sufre degradación debido a las interacciones que tiene su molécula por el desplazamiento. (Druetta & Picchioni, 2019) demostraron mediante simulación numérica que la degradación no puede considerarse despreciable en ningún proceso de recobro con polímeros; ya que afecta las propiedades viscoelásticas y viscosificantes del polímero, disminuyendo la eficiencia de barrido micro y macroscópica. (Delshad et al., 2008) evaluó la degradación mecánica del HPAM en procesos de inyección de polímeros, encontrando que el principal causante de la pérdida de viscosidad es el cizallamiento generado por el desplazamiento.

Lee (2011) evaluó el comportamiento reológico de la molécula de poliacrilamida parcialmente hidrolizada (HPAM) para analizar el debilitamiento causado por el cizallamiento.

De igual forma, señaló a partir de correlaciones las mediciones de esta propiedad, que hay tres regiones de flujo: la región newtoniana superior donde la viscosidad del polímero permanece casi constante, la región no newtoniana donde la viscosidad disminuye al incrementar el esfuerzo de corte y la región newtoniana inferior (a altos esfuerzos de corte), donde la viscosidad es constante y similar a la viscosidad del solvente puro.

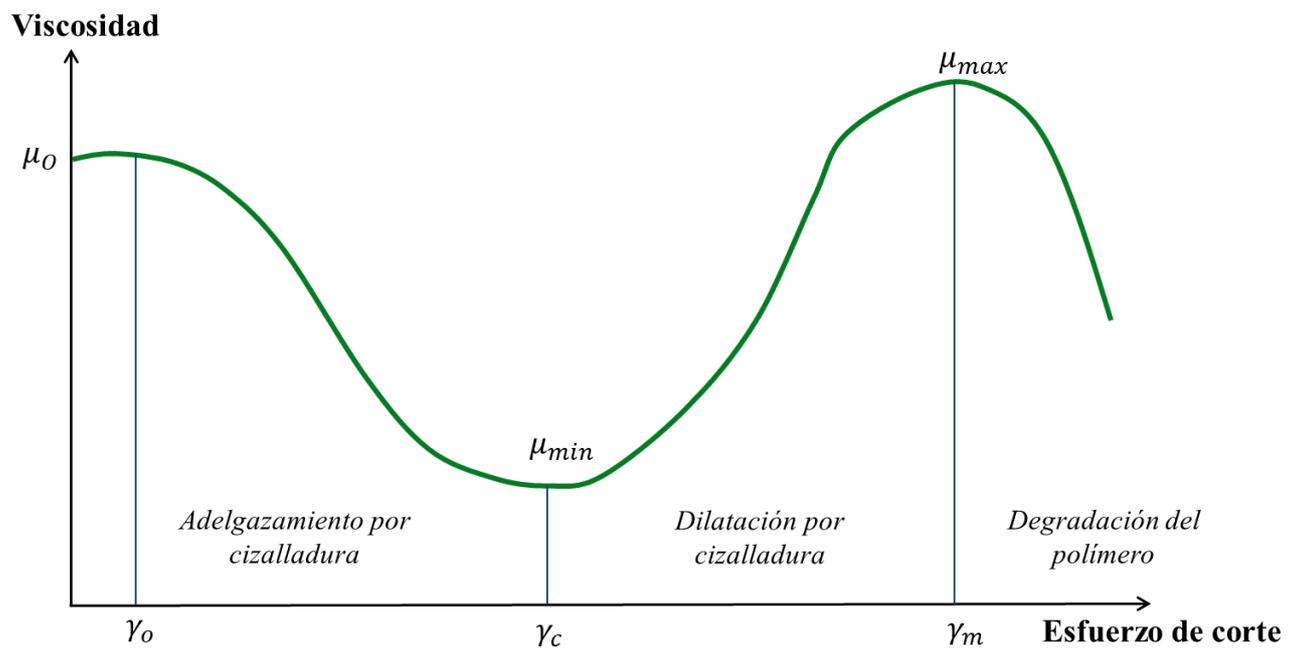
(Cao et al., 2015) evidenciaron que la viscosidad de la solución de polímero es diferente en los medios porosos, donde las velocidades de corte son altas. A velocidades de corte bajo y medio, la solución tiene el mismo comportamiento que en los experimentos. Pero después de un valor crítico, se observa un comportamiento de engrosamiento por cizallamiento.

Afolabi, R. et al., (2019) identificaron los 4 regímenes de flujo que ocurren en yacimiento al inyectar polímeros: Newtoniano, adelgazamiento por cizalladura, dilatación por cizalladura y degradación mecánica, como se observa en la **Figura 3**.

Adicionalmente, establecieron la necesidad de evaluar la degradación mecánica en medios porosos debido a que su geometría es intrínsecamente compleja, en comparación con viscosímetros o reómetros utilizados en laboratorio. El régimen predominante en viscosímetros o reómetros es adelgazamiento por cizalladura, mientras que, en el medio poroso, los polímeros mostraron tendencia dilatarse cuando se sometieron a un esfuerzo de corte crítico. Adicionalmente, la adsorción y el entrapamiento mecánico de moléculas de polímero en el medio poroso generan cambios en su geometría, impactando el comportamiento reológico del polímero.

Figura 3.

Diagrama típico de la viscosidad contra esfuerzo de corte para una solución polimérica.



Nota: Tomado de Afolabi, R., Oluyemi, F., Officer, S., y Ugwu, J. (2019) Hydrophobically associating polymers for enhanced oil recovery – Part B: A review of modelling approach to flow in porous media, Journal of molecular liquids

2.2 Uso De Nanopartículas Con Polímeros

Generalmente se han analizado dos métodos para incorporar las nanopartículas en procesos de inundación de polímeros: la inclusión de las nanopartículas en el sistema polimérico para la preparación de nanofluidos, que se evaluó principalmente mezclando las nanopartículas y el polímero (Maghzi et al., 2013) (Maurya & Mandal, 2016), y la funcionalización o unión química del polímero sobre la superficie de las nanopartículas (Balazs et al., 2006).

Dependiendo de la química de la superficie, el tamaño de las partículas, la anisotropía y las interacciones partícula-partícula o partícula-sustrato, la combinación de polímero y

nanopartículas da lugar a comportamientos de fluidos mecánicos, térmicos, eléctricos, magnéticos y reológicos totalmente diferentes, lo que hace que se mejore la efectividad del barrido del fluido y se obtenga una mayor recuperación de hidrocarburo (Otsubo, 1986).

(ShamsiJazeyi et al., 2014) revisaron la aplicación de nanopartículas adheridas a polímeros para técnicas de recobro mejorado, centrándose en el análisis comparativo de nanofluidos y nanopartículas recubiertas de polímero. La incorporación de polímero con nanopartículas implica la formulación de un híbrido de suspensión de nanofluido polimérico (PNS) mediante la mezcla de ambas sustancias para su aplicación EOR. La incorporación de polímeros y nanopartículas permite formar un inyectante más estable y altamente eficiente. La adición adecuada de nanopartículas y polímeros llevó a la formación de nuevos nanomateriales con características de alto rendimiento, propiedades térmicas mejoradas y comportamientos tolerantes a la salinidad en comparación con el polímero o nanopartícula individual.

(Shokrlu & Babadagli, 2011) realizaron una serie de experimentos de soluciones de poliacrilamida y nanopartículas de sílice dispersas en poliacrilamida (DSNP), examinando el efecto de las nanopartículas de sílice sobre el rendimiento de la poliacrilamida en presencia de sales durante la inundación de polímeros de petróleo pesado. Además, se hicieron mediciones de viscosidad para ayudar a analizar los resultados de las pruebas de inyección de polímeros. Los resultados mostraron que la viscosidad de la nano - suspensión de sílice en poliacrilamida fue mayor que la de la solución de poliacrilamida a la misma salinidad.

(Rezaei et al., 2016) modificó la superficie de nanopartículas de arcilla, montmorillonita (MMT) por su favorecimiento con el ambiente, y las incrustó entre cadenas de polímeros; encontrando que la adición de nanopartículas de arcilla modificada

superficialmente mejora la resistencia de la solución de polímero a los efectos degradativos de salinidad, temperatura, y esfuerzo de corte. Corredor et al (2019) publicaron una revisión del estado del arte en la cual describen los nanofluidos y nanohíbridos utilizados para EOR y los mecanismos responsables del incremento en la producción de aceite.

A pesar de la gran variedad de investigaciones realizadas sobre la aplicación de nanofluidos y nanohíbridos para procesos de recobro mejorado, el efecto de la inclusión de las nanopartículas sobre la degradación mecánica de los polímeros ha sido poco estudiado. Es por esto que éste estudio se enfoca en evaluar el efecto de la adición de nanopartículas hidrofílicas en HPAM obtenida por el método de post-hidrólisis (Flopaam 6035).

3. Objetivos

3.1 Objetivo General

Evaluar experimentalmente la degradación mecánica de un polímero HPAM con adición de nanopartículas hidrofílicas.

3.2 Objetivos Específicos

Diseñar un protocolo de adición de nanopartículas hidrofílicas en solución polimérica determinando la concentración adecuada a partir de técnicas analíticas de caracterización, y estabilidad de interacción con el HPAM.

Evaluar experimentalmente las pérdidas de viscosidad del polímero HPAM con y sin presencia de nanopartículas mediante ensayos de cizallamiento a diferentes concentraciones.

Analizar el fenómeno de viscoelasticidad del polímero y el nanofluido, acorde al desempeño durante su desplazamiento en la prueba de filtrabilidad, cuantificando la reducción de viscosidad

Determinar la relación del desplazamiento del nanofluido y el polímero sin nanopartículas a partir del análisis reológico de los fluidos en su concentración objetivo, teniendo en cuenta el comportamiento de la viscosidad.

4. Metodología

La metodología experimental utilizada para cumplir los objetivos se describe a continuación:

Preparación del nanofluido a evaluar

- Caracterización del polímero
- Métodos de preparación.
- Estabilidad de la mezcla.
- Caracterización del nanofluido.
- Determinación de las concentraciones de nanopartícula y polímero óptimas
- Protocolo de preparación del nanofluido.

Pruebas de desplazamiento

- Medición de viscosidad inicial del polímero y el nanofluido.
- Prueba de cizallamiento del polímero y nanofluido.
- Medición de viscosidad luego de prueba de cizallamiento del polímero y el nanofluido.
- Prueba de radio de filtrabilidad para el polímero y el polímero con nanopartículas.
- Medición de viscosidad luego de prueba de filtrabilidad del polímero y el nanofluido.
- Screen Factor del polímero y el Nanofluido.
- Medición de la disminución de viscosidad por Screen Factor del polímero y nanofluido.
- Desplazamiento prueba reológica para los nanofluidos.

Pruebas de Caracterización

- Pruebas de caracterización para evaluar los efectos de la degradación mecánica.

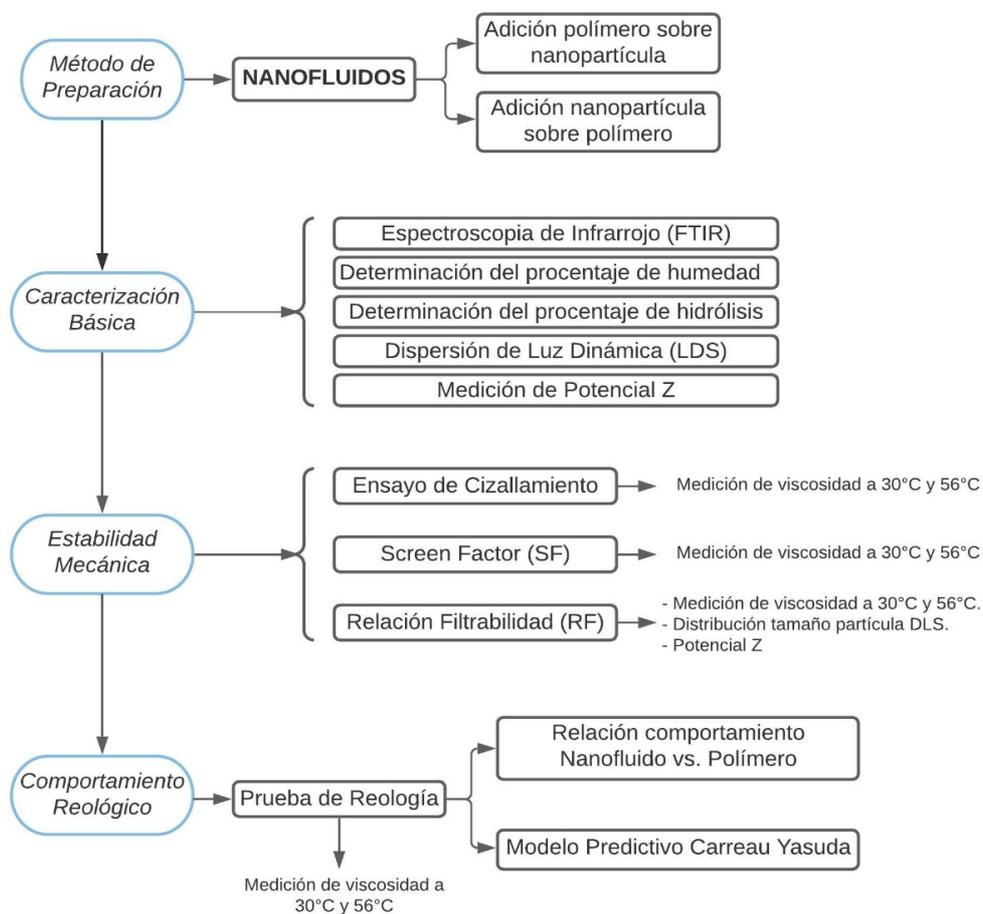
- Medición de la viscosidad final del polímero y el polímero con nanopartículas

Resultados y Análisis de Resultados

- Enumerar y mencionar los resultados encontrados
- Analizar los resultados en comparación con el caso base (polímero sin nanopartícula)

Figura 4.

Esquema de la metodología aplicada para realización de pruebas experimentales



5. Métodos De Preparación

Todas las soluciones estudiadas fueron preparadas a partir de una solución concentrada de 1000 ppm. Las soluciones de polímero se prepararon con Flopaam 6035 (**FP 6035**) provisto por la compañía SNF. Los nanofluidos se prepararon con **FP 6035** y nanopartículas de sílica fumárica (SiO₂ hidrofílica) denominada **Nano 1** de 7 nm y sílica modificada con 3-aminopropiltriethoxisilano (APTES) de 30 nm denominada como **Nano 2**, las cuales fueron provistas por la compañía Nano Amour.

La composición de la salmuera sintética usada en las soluciones se presenta en la **Tabla 1**. Dicha composición es equivalente a la composición fisicoquímica del agua de inyección del campo seleccionado (**Tabla 2**), pero se prepara únicamente con sales de cloro.

Tabla 1.

Formulación de la salmuera sintética equivalente al agua formación de campo utilizada.

SALMUERA SINTÉTICA DE CAMPO		
Componente	Concentración [g/L]	Dos Litros
NaCl	2,348	4,696
KCl	0,011	0,022
MgCl ₂ * 6H ₂ O	0,212	0,424
CaCl ₂ * 2H ₂ O	0,432	0,864

Tabla 2.

Caracterización fisicoquímica de salmuera de campo usada en la investigación.

CARACTERIZACION FISICOQUIMICA DE SALMUERA DE CAMPO DE ESTUDIO (Concentración iónica mg/L)											
Ca	Mg	Na	K	Fe	Ba	St	CARBONATOS	BICARBONATOS	SULFATOS	CLORUROS	TDS
605	94	3.182	85	5	4	15	-	275	40	6.218	10.551

5.1 Preparación De Las Soluciones Poliméricas

El vaso de precipitados con salmuera se agitó a 300 rpm para generar un vórtice que ocupara el 75% del volumen del vaso. Seguido a esto, se adicionó lentamente el polímero sobre el hombro del vórtice de manera constante creando un hilo. Después de 20 minutos, la agitación se redujo a 200 rpm para evitar la degradación mecánica del polímero. El polímero se dejó hidratando por 48 horas debido a su alto peso molecular ($PM \approx 15 * 10^6$ Da). Pasadas las 48 horas se realizó el examen visual para determinar la presencia de aglomeraciones de polímero. Las soluciones que no pasaron el examen visual fueron descartadas debido a la incorrecta hidratación del polímero.

5.2 Preparación de los Nanofluidos

Se denominó nanofluido a la dispersión de las nanopartículas hidrofílicas en la solución polimérica, en donde la interacción entre las dos fases ocurre mediante puentes de hidrogeno. En el estado del arte se ha reportado que el desempeño de los nanofluidos depende del orden de incorporación de cada fase. Por esta razón, en este estudio se usaron dos métodos de preparación de los nanofluidos que son: 1) adición de las nanopartículas a la solución polimérica y 2) dispersión de las nanopartículas en la salmuera con posterior adición del polímero.

5.2.1 Adición Del Polímero Sobre Las Nanopartículas Dispersas en Salmuera

Para la preparación de éste nanofluido, las nanopartículas fueron dispersas en la salmuera sintética mediante agitación mecánica a 300 rpm durante 15 minutos. Posteriormente, la muestra fue sometida a ultrasonido durante una hora. Finalizado el tiempo, la dispersión se agitó nuevamente a 300 rpm formando el vórtice y el polímero se añadió siguiendo el procedimiento descrito en el numeral 5.1.

5.2.2 Adición De Las Nanopartículas A La Solución Polimérica

En este caso, se procedió a preparar la solución polimérica tal como se describe en el numeral 5.1. Al finalizar la hidratación del polímero, se agregaron las nanopartículas siguiendo el mismo procedimiento que se aplica para la adición del polímero. En este procedimiento no se usó ultrasonido para dispersar las nanopartículas, para evitar la degradación mecánica del polímero. Experiencias realizadas en esta investigación permitieron demostrar la validez de este argumento.

6. Caracterización Básica De Los Nanofluidos

La poliacrilamida parcialmente hidrolizada (Flopaam 6035) se caracterizó por espectroscopia infrarroja, porcentaje de humedad y porcentaje de hidrólisis. El tamaño de partícula y el potencial Z de las nanopartículas dispersas se determinó por dispersión de luz dinámica (DLS). Las condiciones a las cuales se realizaron los análisis se describen a continuación.

6.1 Espectroscopia Infrarroja Por Transformada De Fourier (FT-IR)

La caracterización estructural del polímero se realizó por espectroscopia infrarroja atenuada con transformada de Fourier (ATR-IR-FT) usando un espectrómetro FTIR Bruker Tensor 27 con una celda de platino (Alpha, Bruker, USA). El espectro FTIR se grabó de 600-4000 cm^{-1} con una resolución de 4 cm^{-1} (se tomaron 24 scans cada 30 segundos por cada espectro).

6.2 Determinación Del Porcentaje De Humedad Del Polímero

El porcentaje de humedad del polímero se determinó siguiendo el procedimiento descrito en la norma **API RP 63**. Este ensayo consiste en pesar una cantidad determinada de muestra pulverizada de polímero y someterla a temperatura en la que el agua libre es eliminada por vaporización (50 °C). El porcentaje de humedad se calcula por medio de la siguiente expresión:

$$\%Humedad = \frac{\text{Peso inicial} - \text{Peso final}}{\text{Peso inicial}} * 100$$

El porcentaje de humedad se utiliza en el cálculo del porcentaje de hidrólisis del polímero y se debe tener en cuenta para la preparación de las soluciones acuosas.

6.3 Determinación Del Porcentaje De Hidrólisis Del Polímero

La determinación de este porcentaje se realizó siguiendo el procedimiento descrito en la norma **API RP 63**. El método consiste en una titulación potenciométrica con un ácido (HCl

1N) y una base (NaOH 0.1N). El pH de la solución polimérica se reduce a 3, registrando el volumen de HCl adicionado. La solución se deja estabilizar por 30 min. Luego, se adiciona NaOH hasta alcanzar un pH de 3,3, registrando el volumen de base adicionado. Se continúa titulando hasta alcanzar un pH de 7, y con el volumen de base adicionado se calcula el porcentaje de hidrolisis según:

$$\% \text{ de Hidrolisis} = \frac{V * N * 0.072}{0.2 * (1 - M)} * 100$$

Donde,

V = Volumen de NaOH adicionado para incrementar el pH de 3.3 a 7.0

M = Humedad del polímero

N = Normalidad del NaOH

0.072 = Mili-equivalentes del ácido acrílico en la muestra.

0.2 = Peso del polímero en la alícuota de 200 ml.

Para este caso de estudio, se determinó conveniente trabajar con nanofluidos cuyo porcentaje de hidrolisis no excediera el 40%.

6.4 Determinación Del Radio Hidrodinámico De Las Nanopartículas

El radio hidrodinámico de las NPs se determinó por medio de *Dynamic Light Scattering* (DLS) usando un equipo Zetasizer Nano ZS90 con un láser de 633 nm He-Ne (Malvern Instruments, Herrenberg, Alemania) en un ángulo de 90° y una temperatura de 30°C. Para esta

prueba, se dispersaron 100 ppm de NPs en agua desionizada. Las dispersiones se analizaron en una celda de vidrio con una longitud de camino de 10mm. Las mediciones se realizaron en una posición de 4,65 mm de la pared de la cubeta con un atenuador automático y un tiempo de equilibrio de 180s. Se desarrollaron 23 corridas de 10s con 3 repeticiones para cada muestra. La incertidumbre de los resultados DLS fue de 5,8 nm del valor reportado. El software usado para recolectar y analizar los datos fue el Zetasizer versión 7.13. La distribución de tamaño por intensidad, el diámetro promedio Z (Z -average) y el índice de polidispersidad (PDI) se obtuvieron de la función de correlación usando el "modo propósito general" para las nanopartículas monodispersas.

7. Estabilidad Mecánica

7.1 Prueba De Cizallamiento

El cizallamiento de las soluciones poliméricas se realizará el procedimiento descrito en la norma API RP63. Este procedimiento se realiza con el objetivo de simular las condiciones de flujo de las soluciones poliméricas a través de las facilidades de superficie y el estado mecánico del pozo especialmente en inyección. En este ensayo las velocidades de corte alcanzadas están entre 5000 y 30000 s^{-1} . La prueba consiste en fluir la solución polimérica presurizada a través de un tubo capilar a diferentes caudales de flujo obtenidos para cada presión registrando tiempo y peso del fluido cizallado, luego cada viscosidad de la solución cizallada es medida a 7.3 s^{-1} y temperatura ambiente. El esfuerzo de corte ($\dot{\gamma}$ en s^{-1}) que sufre

la solución polimérica es calculada con los caudales medidos (Q) que pasan a través del radio interno del capilar (R) usando:

$$\dot{\gamma} = \frac{4 \times Q}{\pi \times R^3} (7)$$

De igual forma se realizó medición de viscosidad antes y después del ensayo. Las soluciones poliméricas con porcentajes de pérdidas mayores al 30% fueron descartadas de la investigación debido las altas tasas de degradación mecánica.

7.2 Screen Factor

Se empleó un sistema de dos bulbos, construido según recomendaciones de la norma **API RP 63**. Dicha prueba consta de un sistema de cinco mallas de 150 micrómetros (100 mesh) a través de las cuales pasan las soluciones. El desarrollo de la prueba consistió en medir el tiempo que demoró en pasar la muestra a través del paquete de mallas, comparándolo con un solvente promedio (agua destilada). La relación del tiempo registrado entre la solución polimérica y el agua destilada en su paso por la prueba da como resultado el screen factor. Esta se describe en la **Ecuación 8**. Esta medición se realizó a temperatura ambiente. Para este fin se efectuó una medición de viscosidad antes con el fin de tener un control de los cambios a diferentes concentraciones de las muestras.

$$SF = \frac{ST}{STV} (8)$$

Donde, *ST* y *STV* son los tiempos (en s), requeridos para filtrar la solución polimérica y el agua de preparación, respectivamente.

El Screen Factor es una medida de la viscosidad elongacional de una solución polimérica, para lo cual se relaciona con la transición en la conformación de una molécula de polímero flexible de un estado en espiral a un estado estirado. Es decir, la capacidad que tiene el polímero para organizar sus moléculas, de tal modo que es capaz de pasar a través del empaquetamiento de mallas y recuperar su condición original.

7.3 Relación de Filtrabilidad

Se determinó el radio de filtrabilidad de los nanofluidos y soluciones poliméricas a su concentración objetivo, dependiendo del comportamiento de viscosidad de cada sustancia. Para la realización de la prueba se utilizó un aparato de filtración construido acorde a recomendaciones específicas según **API RP 63**. Este aparato consta de un cilindro de acero inoxidable de libre pistón desplazado con gas nitrógeno a 30 psi y una balanza. La prueba consiste en cargar el cilindro con 400 g de la solución diluida y desplazarla con el pistón a través de una malla de 5 μm hasta obtener al menos 300 g de solución en la balanza. El peso y el tiempo en que demora en realizarse la prueba son registrados a partir de un software específico de la balanza. Con los datos de la masa filtrada a través del tiempo se calcula la relación de filtrabilidad a diferentes tiempos. La relación de filtrabilidad se determina a partir de la siguiente expresión:

$$RF = \frac{t_{300} - t_{200}}{t_{200} - t_{100}}(9)$$

En donde, t_{100} , t_{200} y t_{300} son los tiempos (s), requeridos para filtrar 100, 200, y 300 mL de la solución, respectivamente. Se espera que la relación de filtrabilidad de la muestra

evaluad no sea mayor a 1 ± 0.2 . La finalidad de esta prueba es que el nanofluido o el polímero pase a través de la membrana sin dificultad, conservando su viscosidad al finalizar la prueba. Por esta razón, se mide la viscosidad de las soluciones colectadas después de la prueba para determinar si hubo algún cambio.

8. Reología

La evaluación reológica de las soluciones fue realizada a la concentración objetivo utilizada para la prueba de cizallamiento y la relación de filtrabilidad. Fueron sometidos a este procedimiento el nanofluido que mejor desempeño tuvo en las pruebas de estabilidad mecánica y su respectivo caso base. Dicha evaluación permitió evaluar el desempeño visco - elástico del nanofluido a diferentes tasas de corte. De igual forma determina la tendencia de la pérdida de viscosidad de la sustancia en relación al esfuerzo sometido a temperatura de yacimiento. Por tal razón, se asemeja su comportamiento mecánico al descrito por el paso del nanofluido a través del medio poroso.

Para la realización de la prueba se preparó una muestra de 20 ml de la solución polimérica y fue puesta en el viscosímetro Anton Par. Dicho viscosímetro evaluó la solución a 56°C , temperatura de yacimiento de campo específico del Magdalena medio. Las curvas de flujo de los nanofluidos y la solución polimérica fueron medidas en el reómetro MCR302 (Anton Paar Austria) con geometría cilíndrica concéntrica CC27 (la bobina de medición y la copa de medición tenían radio de 13,329 mm y 14,463 mm, respectivamente) en el rango 4 - 424 s-1. Se seleccionó una amplitud de deformación del 1% para garantizar que las muestras

cayeran dentro de la región viscoelástica lineal. El comportamiento reológico de las muestras fue descrito por el modelo de Carreau-Yasuda. La incertidumbre del valor reportado se mantuvo entre ± 1 a 7%.

$$\eta = (\eta_0 - \eta_\infty) [1 + (\lambda\dot{\gamma})^\alpha]^{\frac{n-1}{n}} + \eta_\infty$$

***Ecuación 1.** Modelo Carreau Yasuda aplicado para predicción tendencia fluidos pseudoplásticos.*

En la **Ecuación 1** se define el modelo implementado para el análisis de los desplazamientos reológicos de los fluidos. En donde las variables η_0 , η_∞ , α y γ son iteradas y ajustadas a los resultados experimentales con la finalidad de reducir el error cuadrático promedio a cero. Esto busca predecir el comportamiento viscosificante del fluido en puntos lejanos a los esfuerzos de corte calculados por el equipo.

El desplazamiento del nanofluido por esta prueba concede la propiedad reológica de la sustancia a cualquier esfuerzo de corte, teniendo un comportamiento de la viscosidad referente a los esfuerzos soportados a causa del tamaño de poro presente en el yacimiento, la permeabilidad de la roca y la porosidad presente. Dicho esfuerzo varia en relación a las características petrofísicas del yacimiento. Para el caso de estudio, se determinó como referente 7,3 s⁻¹. Esfuerzo de corte calculado por la velocidad de flujo con que se inyecta el agua en el yacimiento, la porosidad del yacimiento y su permeabilidad. Adicional a esto, se determinan relevantes según recomendaciones del manual de instrucciones del reómetro aquellos resultados superiores al 20% del torque usado por el equipo en la medición de la viscosidad. Se realizaron dos desplazamientos en total con porcentajes de error menores al 5%.

9. Resultados y Análisis

9.1 Métodos de Preparación De Los Nanofluidos

Se relacionan resultados encontrados del estudio selección del mejor nanofluido (nanopartículas + polímero) mediante la evaluación de la relación viscosidad, estabilidad mecánica y filtrabilidad, para las condiciones de temperatura y salinidad específicas contempladas en la Metodología. Todos los nanofluidos evaluados fueron comparados con el caso base de estudio, el polímero sin presencia de nanopartículas. Los nanofluidos serán denominados según el polímero del cual provienen con un NF precedido de su nombre, por ejemplo, **NF 6035**.

9.1.1 Nanopartícula de sílica modificada con APTES (NANO 2)

Para este caso de estudio se procedió a preparar en ambos métodos de hidratación la solución polimérica, como se relaciona en la **Tabla 3**. Fueron consideradas concentraciones iguales para cada método de preparación con el fin de comparar las condiciones de la mezcla en cada uno de los casos. Sin embargo, ninguna de las dispersiones preparadas mostró resultados favorables, ya que se observaba precipitación de la nanopartícula y aglomeraciones suspendidas en la mezcla.

Tabla 3.

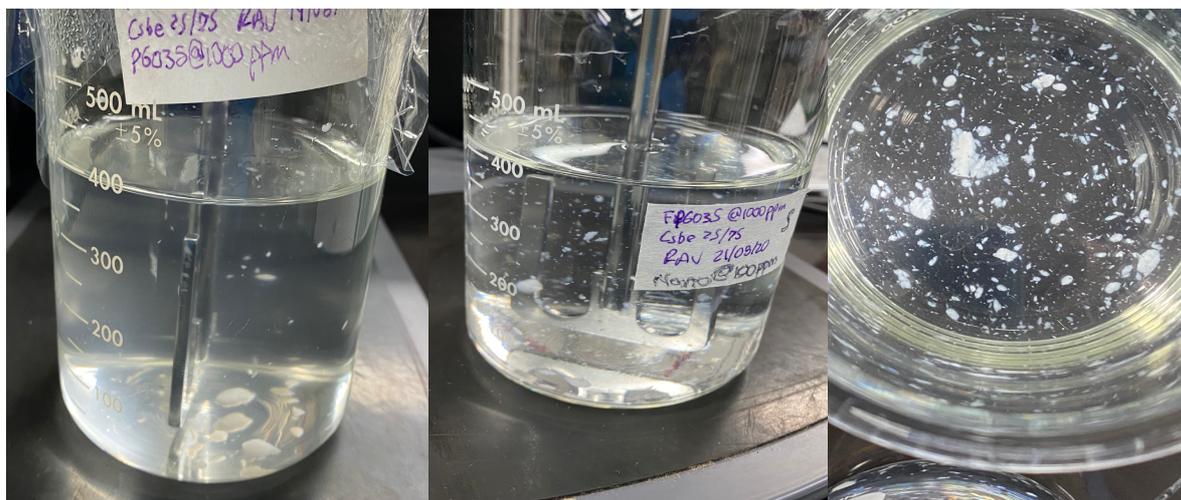
Nanofluidos realizados con nanopartícula 2 de acuerdo al método de preparación.

ADICIÓN DE LAS NANOPARTÍCULAS A LA SOLUCIÓN POLIMÉRICA		ADICIÓN DEL POLÍMERO A LAS NANOPARTICULAS DISPERSAS EN SALMUERA	
Polímero FP 6035	Nano 2	Polímero FP 6035	Nano 2
1000 ppm	100 ppm	1000 ppm	100 ppm
1000 ppm	200 ppm	1000 ppm	200 ppm
2000 ppm	100 ppm	2000 ppm	100 ppm

Los agregados de nanopartículas que se observan en la **Figura 5**, se deben al carácter hidrófobo del modificador en la superficie de las nanopartículas (APTES). En presencia de agua, las nanopartículas se aglomeran para reducir el contacto de los grupos hidrófobos con el solvente.

Figura 5.

*Formación de agregados de la Nanopartícula 2 en la solución **HPAM 6035***



9.1.2 Nanopartícula Hidrofilica (Nanopartícula 1)

Las concentraciones usadas para preparar los nanofluidos se presentan en la **Tabla 4**. Al igual que en el caso anterior, se usaron concentraciones iguales para cada método de preparación con el comportamiento de los nanofluidos dependiendo del método de preparación.

Tabla 4.

Nanofluidos realizados con la nanopartícula 1 de acuerdo al método de preparación.

ADICIÓN DE LAS NANOPARTÍCULAS A LA SOLUCIÓN POLIMÉRICA (M1)		ADICIÓN DEL POLÍMERO A LAS NANOPARTICULAS DISPERSAS EN SALMUERA (M2)	
Polímero FP 6035	Nanopartícula 1	Polímero FP 6035	Nanopartícula 1
1000 ppm	100 ppm	1000 ppm	100 ppm
1000 ppm	200 ppm	1000 ppm	200 ppm

Los nanofluidos preparados por los dos métodos fueron observados durante 120 horas para determinar si había formación de agregados o precipitados de nanopartículas. Adicionalmente, se midió la viscosidad de las muestras cada 60 horas a 7.3 s^{-1} y a dos temperaturas (30 y 56°C). Como se observa en la **Figura 7**, los nanofluidos preparados por el método 2 (M2) permanecieron estables durante las 120 horas de evaluación. Los nanofluidos preparados por el método 1 (M1) fueron estables inicialmente (**Figura 6**), pero a las 120 horas se observó la precipitación de sólidos.

9.1.2 Adición Del Polímero Sobre Las Nanopartículas

Las muestras en las cuales se agregó primero la nanopartícula se denominarán de acuerdo a la nanopartícula que se usó (Nanopartícula 1), la poliacrilamida empleada (**FP 6035**)

y las concentraciones determinadas de cada uno. En la **Tabla 5** se puede observar los nanofluidos elaborados y las respectivas nomenclaturas que se usa en cada caso.

Es notable la similitud en el porcentaje de humedad encontrado para cada sustancia, esto debido a que su base es el mismo polímero. De igual forma, se observa una variación entre el porcentaje de hidrólisis de las tres soluciones poliméricas. Dicho porcentaje va desde el 30 hasta el 34%.

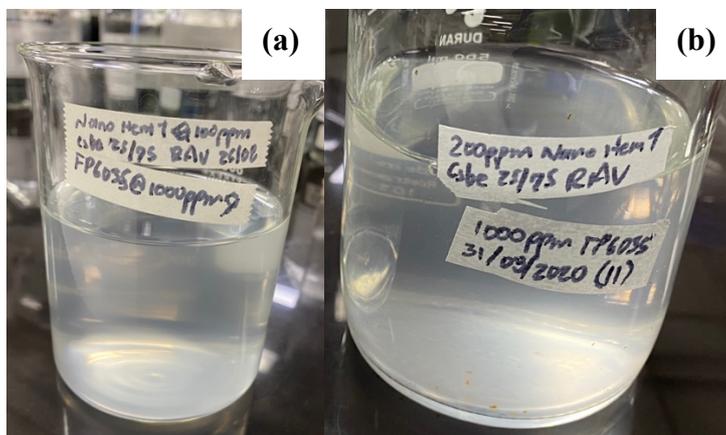
Tabla 5.

Información característica de los polímeros y nanofluidos evaluados

NOMBRE	COMPOSICIÓN	PORCENTAJE DE HIDROLISIS	PORCENTAJE DE HUMEDAD
FP 6035	HPAM anionica	33,17	8,39
1-NF 6035	100 ppm Nano SiO ₂ + HPAM anionica	30,34	8,41
2-NF 6035	200 ppm Nano SiO ₂ + HPAM anionica	33,72	8,41

Figura 6.

Estabilidad de los nanofluidos a) 100NF6035-M2 y b) 200NF6035-M2 a las 120 horas de evaluación.



9.1.3 Adición De Las Nanopartículas Sobre El Polímero

En la **Tabla 6** se relacionan los polímeros y nanofluidos que fueron considerados. Se puede observar la nomenclatura empleada para cada nanofluido. El porcentaje de hidrólisis se encuentra entre el 33 y el 34% y el de humedad es bastante similar al encontrado en los otros Nanofluidos.

Tabla 6.

Información característica de los polímeros y nanofluidos evaluados.

NOMBRE	COMPOSICION	PORCENTAJE DE HIDROLISIS	PORCENTAJE DE HUMEDAD
FP 6035	HPAM anionica	33,17	8,39
NF 6035-1	HPAM anionica + 100 ppm Nano SiO ₂	34,21	8,41
NF 6035-2	HPAM anionica + 200 ppm Nano SiO ₂	34,16	8,41

En la **Tabla 7** se relaciona el desempeño de las viscosidades de los nanofluidos, preparados mediante ambos métodos, evaluadas durante el tiempo.

Tabla 7.

Viscosidades en cPs de los nanofluidos preparados a temperatura ambiente y de yacimiento.

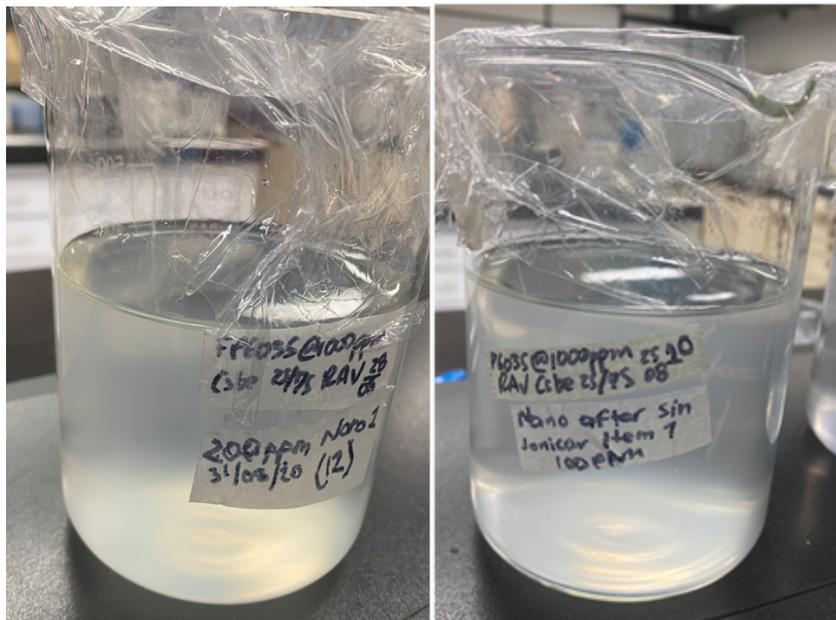
NANOFLUIDO	TIEMPO (horas)	TEMPERATURA	
		56°C	30°C
FP 6035	0	14,2	22
	60	13,9	20,6
	120	13,6	17,9
NF 6035-1	0	16,3	26
	60	14,9	23,5
	120	15,9	24,2
NF 6035-2	0	14,2	22,2
	60	16,3	25,7
	120	13,5	19,8
1-NF 6035	0	18,8	27,9
	60	18,6	27,2
	120	18,1	25,9

2-NF 6035	0	16,9	24,7
	60	15,4	23,6
	120	13,6	20,6

En la **Figura 8** se observa el comportamiento de la viscosidad de los nanofluidos comparados con el polímero FP 6035 a 56°C y 7.3s⁻¹. Las viscosidades varían entre los 13 cPs y los 19 cPs. La viscosidad mas alta fue la del nanofluido **1-NF 6035** durante las 120 horas.

Figura 7.

Estabilidad de los nanofluidos a) 100NF6035-M1 y b) 200NF6035-M1 a las 55 horas de evaluación.

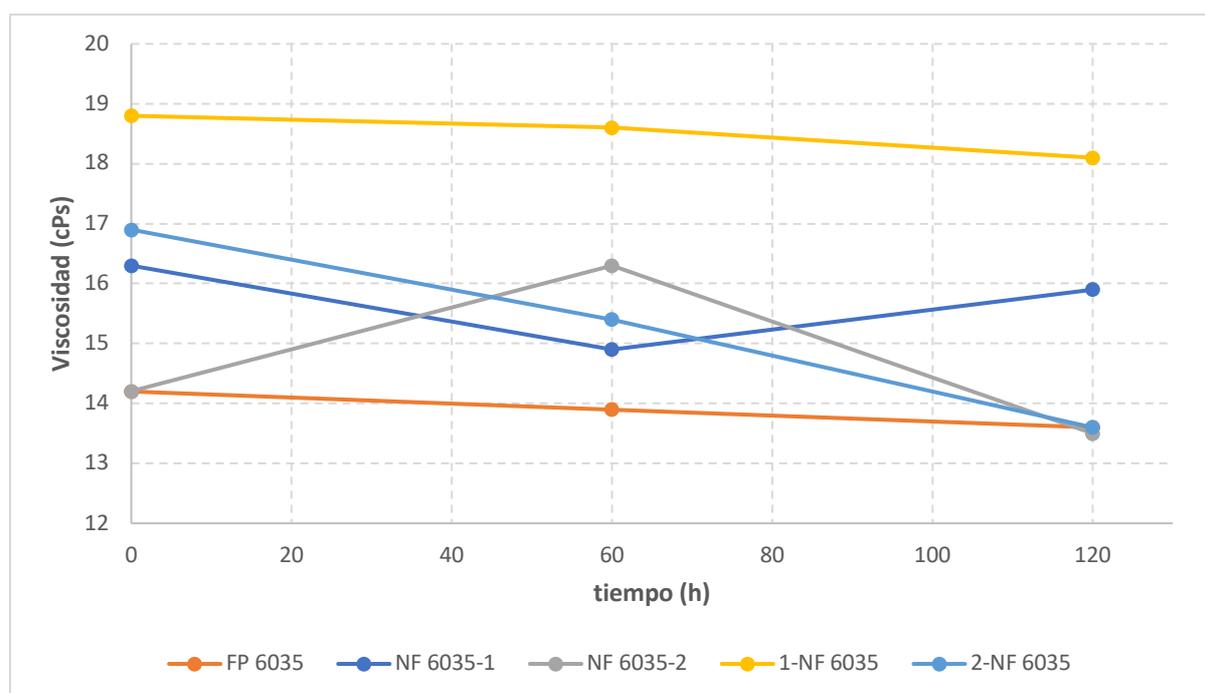


Los demás nanofluidos presentan viscosidades superiores a las del caso base, pero para algunos casos es posible encontrar un tiempo de vida útil corto, debido a que pierden viscosidad con el paso del tiempo. Es notable el comportamiento óptimo del nanofluido **1-NF 6035**, el cual no disminuye su viscosidad a temperatura de yacimiento pese al paso del tiempo.

Por el contrario, hay nanofluidos como el **NF 6035-2**, que la presencia de nanopartículas afecta su viscosidad, incluso obteniendo valores por debajo del caso base **FP 6035**. En el caso del nanofluido **2-NF 6035**, presenta un aumento importante de viscosidad, pero dicho aumento esta entre el caso base y el nanofluido **1-NF 6035**. En la **Figura 9**, al igual que en la anterior, es posible notar el comportamiento reológico de los nanofluidos a temperatura ambiente. De igual forma se tiene en cuenta el polímero sin nanopartículas. Todos los nanofluidos tienden a perder viscosidad con el paso del tiempo, a diferencia del **NF 6035-1**, quien luego de 60 horas tiene un aumento de su viscosidad. Dicho comportamiento es importante debido a que tiene un tiempo de vida útil mas prolongado. El mejor desempeño fue el observado por el nanofluido **1-NF 6035**, al igual que el caso anterior donde se demostraba su comportamiento a temperatura de yacimiento. Los nanofluidos **2-NF 6035** y **NF 6035-2** tienen una viscosidad similar al paso de las 120 horas.

Figura 8.

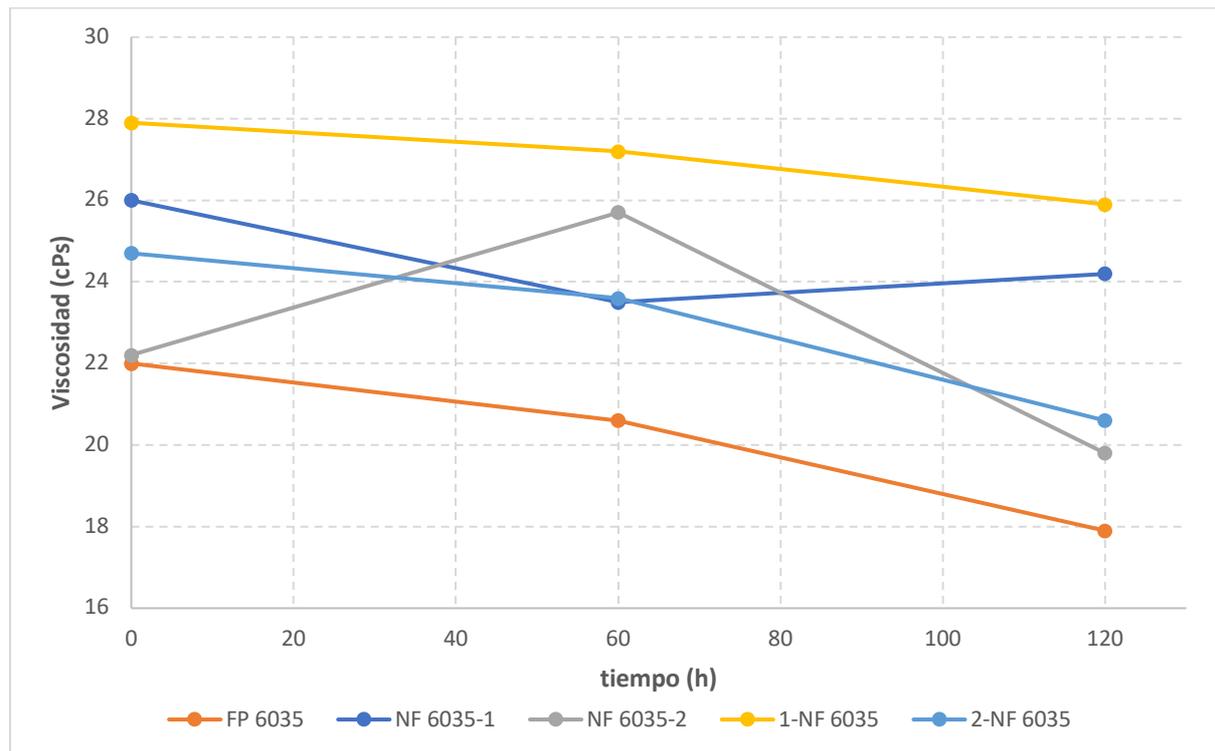
Viscosidades de los nanofluidos a 56°C y 7.3s^{-1} en función del tiempo.



De acuerdo a los resultados obtenidos en las pruebas de estabilidad y viscosidad continúa la investigación con el nanofluido **1-NF 6035**. En el ANEXO A se relaciona el protocolo de Adición de Nanopartículas En Soluciones Poliméricas.

Figura 9.

Viscosidades de los nanofluidos a 25°C y 7.3s⁻¹ en función del tiempo.



9.2 Métodos De Caracterización

Todos los nanofluidos fueron analizados en su porcentaje de hidrólisis y porcentaje de humedad. Estos resultados ya fueron relacionados en la **Tabla 5** y **Tabla 6**. Dichos porcentajes van desde el 30% hasta el 34%. El nanofluido **1-NF 6035** presentó un porcentaje de hidrólisis menor que el caso base (**FP 6035**). Las demás soluciones poliméricas tuvieron un resultado muy similar. Esto otorga al nanofluido una propiedad mecánica más estable en cuanto a menor tendencia por realizar enlaces con cationes libres dentro de su paso por el medio poroso.

9.2.1 Espectroscopia Infrarroja Por Transformada De Fourier (FT-IR)

En la **Figura 10** se presenta el espectro del polímero **FP 6035**. Las bandas características son:

-Estiramiento N-H: $3100 - 3400 \text{ cm}^{-1}$.

-Estiramiento O-H: $3300 - 3400 \text{ cm}^{-1}$.

-Estiramiento $-\text{CH}_2$: 2900 cm^{-1} .

-Estiramiento C=O: 1650 cm^{-1} .

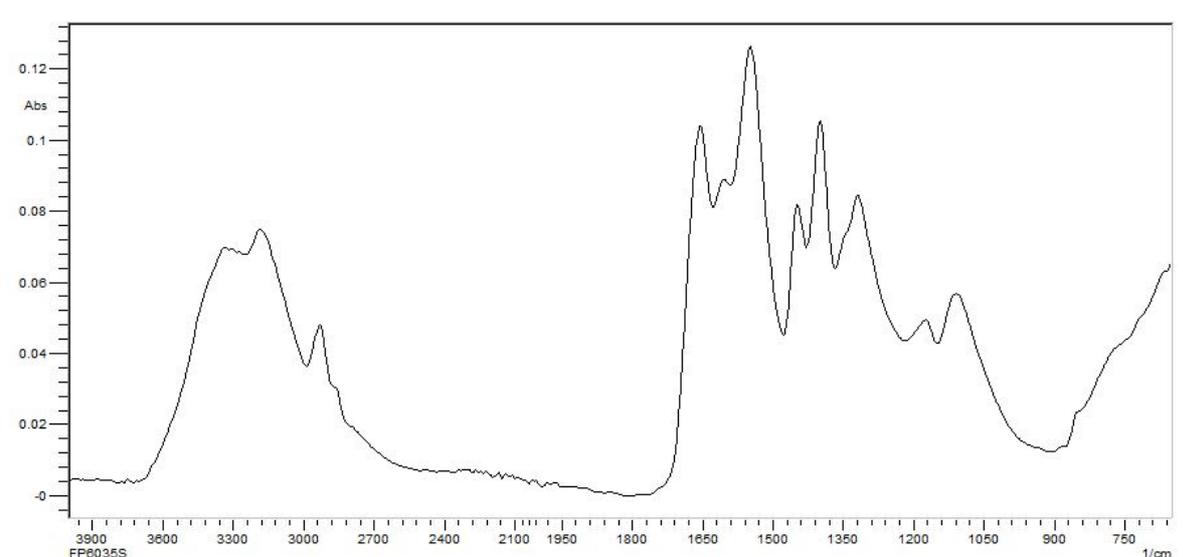
-Flexión $-\text{NH}_2$: 1500 cm^{-1} .

-Flexión $-\text{CH}_2$: $1400 - 1450 \text{ cm}^{-1}$.

-Estiramiento C-N: 1350 cm^{-1} .

Figura 10.

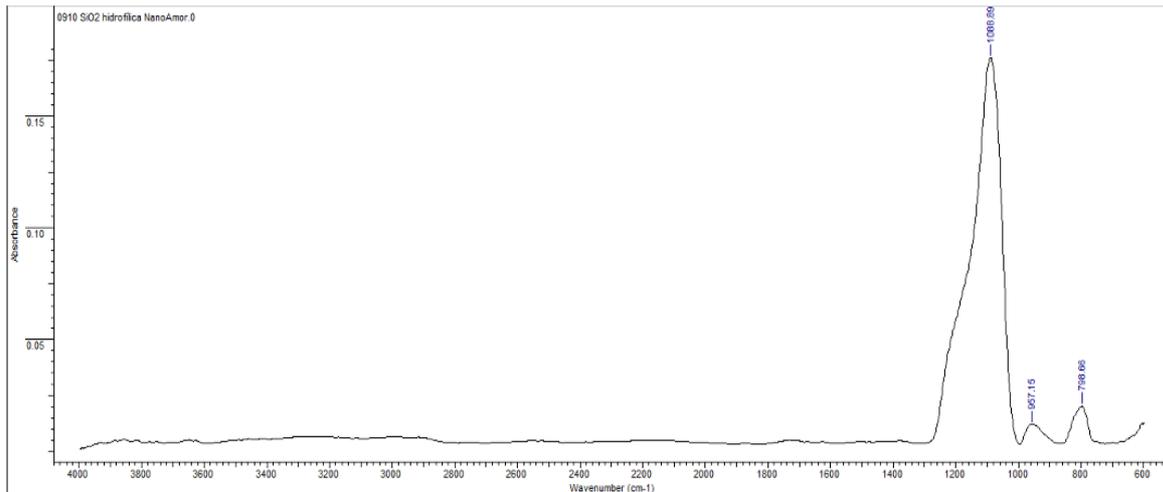
Espectro característico del FP 6035.



La diferencia a otras poliacrilamidas radica en la intensidad de las bandas asociadas debido al porcentaje de hidrólisis de cada molécula, sin embargo, los picos presentes no exhiben corrimientos y aparecen en los mismos números de onda.

Figura 11.

Espectro característico de nanopartícula de SiO₂ hidrofílica de 7 nm.



En la **Figura 11** se muestra el espectro característico de la Nanopartícula 1, en el cual se destacan las siguientes bandas características:

- Doblamiento Si-O: 798.66 cm^{-1} .
- Estiramiento en fase Si-O: 957.15 cm^{-1} .
- Estiramiento fuera de fase Si-O: 1088.89 cm^{-1} .

Cabe resaltar que, los números de onda asignados a cada modo vibracional de grupos funcionales son tomados como valores aproximados de los espectros experimentales.

9.2.2 Estabilidad Coloidal (potencial Z)

La estabilidad coloidal de las dispersiones de nanopartículas se predice por la magnitud de los valores de potencial Z. Las dispersiones con valores de potencial Z mayores de -30mV

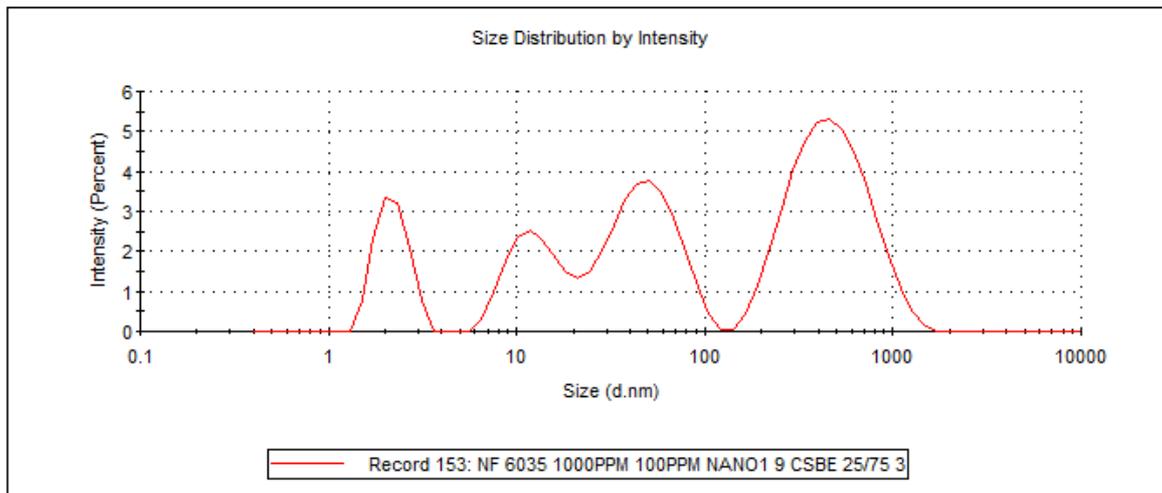
o menores de +30mV, son usualmente inestables, debido a la interacción entre las partículas. El potencial Z del nanofluido 100NF6035-M2 fue -23 mV a pH= 6,4, sin embargo, el nanofluido permaneció estable. Este fenómeno se atribuye a la formación de puentes de hidrógeno entre el agua y los grupos –OH presentes en la superficie de la nanopartícula 1, los cuales reducen las interacciones nanopartícula-nanopartícula, es decir, la formación de aglomerados (Gun'Ko et al., 2001).

9.2.3 Determinación del radio hidrodinámico de las nanopartículas en los nanofluidos

En la **Figura 12** se presenta la distribución del radio hidrodinámico vs. la intensidad para el nanofluido **1-NF 6035**. Debido a la polidispersidad del polímero se observan múltiples picos, lo cual hace difícil determinar el promedio del radio hidrodinámico de las nanopartículas dispersas. Teniendo en cuenta lo anterior, no se recomienda usar esta técnica para este tipo de nanofluidos.

Figura 12.

Distribución del radio hidrodinámico de la nanopartícula 1 en el nanofluido 1-NF 6035.



9.3 Ensayo De Cizallamiento

Las soluciones poliméricas en el campo de estudio se someten a esfuerzos de corte entre 2000 y 20000 s^{-1} . Por tal razón, las pruebas de degradación mecánica del **FP 6035** y de los nanofluidos se realizaron a estas condiciones (**Tabla 8**). Las presiones utilizadas para degradarlo son similares a las usadas para degradar el polímero (caso base), que en el caso del nanofluido **1-NF 6035** es diferente debido a que se usó mayor presión. Este aumento para lograr el mismo esfuerzo de corte determina que es menos propenso a degradarse mecánicamente gracias al uso de las nanopartículas.

Las viscosidades de las muestras degradadas en relación al esfuerzo de corte al que fueron sometidas durante las pruebas de estabilidad se presentan en la **Figura 13**.

Tabla 8.

Resultados de la degradación mecánica de la solución 1000 ppm FP 6035 y del nanofluido 1-NF 6035.

MUESTRA	PRESIÓN (psi)	PESO (g)	TIEMPO (s)	FLUJO	ESFUERZO DE CORTE (s ⁻¹)
FP 6035	10	86,37	28,50	3,03	5734
	20	97,93	21,75	4,50	8519
	40	97,08	13,06	7,43	14065
	50	46,21	5,65	8,18	15475
	70	93,9	8,47	11,09	20977
1-NF 6035	10	96,88	74,53	1,30	2460
	20	96,44	39,47	2,44	4623
	50	98,54	14,41	6,84	12939
	70	97,04	10,66	9,10	17224
	86	98,09	8,90	11,02	20854

Se observa que la viscosidad del nanofluido **1-NF 6035** se reduce de 18.9 a 16.2 cP al incrementar el esfuerzo de corte, lo que representa una reducción del 13,4% (**Figura 14**).

Para el polímero la viscosidad se redujo de 14.4 a 13.1 cP, representando una reducción del 9,3% (**Figura 14**). En todos los esfuerzos de corte la viscosidad del nanofluido fue mayor a la del **FP 6035**, sin embargo, el nanofluido perdió más viscosidad al ser sometido a degradación mecánica. A pesar de los resultados obtenidos, las dos muestras cumplieron la condición establecida para la selección de polímeros para procesos EOR, la cual estipula que la pérdida de viscosidad después de la prueba debe ser menor al 40%.

Figura 13.

Viscosidades de las muestras degradadas a 56 °C y 7.3 s-1.

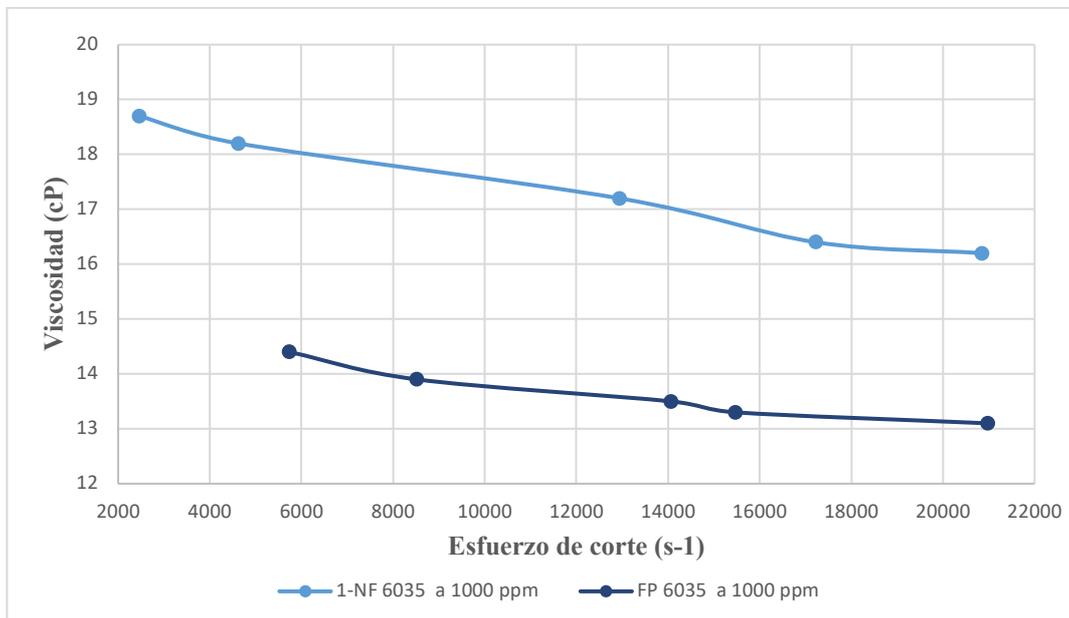
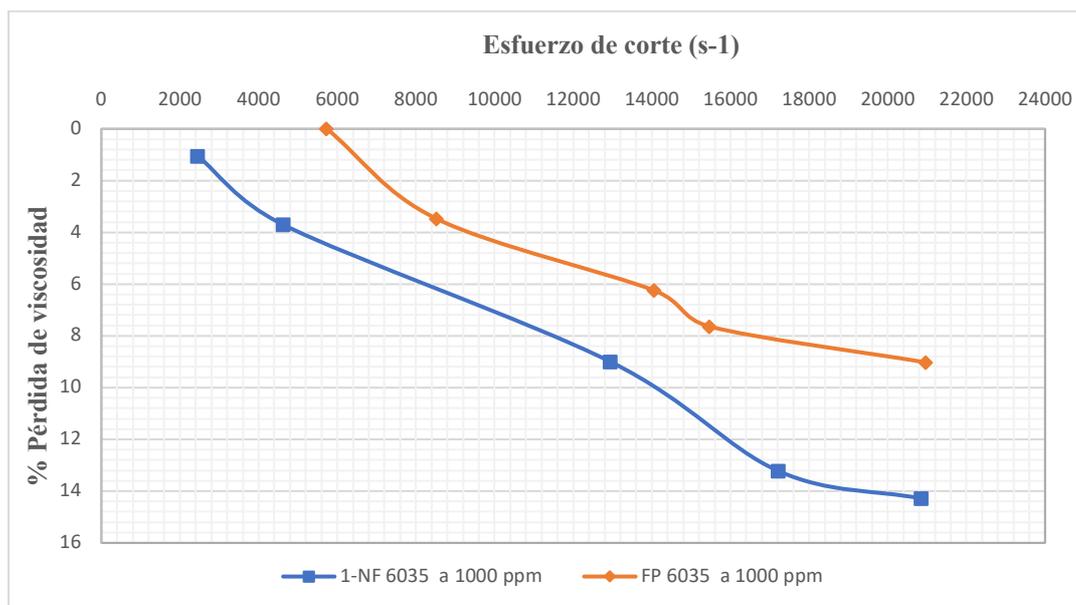


Figura 14.

Porcentaje de pérdida de viscosidad en relación al esfuerzo de corte para el FP6035 y el 1-NF 6035.

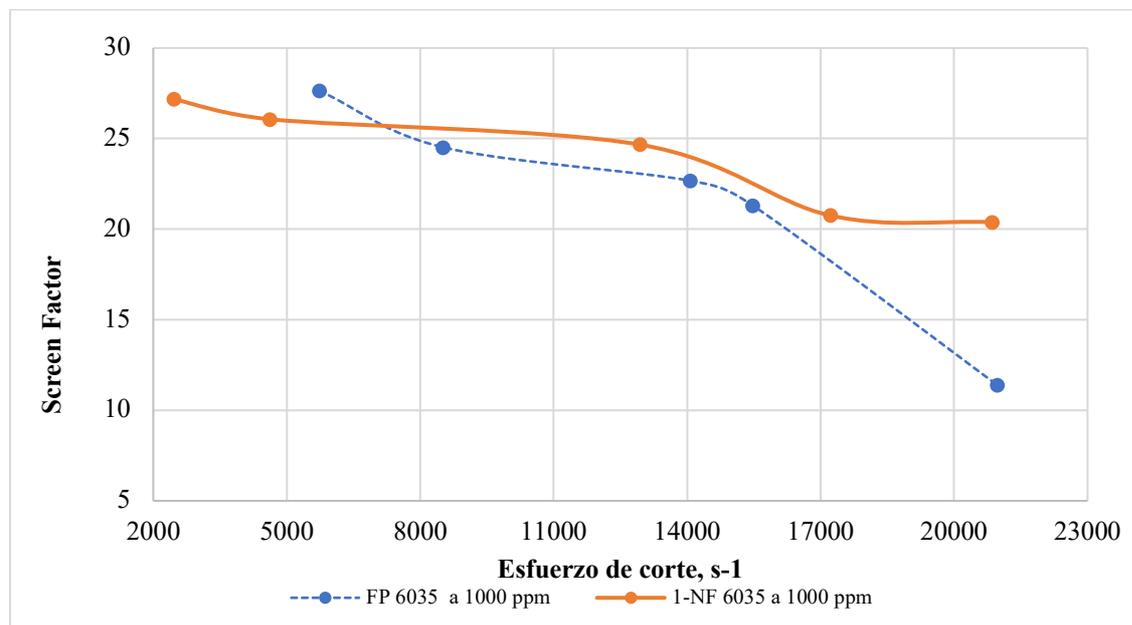


9.4 Screen Factor (SF)

En la **Figura 15** se presentan los valores del Screen Factor de las muestras con respecto al esfuerzo de corte al cual fueron sometidas. Para el **FP 6035**, se observa que los valores de SF disminuyeron de 27 a 11 al incrementar el esfuerzo de corte. Para el nanofluido la reducción fue menor que para el **FP 6035**, lo cual sugiere que las nanopartículas incrementan la elasticidad del polímero al formar redes tridimensionales, en donde actúan como agentes entrecruzantes de las cadenas poliméricas.

Figura 15.

Screen Factor del FP 6035 y del 1-NF 6035 a diferentes esfuerzos de corte.



9.5 Relación De Filtrabilidad (RF)

Los resultados de la relación de filtrabilidad de las muestras se presentan en la **Tabla 9**. Se observa que el RF del **FP 6035** se encuentra dentro de los límites aceptables (1 – 1.2). El

tiempo de duración de la prueba fue de 40 minutos aproximadamente, tiempo que se considera favorable considerando que la prueba tiene un tiempo límite de 120 minutos. La viscosidad del polímero al finalizar la prueba fue de 1,8 cP a 56°C y 7.3 s⁻¹, lo cual representa una pérdida de viscosidad del 87,5%.

Para el caso del nanofluido **1-NF 6035** se produjo taponamiento de la malla de 5 mesh ubicada antes del capilar, lo cual incrementó el tiempo de la prueba en comparación con el **FP 6035**. La viscosidad del nanofluido al finalizar la prueba fue de 3,3 cP a 56°C y 7.3 s⁻¹, lo cual representa una pérdida de viscosidad del 80%. A pesar de esto, el nanofluido es más resistente a la degradación que el polímero.

Tabla 9.

Relación de filtrabilidad de la solución 1000 ppm FP 6035 y del nanofluido 1-NF 6035.

Muestra	Masa (g)	Tiempo (seg)	RF
FP 6035	100	1287	1,18
	200	2647	
	300	4255	
1-NF 6035	34	1143	1,22
	67	2595	
	100	4362	

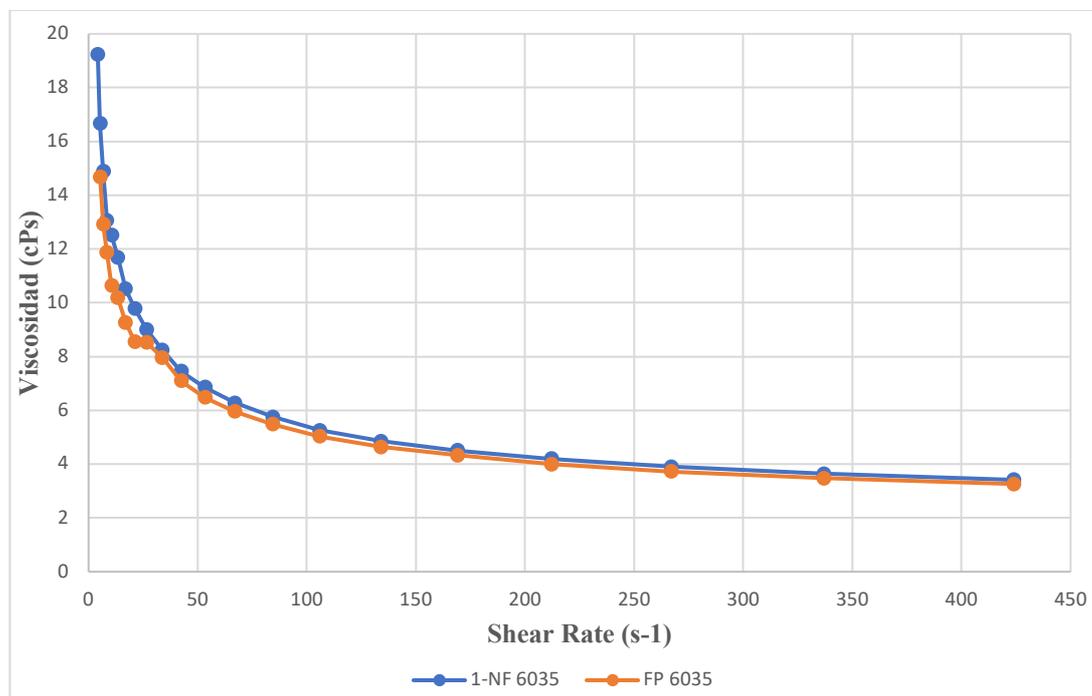
9.6 Comportamiento Reológico

En la **Figura 16** se compara el comportamiento de la viscosidad en relación al esfuerzo de corte del nanofluido **1-NF 6035** con el **FP 6035**. Se observa que el nanofluido tiene viscosidades superiores que el polímero, a esfuerzos de corte menores a 100 s⁻¹.

Los resultados reológicos determinan el comportamiento viscoelástico de la sustancia en el desplazamiento por el medio poroso (temperatura de yacimiento 56°C). A partir de estos resultados, se implementó un modelo que permita predecir la viscosidad del fluido polimérico a altos o bajos rangos de esfuerzo cortante.

Figura 16.

Viscosidad de las soluciones poliméricas a diferentes velocidades de corte.



En la **Figura 18** se compara el desplazamiento del polímero **FP 6035** con el análisis predictivo del modelo. Dicho modelo se evalúa a partir de cálculo de variables de la **Ecuación 1** teniendo un error cuadrático promedio menor a 7,3%. Lo que determina valores muy similares entre los datos obtenidos en el reómetro y el experimento.

Figura 17.

Comparación de las viscosidades entre el 1-NF 6035 y el caso base FP 6035.

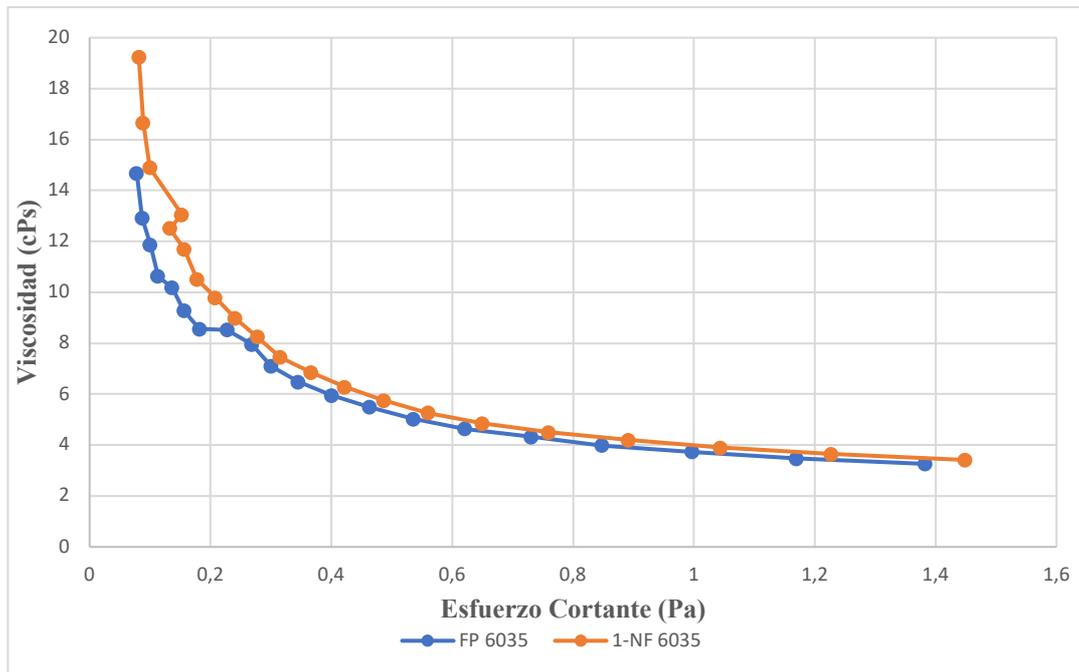
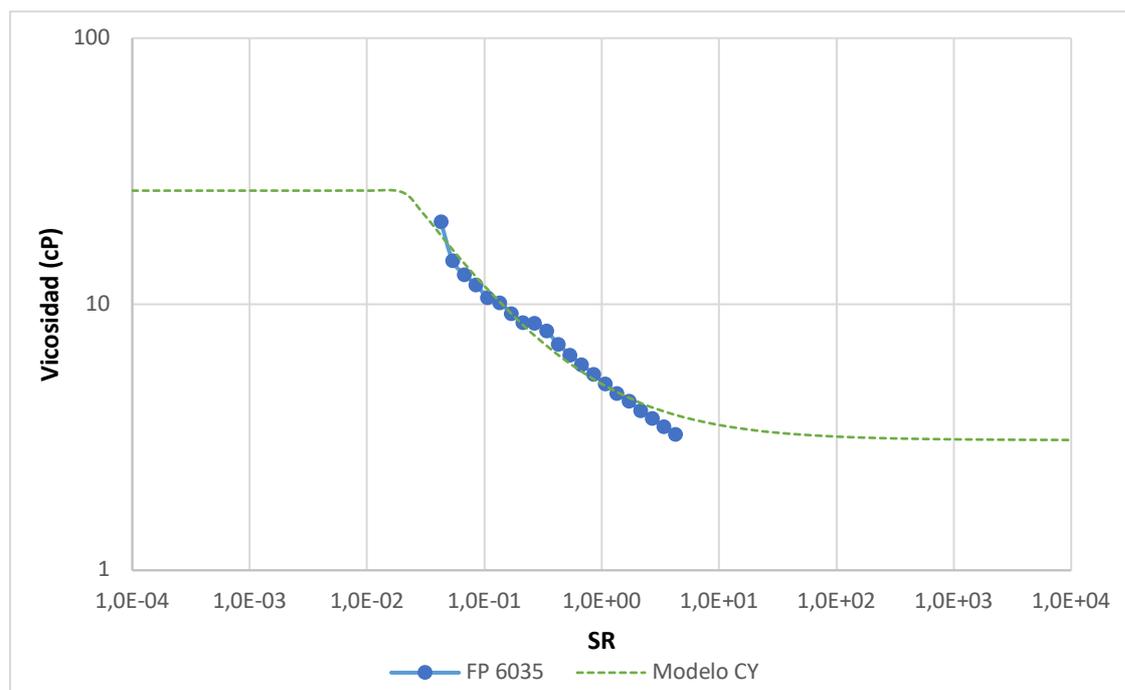


Figura 18.

Modelo Carreau Yasuda implementado al polimero FP 6035



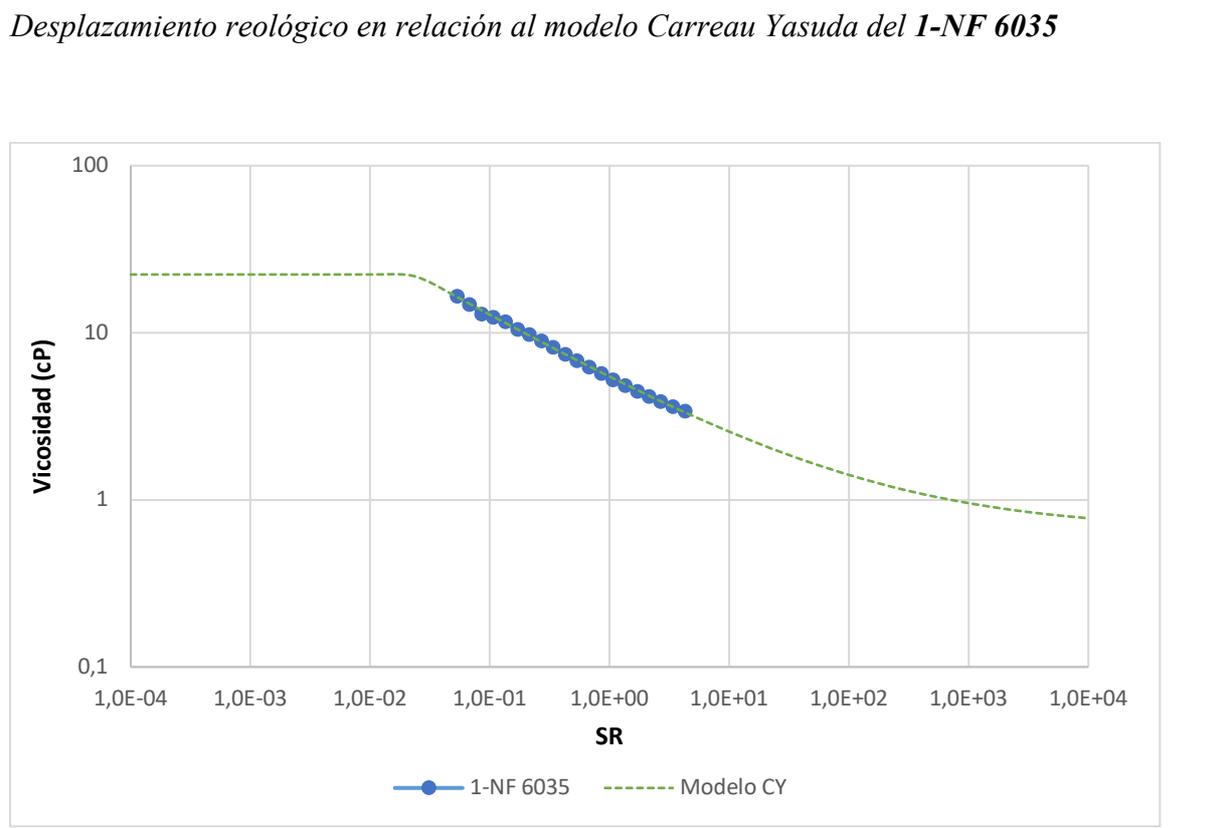
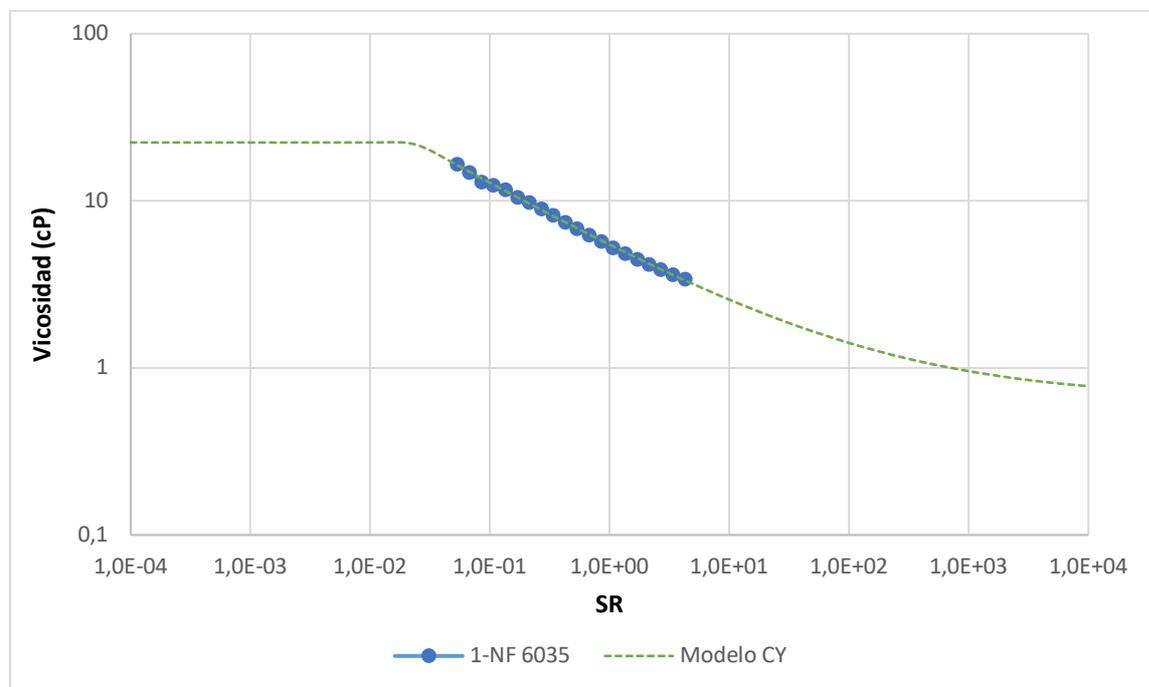
Es posible observar el comportamiento pseudoplástico del polímero. Por otro lado, en la  se muestra la comparación del desplazamiento reológico del nanofluido **1-NF 6035** con su respectivo modelo.

Figura 19.

Desplazamiento reológico en relación al modelo Carreau Yasuda del 1-NF 6035



En este caso el error cuadrático promedio obtenido es menor al 1,2% encontrando completa similitud entre los valores obtenidos en el reómetro y los calculados por el modelo.

10. Conclusiones

La implementación de nanopartículas a bajas concentraciones (menores a 100 ppm) en la inyección de fluido polimérico afecta positivamente la molécula, ya que le permite obtener propiedades viscoelásticas especiales, que mejoran en un 20% el desempeño de la poliacrilamida, dándole capacidad de soportar los esfuerzos de corte a los que es sometido, con menores concentraciones de inyección que en el caso base.

El protocolo diseñado de adición de nanopartículas hidrofílicas de Silicio sobre poliacrilamidas parcialmente hidrolizadas, garantiza la creación de una mezcla estable, sin presencia de precipitados ni aglomeraciones, usadas para el estudio del mejoramiento de la técnica como método de recobro mejorado.

La evaluación realizada mediante ensayos de cizallamiento, para el polímero **FP 6035** y el nanofluido **1-NF 6035** a diferentes concentraciones, demuestran la disminución de las pérdidas de viscosidad del nanofluido frente al polímero, producto de la presencia de nanopartículas en la sustancia, evitando así su degradación mecánica superior al 30% del estado inicial.

La relación de filtrabilidad desfavorable encontrada para 100 ppm de nanopartículas hidrofílicas adicionadas sobre poliacrilamida **FP 6035** sin previo ultrasonido, muestra la importancia de la prueba como control de calidad de sólidos no disueltos, que se presentan en los nanofluidos producto de métodos de preparación de baja estabilidad.

La comparación entre el desplazamiento reológico del nanofluido **1-NF 6035** y el polímero sin nanopartículas **FP 6035**, a la misma concentración de evaluación, en donde se

relacionan las viscosidades de las sustancias con el esfuerzo cortante al que es sometido, permite observar un mejor desempeño del nanofluido, resultado que otorga afinidad favorable de la poliacrilamida por la nanopartícula hidrofílica, siempre y cuando se adicione siguiendo un protocolo confiable.

Referencias

BalBalazs, A. C., Emrick, T., & Russell, T. P. (2006). Nanoparticle polymer composites: Where two small worlds meet. *Science*, 314(5802), 1107-1110.

Benavides Figueroa, A. M. (s. f.-a). Evaluación experimental del efecto del ion hierro ($Fe^{(2+)}$) en soluciones poliméricas (hpam) de bajo peso molecular funcionalizadas con nanopartículas de sílice. *Escuela de Procesos y Energía*.

Benavides Figueroa, A. M. (s. f.-b). Evaluación experimental del efecto del ion hierro ($Fe^{(2+)}$) en soluciones poliméricas (hpam) de bajo peso molecular funcionalizadas con nanopartículas de sílice. *Escuela de Procesos y Energía*.

Bornaee, A. H., Manteghian, M., Rashidi, A., Alaei, M., & Ershadi, M. (2014). Oil-in-water Pickering emulsions stabilized with functionalized multi-walled carbon nanotube/silica nanohybrids in the presence of high concentrations of cations in water. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 20(4), 1720-1726.

Buckley, S. E., & Leverett, Mc. (1942). Mechanism of fluid displacement in sands. *Transactions of the AIME*, 146(01), 107-116.

Cao, R., Cheng, L., & Lian, P. (2015). Flow behavior of viscoelastic polymer solution in porous media. *Journal of Dispersion Science and Technology*, 36(1), 41-50.

Delshad, M., Kim, D. H., Magbagbeola, O. A., Huh, C., Pope, G. A., & Tarahhom, F. (2008). *Mechanistic interpretation and utilization of viscoelastic behavior of polymer solutions for improved polymer-flood efficiency*. SPE Symposium on Improved Oil Recovery.

Druetta, P., & Picchioni, F. (2019). Influence of the polymer degradation on enhanced oil recovery processes. *Applied Mathematical Modelling*, 69, 142-163.

Espinosa Quintero, M. P. (2018). *Evaluacion Del Efecto De La Salinidad En Soluciones De Poliactilamidas Parcialmente Hidrolizadas A Traves De Pruebas De Laboratorio Y Tecnicas Analiticas*.

Gun'Ko, V., Zarko, V., Lebeda, R., & Chibowski, E. (2001). Aqueous suspension of fumed oxides: Particle size distribution and zeta potential. *Advances in colloid and interface science*, 91(1), 1-112.

Jackson, R. B., Le Quéré, C., Andrew, R. M., Canadell, J. G., Korsbakken, J. I., Liu, Z., Peters, G. P., & Zheng, B. (2018). Global energy growth is outpacing decarbonization. *Environmental Research Letters*, 13(12), 120401.

Littmann, W. (1988). *Polymer flooding* (Vol. 24). Elsevier.

Lizcano-Nino, J., de Sousa Ferreira, V. H., & Moreno, R. B. L. (2020). Less-concentrated HPAM solutions as a polymer retention reduction method in CEOR. *Fuentes, el reventón energético*, 18(1), 75-92.

Maghzi, A., Mohebbi, A., Kharrat, R., & Ghazanfari, M. (2013). An experimental investigation of silica nanoparticles effect on the rheological behavior of polyacrylamide solution to enhance heavy oil recovery. *Petroleum Science and Technology*, 31(5), 500-508.

Maurya, N. K., & Mandal, A. (2016). Studies on behavior of suspension of silica nanoparticle in aqueous polyacrylamide solution for application in enhanced oil recovery. *Petroleum Science and Technology*, 34(5), 429-436.

Otsubo, Y. (1986). Effect of polymer adsorption on the rheological behavior of silica suspensions. *Journal of colloid and interface science*, 112(2), 380-386.

Pizarro, A. D. (2018). *Nanofluidos para la recuperación mejorada de petróleo*.

Pu, W., Du, D., Liu, R., Li, K., & Huang, T. (2016). Synthesis and evaluation of β -cyclodextrin-functionalized hydrophobically associating polyacrylamide. *RSC Advances*, 6(98), 96006-96014.

Reyes Bello, D. A., & Vargas Camargo, C. F. (2015). *Determinacion De Las Variables Mas Influyentes En Un Proceso De Inyeccion De Polimeros Para El Desarrollo De Un Modelo Analitico*.

Rezaei, A., Abdi-Khangah, M., Mohebbi, A., Tatar, A., & Mohammadi, A. H. (2016). Using surface modified clay nanoparticles to improve rheological behavior of Hydrolyzed Polyacrylamid (HPAM) solution for enhanced oil recovery with polymer flooding. *Journal of Molecular Liquids*, 222, 1148-1156.

ShamsiJazeyi, H., Miller, C. A., Wong, M. S., Tour, J. M., & Verduzco, R. (2014). Polymer-coated nanoparticles for enhanced oil recovery. *Journal of Applied Polymer Science*, 131(15).

Sheng, Z.-H., Shao, L., Chen, J.-J., Bao, W.-J., Wang, F.-B., & Xia, X.-H. (2011a). Catalyst-free synthesis of nitrogen-doped graphene via thermal annealing graphite oxide with melamine and its excellent electrocatalysis. *ACS nano*, 5(6), 4350-4358.

Sheng, Z.-H., Shao, L., Chen, J.-J., Bao, W.-J., Wang, F.-B., & Xia, X.-H. (2011b). Catalyst-free synthesis of nitrogen-doped graphene via thermal annealing graphite oxide with melamine and its excellent electrocatalysis. *ACS nano*, 5(6), 4350-4358.

Shokrlu, Y. H., & Babadagli, T. (2011). *Transportation and interaction of nano and micro size metal particles injected to improve thermal recovery of heavy-oil*. SPE Annual Technical Conference and Exhibition.

Vega Nope, C. J. (2018). *Diseño de estimulación orgánica con crudo inhibido en el pozo p1 del campo Caipal, ubicado en la cuenca del Valle Medio del Magdalena, para el cambio de permeabilidad relativa al petróleo*.

Zhang, L., & Yue, X. (2008). Displacement of polymer solution on residual oil trapped in dead ends. *Journal of Central South University of Technology*, 15(1), 84-87.

Apéndice

Apéndice A

Protocolo De Adición De Nanopartículas En Soluciones Poliméricas

Acorde a los resultados obtenidos en la investigación, y basándose en el análisis de estabilidad de los nanofluidos preparados, surge el protocolo de adición de nanopartículas hidrofílicas descrito a continuación, que garantiza la correcta dispersión de la nanopartícula en las poliacrilamidas parcialmente hidrolizadas:

1. En un vaso de precipitado (preferiblemente de 500 ml) adicionar la fase acuosa sobre la cual se quiere hidratar la solución polimérica.
2. Agitar mecánicamente la fase acuosa a una velocidad que permita generar un vórtice que ocupe el 75% del volumen. Se debe tener en cuenta que la propela debe estar aproximadamente a 2 cm del fondo del vaso de precipitado.
3. Adicionar lentamente la nanopartícula sobre el hombro del vórtice de manera constante creando un hilo. Finalizada la adición de nanopartícula, dejar la dispersión en agitación por 15 minutos.
4. Retirar la muestra de la agitación mecánica y llevarla al ultrasonido por 1 hora a temperatura ambiente.

5. Agitar nuevamente la muestra en el agitador mecánico formando el vórtice. Agregar el polímero en polvo en el hombro del vórtice generando un hilo, al igual se adicionó la nanopartícula. Continuar la agitación por 15 min a 300 rpm.
6. Reducir la velocidad de agitación a 200 rpm, para evitar la degradación mecánica del polímero. Agitar la muestra por 24 horas si la poliacrilamida tiene bajo peso molecular ($PM \leq 15 * 10^6$ Da) o por 48 horas si es de alto peso molecular ($PM \geq 15 * 10^6$ Da).
7. Al finalizar la hidratación del polímero, se debe realizar el examen visual para verificar si hay presencia de aglomerados o hilos de geles. Las soluciones poliméricas que presenten estas características deben ser agitadas 24 horas más. Si no se observan cambios en la muestra, ésta debe ser descartada.