

REIVINDICACIONES AJUSTADAS

1. Una síntesis de un fluido para modificación de permeabilidad relativa basado en nanopartículas de SiO₂-poliacrilamida parcialmente hidrolizada, caracterizado por que comprende las siguientes etapas:
 - a. La Síntesis de nanopartículas de óxido de sílice
 - Realizar la sonicación en un baño ultrasonido, en un recipiente de 500 mL se coloca entre 200 mL y 400 mL (0.0002 m³ y 0.0004 m³) de agua destilada y, entre 2 y 4 g (0.002 y 0.004 Kg) de tensoactivo Polietilenglicol (PEG) 400, y se completa con agua hasta el volumen de aforo del recipiente,
 - Agregar NH₄OH hasta pH 9 y finalmente por goteo se adicionan entre 15 y 20 mL (1.5e⁻⁵ m³ y 2e⁻⁵ m³) de tetraetoxisilano (TEOS). La temperatura se eleva hasta un rango de 40°C a 65°C (313,15 K a 338 K) y se deja reaccionar por una hora con sonicación constante con equipo de ultrasonido,
 - Enfriar el producto a temperatura ambiente (20-25 °C (293,15 – 298,15 K)) y se centrifuga de 10000 a 12000 rpm durante 30 o 50 min (1.800 s a 3.000 s) (10 °C (283,15 K)) con tres lavados de una solución EtOH/H₂O, para remover el tensoactivo y recuperar las nanopartículas sólidas,
 - Secar las nanopartículas sólidas a temperatura de 80 a 105 °C (353,15 a 378,15 K) durante un tiempo de 8 a 14horas (28.800 s a 50.400 s).
 - Realizar la activación superficial de las nanopartículas de SiO₂, mediante la inmersión de los productos sólidos en una solución de HCl 1M en una proporción de 5 % p/v en un recipiente, luego esta solución se somete a agitación magnética en un rango de 120 a 150 min (7.200 s a 9.000 s).
 - Separar el precipitado de la solución por centrifugación de 9000 a 12000 rpm por 30 a 50 minutos (1.800 s a 3.000 s) a 10 °C (283,15 K) con equipo de centrifugación.
 - b. Aminación de las nanopartículas de sílice con aminopropil – trietoxisilano (APTES).
 - Emplear una proporción molar entre 1:1.3 y 1:1.7 eq-mol de dióxido de silicio (SiO₂)”, con respecto al precursor silano APTES. De este modo, se tomó el

- 5 sólido producto de la calcinación junto con tolueno en un recipiente. El tolueno empleado en este paso es previamente deshidratado por tratamiento con carbonato de sodio. La mezcla del OM/Tolueno entre 1:20p/v y 1:50 p/v fue puesta bajo agitación magnética a 300 rpm y a burbujeo con N₂ durante 20 min (1.200 s) adicionando a la mezcla, entre 1% y 3% v/v de surfactante
- 10 PEG 400, a continuación, se conectó un condensador a la salida del balón de vidrio con recirculación de agua fría.
- Adicionar el APTES gota a gota y se mezcla el sistema entre 5 y 10 minutos (300 s y 600 s).
 - Asegurar el sistema de atmósfera inerte con nitrógeno gaseoso, se cierra con la conexión de un globo lleno de gas N₂ en la parte superior del condensador.
 - Someter la reacción a temperatura de reflujo y permitir la reacción por tiempo de 10h a 16 h (36.000 s a 67.600 s).
- 15
- c. Polimerización de las nanopartículas aminadas.
- 20
- Activar los grupos carboxilos de la poliacrilamida parcialmente hidrolizada (HPAM) con 1-etil-3-(3-dimetilaminopropil)carbodiimida (EDC), para ello, los dos compuestos se disuelven en buffer fosfato pH 4.75 en una proporción molar entre 1:1.2 eq-mol y 1:2 eq-mol de COO⁻/EDC. La concentración de HPAM en solución está entre 3% y 8% p/v. Esta solución se mantuvo bajo agitación constante a 120 rpm y temperatura entre 20°C y 30°C (293,15 y 303,15 K) durante 30 a 50 minutos (1.800 s a 3.000 s) controlando el pH de modo tal que se mantenga invariable.
 - Adicionar surfactante no iónico tipo Mono-oleato de Polioxietilen sorbitano o alcohol-C14-propoxi-sulfato de sodio entre 1% y 4% p/v con el fin de promover una mejor dispersión de las nanopartículas.
 - Adicionar lentamente las nanopartículas de óxido de silicio en una proporción de 0.1 y 1.3 % p/v en la mezcla de reacción. Esta reacción se mantuvo bajo agitación constante a 250 rpm durante 12h a 18 h (43.200 s a 64.800 s) a temperatura entre 20°C a 30°C (298,15 a 303,15 K).
 - Separa el sólido por centrifugación (8000 rpm a 12000 rpm, 20min a 40 min (1.200 s a 2.400 s), 10 °C a 18°C (283,15 a 291 K) y secado (80 °C a 120 °C (353,15 K a 393,15 K)), 5h - 10 h (18.000 s – 36.000 s).
- 30
- 35
- 40 2. Una formulación de un fluido para modificación de permeabilidad relativa basado en nanopartículas de SiO₂-poliacrilamida parcialmente hidrolizada, caracterizado porque comprende las siguientes características:
- Espectro obtenido mediante espectrofotometría de infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR) que revela la presencia de marcadas
- 45

- 5 bandas de absorción que son características de los enlaces químicos de los óxidos de silicio que componen las nanopartículas, sean las vibraciones de flexión del enlace Si-O que se pueden observar a 808 cm^{-1} , la banda del estiramiento asimétrico de los enlaces Si-O-Si que aparece a 1057 cm^{-1} y la
- 10 banda de deformación del enlace Si-O que aparece a 454 cm^{-1} ; además, se puede apreciar la banda característica de la flexión del enlace Si-OH a 964 cm^{-1} que viene de los grupos silanol ubicados en la superficie de las nanopartículas. Se aprecian bandas características de humedad en la muestra a 1635 y 3400 cm^{-1} las cuales presentan una absorción muy leve.
- 15 • En el espectro FTIR obtenido de las nanopartículas funcionalizadas con grupos amino se observan las bandas de los enlaces tipo siloxano y silanol. Además, se observa evidencia de los grupos amino en las nanopartículas como lo son las bandas de los estiramientos asimétricos y
- 20 simétricos del NH_2 que aparecen alrededor de los 3335 cm^{-1} , la banda de estiramiento del enlace Si-N que aparece a 885 cm^{-1} , y la banda a 1545 cm^{-1} que se deben a la flexión de tijera del grupo amino
- 25 • Una vez culminado el análisis de los espectros FTIR disponibles, se concluye que las nanopartículas de óxidos de sílice fueron sintetizadas exitosamente dado que se aprecian vibraciones de los enlaces característicos O-M y en otros casos M-O-M reportados en la literatura que concuerdan con lo obtenido.