

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN



"POR MI PATRIA Y POR MI BIEN"

**“SÍNTESIS Y EVALUACIÓN REOLÓGICA DE DERIVADOS
FENÓLICOS”**

T E S I S

Para obtener el grado de:

Maestro en Ciencias en Ingeniería Química

Presenta

Ing. Karina Cruz Rodríguez

Director de Tesis:

Dra. Nancy Patricia Díaz Zavala

Co-Director de Tesis:

Dra. Nohra Violeta Gallardo Rivas

Cd. Madero, Tamaulipas, Junio de 2012

ÍNDICE GENERAL

	Página
Índice General	i
Índice de Figuras	iii
Índice de Tablas	vi
Resumen	1
Abstract	3
Capítulo 1. Antecedentes	
1.1 El crudo	5
1.1.1 Componentes del crudo	6
1.2 Organogeles	9
1.3 Ésteres	12
1.3.1 Transesterificación	13
1.3.2 Síntesis de Williamson	15
1.4 Viscosidad	16
Capítulo 2. Desarrollo experimental	
2.1 Materiales y Reactivos	18
2.2 Síntesis de derivados 4-hidroxibenzoato de alquilo	21
2.3 Técnicas de caracterización	23
2.3.1 Espectroscopía de Resonancia Magnética Nuclear (RMN)	23
2.3.2 Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR)	24
2.3.3 Análisis Elemental	26
2.4 Pruebas de Solubilidad	27
2.5 Pruebas Reológicas	28
2.6 Cromatografía de Capa Fina (TLC)	29
Capítulo 3. Resultados y Discusión de Resultados	
3.1 Resultados Resonancia Magnética Nuclear	32
3.2 Resultados Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier	37

3.3 Resultados Análisis Elemental	44
3.4 Resultados Pruebas de Solubilidad	46
3.5 Resultados Pruebas Reológicas	47
3.5.1 Análisis reológico aplicando el éster E-13	51
3.5.1.1 Análisis reológico del crudo Cacalilao	52
3.5.1.2 Análisis reológico del crudo Angostura	53
3.5.1.3 Análisis reológico del crudo Kumaloobzaap	55
3.5.2 Análisis reológico aplicando el éster E-14	57
3.5.2.1 Análisis reológico del crudo Cacalilao	57
3.5.2.2 Análisis reológico del crudo Angostura	59
3.5.2.3 Análisis reológico del crudo Kumaloobzaap	60
3.5.3 Análisis reológico aplicando el éster E-15	62
3.5.3.1 Análisis reológico del crudo Cacalilao	63
3.5.3.2 Análisis reológico del crudo Angostura	64
3.5.3.3 Análisis reológico del crudo Kumaloobzaap	66
3.5.4 Análisis reológico aplicando el éster E-16	68
3.5.4.1 Análisis reológico del crudo Cacalilao	68
3.5.4.2 Análisis reológico del crudo Angostura	69
3.5.4.3 Análisis reológico del crudo Kumaloobzaap	71
Conclusiones	74
Referencias bibliográficas	76
Apéndices	
Apéndice A. Reología	81

ÍNDICE FIGURAS

	Página
Capítulo 1. Antecedentes	
Figura 1.1 Refinación del petróleo.	6
Figura 1.2 Molécula resina-asfalteno.	7
Figura 1.3 Agregados de asfaltenos para formar una estructura rígida viscoelástica.	8
Figura 1.4 Estructura química de la dibenzoilcisteína.	10
Figura 1.5 Imagen del intercambio de organogeles.	11
Figura 1.6 Ejemplo de reacción de transesterificación.	14
Figura 1.7 Ácido p-toluensulfónico (APTS).	14
Figura 1.8 Reacción de síntesis de Williamson.	15
Figura 1.9 Ejemplo síntesis de Williamson.	16
Figura 1.10 Viscosidad de un crudo.	16
Capítulo 2. Desarrollo experimental	
Figura 2.1. Ejemplos de material y equipo (disolventes y espectrofotómetro FTIR)	20
Figura 2.2. Reacción de transesterificación.	21
Figura 2.3. Separación y recuperación del derivado fenólico.	22
Figura 2.4. Aspecto del 4-hidroxibenzoato de alquilo.	22
Figura 2.5. Esquema de un espectroscopio RMN.	24
Figura 2.6. Imagen de un espectroscopio FTIR.	25
Figura 2.7. Esquema de los componentes de un analizador elemental.	27
Figura 2.8. Prueba del vial invertido.	28
Figura 2.9. Reómetro.	28
Figura 2.10. Muestras de crudo.	29
Figura 2.11. Cromatograma en capa fina de algunos aminoácidos.	31
Capítulo 3. Resultados y Discusión de Resultados	
Figura 3.1. Espectro RMN del éster E-13	33
Figura 3.2. Espectro RMN del éster E-14	34
Figura 3.3. Espectro RMN del éster E-15	35

Figura 3.4. Espectro RMN del éster E-16	36
Figura 3.5. Espectro IR del éster E-13	38
Figura 3.6. Espectro IR del éster E-14	39
Figura 3.7. Espectro IR del éster E-15	40
Figura 3.8. Espectro IR del éster E-16	41
Figura 3.9. Bandas del grupo característico éster de las moléculas E-13, E-14, E-15 y E-16.	42
Figura 3.10. Transposición de las bandas correspondientes al grupo éster.	43
Figura 3.11. Pruebas de solubilidad.	46
Figura 3.12. Agitación de muestras éster para formación de disoluciones.	49
Figura 3.13. Reograma de la Familia E-13 a 400 ppm para el crudo Cacalilao.	52
Figura 3.14. Reograma de la Familia E-13 a 400 ppm para el crudo Angostura.	54
Figura 3.15. Reograma de la Familia E-13 a 500 ppm para el crudo Kumaloobzaap.	55
Figura 3.16. Reograma de la Familia E-14 a 200 ppm para el crudo Cacalilao.	58
Figura 3.17. Reograma de la Familia E-14 a 500 ppm para el crudo Angostura.	59
Figura 3.18. Reograma de la Familia E-14 a 300 ppm para el crudo Kumaloobzaap.	61
Figura 3.19. Reograma de la Familia E-15 a 110 ppm para el crudo Cacalilao.	63
Figura 3.20. Reograma de la Familia E-15 a 300 ppm para el crudo Angostura.	65
Figura 3.21. Reograma de la Familia E-15 a 110 ppm para el crudo Kumaloobzaap.	66
Figura 3.22. Reograma de la Familia E-16 a 110 ppm para el crudo	68

Cacalilao.

Figura 3.23. Reograma de la Familia E-16 a 110 ppm para el crudo
Angostura. 70

Figura 3.24. Reograma de la Familia E-16 a 110 ppm para el crudo
Kumaloobzaap. 72

Apéndices

Figura A.1. Reómetro Anton Paar MCR301 82

Figura A.2. a) Estructuras de geometrías para reómetro. b) Ejemplo
geometría de plato 82

ÍNDICE DE TABLAS

	Página
Capítulo 1. Antecedentes	
Tabla 1.1. Clasificación del petróleo de acuerdo a su densidad.	9
Tabla 1.2. Clasificación de mezclas de petróleos mexicanos.	9
Capítulo 2. Desarrollo experimental.	
Tabla 2.1. Condiciones de operación para la síntesis moléculas de derivados éster.	18
Tabla 2.2. Reactivos.	19
Tabla 2.3. Material y equipo.	20
Capítulo 3. Resultados y Discusión de Resultados	
Tabla 3.1. Interpretación de los espectros IR de los ésteres sintetizados.	44
Tabla 3.2. Análisis Elemental de derivados fenólicos.	45
Tabla 3.3. Pruebas de solubilidad.	47
Tabla 3.4. Nomenclatura para crudos.	48
Tabla 3.5. Nomenclatura para alcoholes.	48
Tabla 3.6. Ácido p-hidroxibenzoico (4-hidroxibenzoato de metilo)-alcoholes.	48
Tabla 3.7. Adición del bromuro de tetradecilo al éter formado.	48
Tabla 3.8. Nomenclatura para disoluciones.	49
Tabla 3.9. Nomenclatura para ésteres y muestras a dosificar.	49
Tabla 3.10. Aplicación de los derivados éster a los crudos, pruebas reológicas a 25°C y 1atm.	51
Tabla 3.11. Familia E13 a 400 ppm para el crudo Cacalilao.	53
Tabla 3.12. Familia E13 a 400 ppm para el crudo Angostura.	54
Tabla 3.13. Familia E13 a 500 ppm para el crudo Kumaloobzaap.	56
Tabla 3.14. Familia E-14 a 200 ppm para el crudo Cacalilao.	58
Tabla 3.15. Familia E-14 a 500 ppm para el crudo Angostura.	60
Tabla 3.16. Familia E-14 a 300 ppm para el crudo Kumaloobzaap.	61
Tabla 3.17. Familia E-15 a 110 ppm para el crudo Cacalilao.	63
Tabla 3.18. Familia E-15 a 300 ppm para el crudo Angostura.	65

Tabla 3.19. Familia E-15 a 110 ppm para el crudo Kumaloobzaap.	67
Tabla 3.20. Familia E-16 a 110 ppm para el crudo Cacalilao.	69
Tabla 3.21. Familia E-16 a 110 ppm para el crudo Angostura.	71
Tabla 3.22. Familia E-16 a 110 ppm para el crudo Kumaloobzaap.	72
Tabla A1. Clasificación de reómetros	83

RESUMEN

Actualmente el consumo de combustibles derivados del petróleo se ve amenazado ante una posible escasez. La exploración y producción del petróleo se limita a la extracción de éste en su forma más ligera, que es aquel que tiene gravedades mayores a 31,1 °API (American Petroleum Institute). Sin embargo, el incremento en la demanda de petróleo requiere la explotación de crudo pesado y extra-pesado, cuyas reservas son de gran volumen ya que las de los crudos ligeros, que se han explotado hasta hoy, se agotan.

La explotación de estas reservas ha sido lenta, debido a su alta viscosidad, alto contenido de metales pesados y heteroátomos. Además, es conocido que los crudos pesados tienden a formar aglomerados en los ductos por las cuales son transportados y manipulados.

En los últimos años, se han desarrollado materiales a partir de aceites vegetales y moléculas orgánicas de bajo peso molecular, que pueden ser potencialmente empleados como alternativas en la reducción de viscosidad de grasas. Es por eso que, en el presente proyecto se sintetizaron materiales que podrán permitir modificar las propiedades físico - químicas del crudo, para que éste fluya con menor resistencia.

Este trabajo está dividido en 3 diferentes capítulos, en los cuales se explica en forma secuencial el seguimiento del mismo. Dentro del primero capítulo, se exponen diversos temas de introducción, claves para una mejor comprensión del proyecto. En el segundo capítulo se hace referencia detallada sobre la síntesis de los derivados fenólicos, para lograrlo se sintetizaron cuatro moléculas de derivados fenólicos, los cuales son capaces de modificar las propiedades reológicas de crudos. Las moléculas fueron diseñadas mediante un balance hidrofóbico-hidrofílico y su pureza fue verificada mediante Espectroscopía Infrarroja de Transformada de Fourier (FTIR), Análisis Elemental y Resonancia Magnética Nuclear (RMN). Además se realizaron pruebas de solubilidad para elegir disolventes, y reología para

la evaluación los derivados en muestras de crudos denominados Cacalilao, Angostura y Kumaloobzaap.

Posteriormente, en el capítulo 3, se explican y discuten los resultados obtenidos mediante figuras y tablas, comprobando en los espectros IR la presencia de grupos funcionales como el aromático (C=C), metilo (-CH₃) y metileno (-CH₂), éter (-COC-), y el grupo éster principalmente (-COOR); en el análisis elemental se observó el incremento en peso de carbono e hidrógeno entre los derivados; y en los RMN se corroboró la estructura química de las moléculas sintetizadas comparándolas con las teóricas, en base al incremento en el número de carbonos para los cuatro derivados fenólicos, lo cual permitió verificar su pureza para dar seguimiento con el proyecto, para posteriormente adicionar dosificaciones de cada uno de los cuatro derivados en diferentes crudos pesados y evaluarlos reológicamente comparando las viscosidades obtenidas, verificando la reducción de la misma. Y finalmente, las conclusiones a las que se llegaron después de haber llevado a cabo este proyecto.

ABSTRACT

Currently the consumption of petroleum fuel is threatened with a possible shortage. The oil exploration and production is limited to the extraction of it at its most light, which is one having gravities greater than 31.1 °API (American Petroleum Institute). However, the increase in demand oil requires the exploitation of heavy and extra-heavy oil, whose reserves are high volume as those of light crudes, which have been exploited until now, been exhausted.

The exploitation of these reserves has been slow, due to its high viscosity, high content of heavy metals and heteroatoms. Furthermore it is known that heavy oils tend to form agglomerates in the pipelines by which they are transported and handled.

In recent years, materials have been developed from vegetable oils and molecules of low organic molecular weight, which can potentially be used as alternatives in the viscosity reduction of fat. That's why, in this project were synthesized materials may allow to modify the physico-chemical oil properties, so this flow with less resistance.

This work is divided into 3 different chapters, which sequentially explained in the follow-up. In the first chapter presents various introductory topics, key to a better understanding of the project. In the second chapter refers details of the synthesis of phenol derivatives, were synthesized to achieve four molecules of phenol derivatives, which are able to modify the rheological properties of crude oils. The molecules were designed by a hydrophobic-hydrophilic balance and its purity was verified by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), Elemental Analysis and Nuclear Magnetic Resonance (NMR). Besides solubility tests were performed to select solvents and rheology to evaluate the derivatives in samples of crude oil denominated Cacalilao, Angostura and Kumaloobzaap.

Later, in chapter 3 are explained and discuss the results in figures and tables, checking in the IR spectra the presence of functional groups such as aromatic (C = C), methyl (-CH₃) and methylene (-CH₂), ether (-COC-), and mainly the ester group (-COOR), at the elemental analysis showed the increase in weight of carbon and hydrogen between the derivatives and NMR confirmed the chemical structure of the molecules synthesized by comparison with the theoretical, based on the increase in the number of carbons for the four phenolic derivatives, which allowed us to verify its purity to monitor the project, following the addition of doses of each of the four derivatives, in the diferent heavy oil and evaluate different compared rheologically the viscosities obtained, checking the reduction thereof. And finally, the conclusions that were reached after carrying out this project.

Capítulo 1

ANTECEDENTES

A lo largo de este capítulo, se exponen temas claves para una mejor comprensión del proyecto, definiciones de términos utilizados en los demás capítulos, y temas relacionados con las actividades que se realizaron. Inicialmente se mencionan términos relacionados con los crudos, su composición y su utilidad en la vida cotidiana, para posteriormente comprender en que se basa la síntesis que se utiliza para la formación de las moléculas elaboradas, y finalmente conocer acerca de la viscosidad y la importancia de ésta para el presente proyecto.

1.1 El crudo

El petróleo (aceite de roca), es una mezcla heterogénea de compuestos orgánicos, principalmente hidrocarburos insolubles en agua. Es una mezcla de cientos de productos diferentes, que van desde el gas metano hasta el residuo bituminoso, con características físico-químicas diferentes. También es conocido como petróleo crudo o simplemente crudo¹.

El petróleo se extrae mediante la perforación de un pozo sobre el yacimiento. Si la presión de los fluidos es suficiente, forzaré la salida natural del petróleo a través del pozo que se conecta mediante una red de oleoductos hacia su tratamiento primario, donde se deshidrata y estabiliza eliminando los compuestos más volátiles. Posteriormente se transporta a refinerías o plantas de mejoramiento. Durante la vida del yacimiento, la presión descenderá y será necesario usar otras técnicas para la extracción del petróleo. Esas técnicas incluyen la extracción mediante bombas, la inyección de agua o la inyección de gas, entre otras.

Los componentes químicos del petróleo se separan y obtienen por destilación mediante un proceso de refinamiento (ver Figura 1.1). De él se extraen diferentes productos, como propano, butano, gasolina, queroseno, gasóleo, aceites lubricantes, asfaltos, carbón de coque,

entre otros. Todos estos productos, de baja solubilidad, se obtienen en el orden superior a inferior en las torres de fraccionamiento².

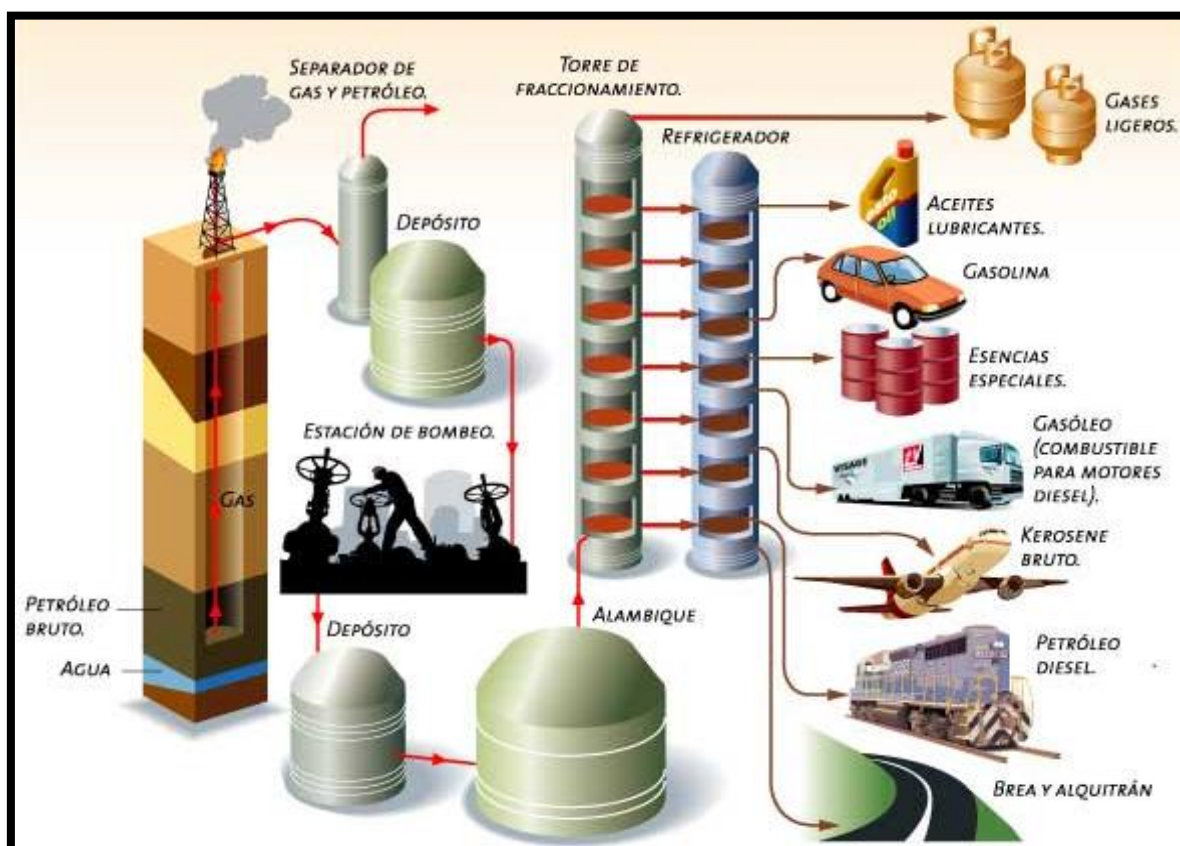


Figura 1.1. Refinación del petróleo.

1.1.1 Componentes del crudo

Muchos atribuyen la estabilidad de la emulsión del crudo a la película interfacial viscoelástica; esta piel se forma a través de las interacciones de las moléculas tensoactivas en el crudo, que se dividen en dos principales categorías, asfaltenos y resinas³.

Los bordes de la lámina de crudo consisten en cadenas alquilo. Las resinas son estructuralmente similares a las moléculas tensoactivas típicas. Uno de los extremos es

hidrófilo, con grupos funcionales polares; el otro es hidrofóbico, conformado por cadenas alquil (ver Figura 1.2)⁴.

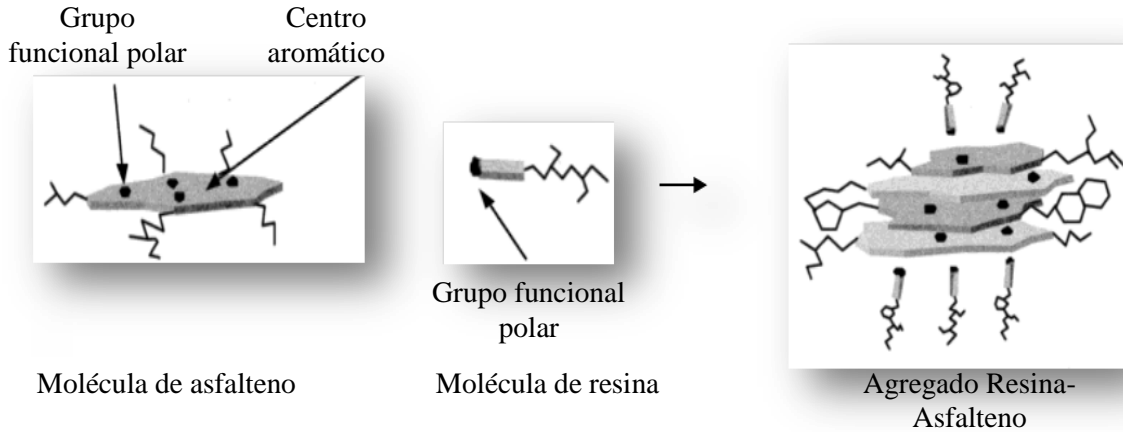


Figura 1.2. Molécula resina-asfalteno.

En el entorno de crudo no polar, el extremo polar de las resinas interactúa con núcleos de asfaltenos expuestos, dejando el final no polar de las resinas para interactuar con el medio del crudo⁴.

Los asfaltenos son láminas planas de condensados hidrocarburos aromáticos policíclicos interconectados por sulfuros, éteres, cadenas alifáticas, vinculadas a anillos nafténicos. Agrupan a los componentes que quedan como fracción insoluble del crudo luego de tratar la mezcla en determinadas condiciones (solventes, temperaturas, etc.). La composición de esta fracción insoluble varía de petróleo en petróleo y la característica común, que los hace importantes para su estudio es que suelen originar precipitados (sólidos de alta viscosidad)⁵.

Al momento que el petróleo cambia de ambiente, el asfalteno deja de fluir libremente y se solidifica, por efecto de la gravedad y tiende a depositarse en el fondo de los oleoductos o tanques de almacenamiento e impiden la circulación del mismo⁶.

Los asfaltenos tienden a unirse hasta formar grandes moléculas, con tamaño molecular, peso atómico y solubilidad variables⁷⁻⁹. Una alternativa, a fin de proponer una solución a este problema, es el estudio de la modificación de las propiedades físicas del crudo, específicamente su viscosidad.

Los núcleos polares de los asfaltenos pueden interactuar con los diferentes núcleos polares de otras moléculas, produciendo diferentes agregados asfálticos solvatados con resinas (ver Figura 1.3)⁴.

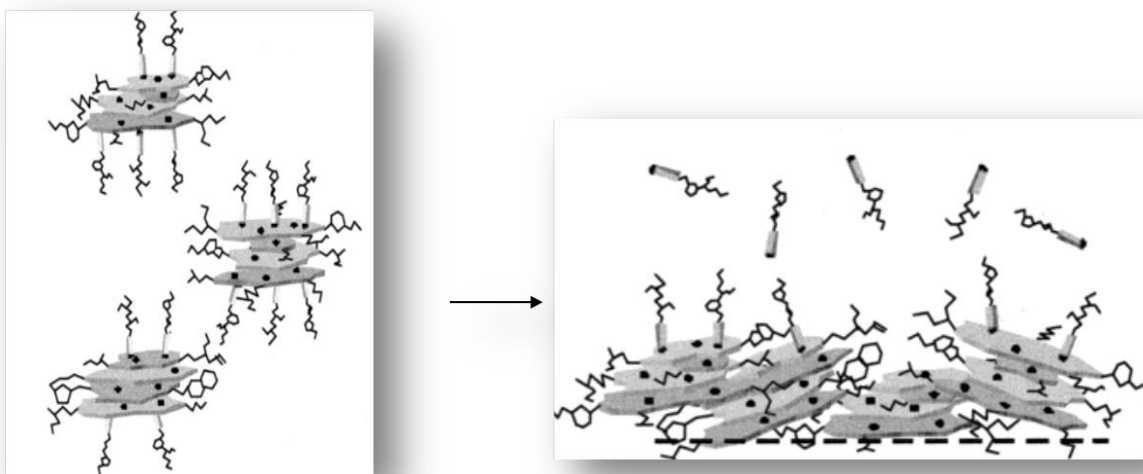


Figura 1.3. Agregados de asfaltenos para formar una estructura rígida viscoelástica.

El grado de agregación de asfaltenos depende de la aromaticidad el medio de petróleo crudo y la composición de resina; y relacionándolo con su gravedad API el American Petroleum Institute clasifica el petróleo en liviano, mediano, pesado y extra pesado (ver Tablas 1.1 y 1.2)¹⁰.

Tabla 1.1. Clasificación del petróleo de acuerdo a su densidad.

Petróleo	Densidad (gr/cm ³)	Densidad (grados API)
Extra pesado	> - 1.0	< - 10.0
Pesado	1.01 – 0.92	10.1 – 22.3
Mediano	0.91 – 0.87	22.4 – 31.1
Ligero	0.86 – 0.83	31.2 – 39
Superligero	< - 0.83	> - 39

Tabla 1.2. Clasificación de mezclas de petróleos mexicanos.

Tipo de petróleo	Clasificación	Densidad (grados API)
Maya	Pesado	22
Istmo	Ligero	32
Olmeca	Superligero	39

1.2 Organogeles

Se conoce que un gel es un sistema coloidal donde la fase continua es sólida y la dispersa es líquida¹¹, pero desde el punto de vista científico el término gel abarca químicamente muchos sistemas diversos.

Un organogel es un compuesto no-cristalino, no vidrioso y termorreversible (termoplástico), un material sólido compuesto por una fase líquida orgánica atrapada en una red tridimensional reticulada¹². Son moléculas de bajo peso molecular (menores o iguales a 2000) y pueden formar geles en solventes orgánicos a una concentración aproximada del 1% en peso¹³⁻¹⁴.

La primera de las moléculas descubiertas como organogelador fue la dibenzoilcisteína, la cual es citada por Brezinger desde 1892 (ver Figura 1.4) por su poder gelificante, pero no fue estudiada como tal en ese entonces, pues fue descubierta por casualidad más que por diseño.

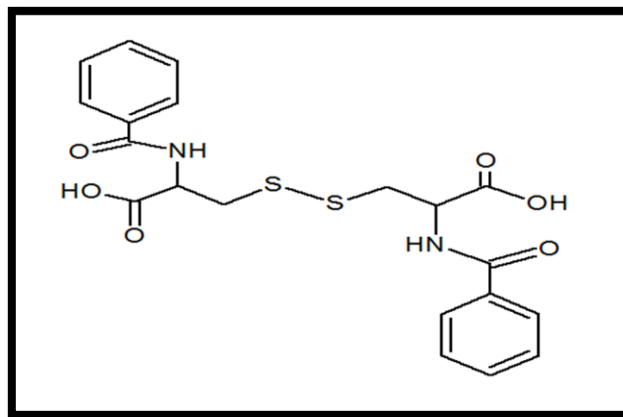


Figura 1.4. Estructura química de la dibenzoilcisteína.

El propio gel tiene las propiedades mecánicas de un sólido, es decir, puede mantener su forma bajo la presión de su propio peso y bajo cualquier tensión mecánica¹⁵.

Los compuestos capaces de formar geles incluyen arcillas, polímeros, proteínas, coloides y ciertos compuestos orgánicos pequeños. Los compuestos de este último grupo se llaman geladores de bajo peso molecular, son compuestos de materia orgánica con un peso molecular ≤ 2000 , que se disuelven en disolventes orgánicos y, a veces en el agua, dependiendo de su estructura.

Los sistemas de gel formados por soluciones diluidas de polímeros, proteínas y sustancias inorgánicas, como silica o arcillas en agua y solventes orgánicos, han sido estudiados y son utilizados en la fotografía, cosméticos, alimentos y la industria del petróleo¹⁶⁻¹⁷.

Estos sistemas constituyen una clase importante de materiales debido a sus aplicaciones en la síntesis de materiales con atrapamiento de biomoléculas, separaciones de transferencia de carga fotoinducida. La congelación de los disolventes de las pequeñas moléculas es una consecuencia del auto-ensamblado en redes donde las interacciones físicas participan en enlaces cruzados y la cadena.

En los últimos años ha habido un creciente interés en los agentes gelificantes de bajo peso molecular, que está motivado no sólo por el potencial de muchas aplicaciones de los geles, sino también por el hecho de que los sistemas presentan propiedades sorprendentes con respecto al fenómeno de auto-ensamblaje¹⁸. Beckman y colaboradores reportaron sobre nuevos materiales orgánicos microcelulares que se han preparado mediante el secado supercrítico de geles orgánicos en CO₂¹⁹.

Cabe destacar que los organogeles son atractivos sistemas para el diseño de nuevos geles, debido a que su formación es completamente reversible. Aquí el reto es el proceso par de auto-ensamblaje de un precursor químico o físico (ver Figura 1.5), teniendo la función de la reversibilidad en cuenta. Aggeli y col., diseñaron varios agentes gelificantes base-péptidos en auto-ensamblaje en capas de la hoja- β -extendida y que, dependiendo de la polaridad de los disolventes, se entrelazan para formar geles²⁰.

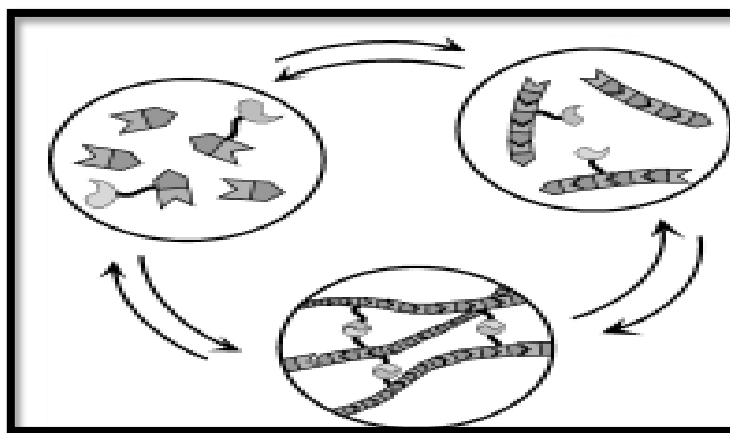


Figura 1.5. Imagen del intercambio de organogeles.

1.3 Ésteres

El proceso de obtención de un éster es análogo a la neutralización de un ácido por una base en la formación de una sal, antiguamente los ésteres eran denominados sales etéreas, término incorrecto porque los ésteres, a diferencia de las sales, no se ionizan en disolución.

Los ésteres son compuestos orgánicos en los cuales un grupo orgánico (R') reemplaza a un átomo de hidrógeno (o más de uno) en un ácido oxigenado. Los ésteres se preparan generalmente por la reacción de alcoholes o fenoles con ácidos y sus derivados²¹.

En los ésteres más comunes el ácido en cuestión es un ácido carboxílico. Por ejemplo, si el ácido es el ácido acético, el éster es denominado como acetato. Los ésteres también se pueden formar con ácidos inorgánicos, como el ácido carbónico (origina ésteres carbónicos), el ácido fosfórico (ésteres fosfóricos) o el ácido sulfúrico, por ejemplo el sulfato de dimetilo, a veces llamado éster dimetílico del ácido sulfúrico²²⁻²³.

La síntesis de ésteres es muy útil para la industria petrolera. Estos compuestos tienen en común con otros sistemas de gel que el agente gelificante forma una red tridimensional continua mezclada en el disolvente, lo que impide que el gel fluya¹⁶.

Derivados de polímeros se conocen desde hace siglos y se han realizado aplicaciones en campos tan diversos como alimentos, medicina, ciencia de los materiales, entre otras²⁴. Estructuras supramoleculares son importantes en aplicaciones de liberación controlada, en la recuperación de petróleo, así como para gelificar combustibles criogénicos²⁵.

Estos análogos orgánicos de geles de silicato, son por lo tanto materiales de gran interés para su aplicación en procesos de separación, así como para uso como novedosos materiales aislantes o de dieléctrica baja y como soportes catalíticos. Ejemplos de estos sistemas

reticulados, incluyen sistemas poliméricos que pueden ser utilizados para la liberación de fármacos²⁶.

La mayoría de los nuevos agentes gelificantes, resultaron de estudios que están basados en péptidos o hidratos de carbono, debido a la fuerza y la alta direccionalidad de las interacciones entre los puentes de hidrógeno. Especialmente dipéptidos cíclicos base-bis-urea parecieron ser agentes gelificantes muy eficientes y de fácil combinación con un amplia gama de disolventes, y en el caso de la bis-urea el agente gelificante demostró que la arquitectura supramoleculares puede ser controlada por los espacios entre los grupos urea^{27, 29}.

Algunos ejemplos recientes de sistemas éster incluyen los geles de disolventes no polares con largas cadenas de alcanos reportados por Weiss y col.; más ejemplos de organogeladores de bajo peso molecular incluyen esteroides, complejos organometálicos, derivados alquilamidas y ácidos grasos³⁰.

Este tipo de derivados supramoleculares podrían ser utilizados para el tratamiento más seguro de los derrames de petróleo y la eliminación de aceites domésticos usados²⁴. La estructura bien definida, la coexistencia de esas fibras altamente ordenadas con una fase líquida, el área interfacial grande, y la posibilidad de atrapar solutos en la red de poros, hace que los organogeles sean materiales atractivos para la tecnología de separación, catálisis, entre otras aplicaciones¹⁶.

1.3.1 Transesterificación

En química orgánica, la transesterificación es el proceso de intercambio del grupo R'' orgánico de un éster con el grupo orgánico R' de un alcohol. Estas reacciones suelen ser catalizadas por la adición de un catalizador ácido o base³¹.

Los mismos principios anteriores se pueden utilizar para convertir un éster a otro éster a partir de un alcohol, un proceso conocido como transesterificación (ver Figura 1.6).

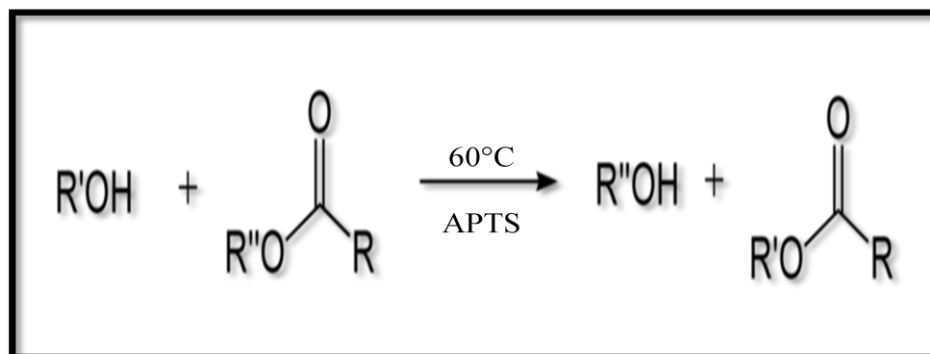


Figura 1.6. Ejemplo de reacción de transesterificación.

Uno de los compuestos orgánicos usados como catalizador para las reacciones de transesterificación es el ácido p-toluensulfónico (APTS) o también llamado ácido 4-metilbencenosulfónico³², ver Figura 1.7.

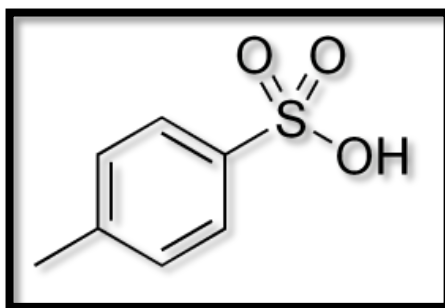


Figura 1.7. Ácido p-toluensulfónico (APTS).

El APTS es un ácido orgánico fuerte, alrededor de un millón de veces más fuerte que el ácido benzoico. Es uno de los pocos ácidos fuertes que son sólidos y, por tanto, convenientemente pesado. Además, a diferencia de algunos de los ácidos minerales fuertes (especialmente el ácido nítrico, sulfúrico y perclórico), el APTS no es oxidante³³.

1.3.2 Síntesis de Williamson

La reacción entre un haloalcano primario y un alcóxido (o bien alcohol en medio básico) es el método más importante para preparar éteres. Esta reacción es conocida como síntesis de Williamson.

En la síntesis de Williamson se emplean haluros de alquilo que se hacen reaccionar con alcóxidos de sodio o de potasio. La reacción general se puede representar de la siguiente manera (ver Figura 1.8)³⁴:

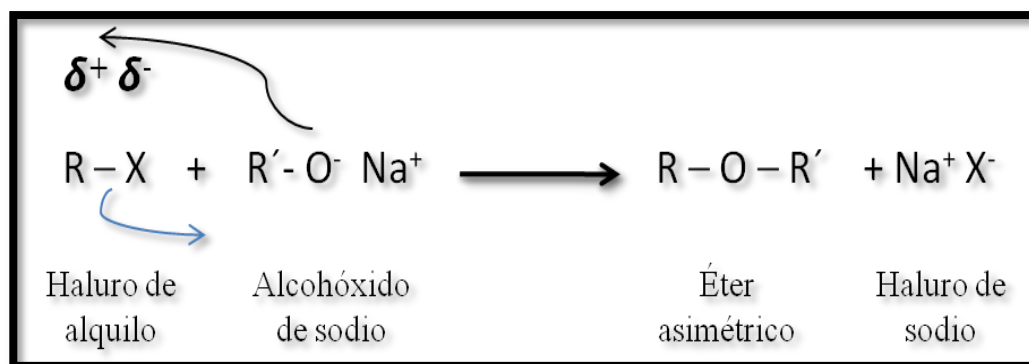


Figura 1.8. Reacción de síntesis de Williamson.

La síntesis de Williamson implica la sustitución nucleofílica de un ion alcóxido o fenóxido por un ion halogenuro y es estrictamente análoga a la preparación de alcoholes por tratamiento de halogenuros de alquilo con hidróxido acuoso³¹.

Esta reacción puede emplearse para preparar éteres simétricos. No pueden emplearse halogenuros terciarios, puesto que la reacción se lleva a cabo en presencia de una base fuerte. Los halogenuros de arilo o vinilo no pueden emplearse porque son inertes a las reacciones (ejemplo, Figura 1.9).

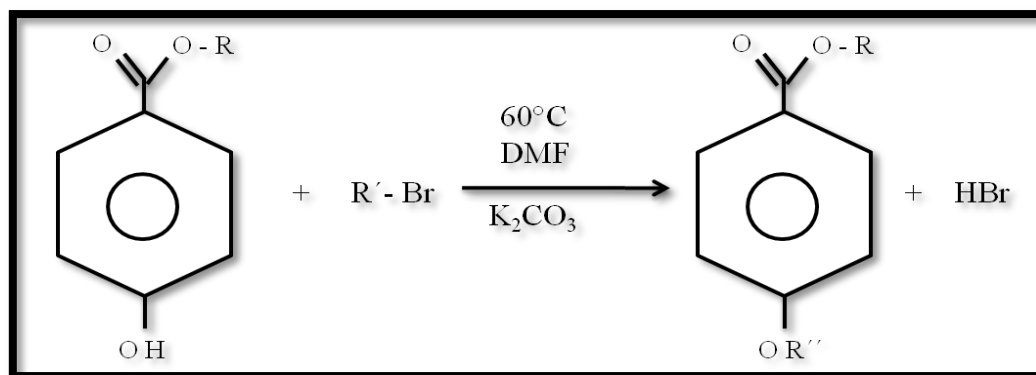


Figura 1.9. Ejemplo síntesis de Williamson.

1.4 Viscosidad

La viscosidad es la propiedad más importante de los fluidos, y por tanto esta requiere la mayor consideración en el estudio del flujo de fluidos. Se define como la resistencia que ejercen los fluidos al ser deformados cuando se les aplica un mínimo de esfuerzo cortante (ver Figura 1.10), o propiedad de un fluido que tiende a oponerse a su flujo cuando se le aplica una fuerza.

La viscosidad de un fluido depende de su temperatura. Es por eso que en los líquidos a mayor temperatura la viscosidad disminuye mientras que en los gases sucede todo lo contrario³⁵.



Figura 1.10. Viscosidad de un crudo.

La viscosidad es aquella propiedad de un fluido por virtud de la cual ofrece resistencia al corte. La Ley de la viscosidad de Newton afirma que, dada una rapidez de deformación angular en el fluido, el esfuerzo cortante es directamente proporcional a la viscosidad. La fuerza con la que una capa de fluido en movimiento arrastra consigo a las capas adyacentes de fluido determina su viscosidad

La viscosidad es una propiedad que depende de la presión y temperatura y se define como el cociente resultante de la división de la tensión de cizallamiento (t) por el gradiente de velocidad (D), resumida en la Ecuación 1.1.

$$m = \frac{t}{D} \quad (\text{Ec.1.1})$$

La resistencia de un fluido al corte depende de su cohesión y de su rapidez de la transferencia de la cantidad del movimiento molecular³⁴. Los fluidos de alta viscosidad presentan una cierta resistencia a fluir; los fluidos de baja viscosidad fluyen con facilidad.

Al ser alta la viscosidad es necesaria mayor fuerza para mover el fluido, originando de esta manera mayor desgaste en bombas o algún otro instrumento mecánico con el que se apoye para el desplazamiento del mismo.

En los últimos años, se han desarrollado materiales a partir de aceites vegetales y ésteres orgánicos que podrían ser potencialmente empleados como alternativas en la reducción de viscosidad de grasas. Al mejorar esas propiedades, el crudo podrá fluir con mayor facilidad, y se podrá evitar la formación de aglomerados, reduciendo los gastos que actualmente se invierten en la energía utilizada para calentar el crudo y bajar su viscosidad.

Capítulo 2

Desarrollo experimental

El desarrollo experimental del proyecto constó en la síntesis de cuatro ésteres, a partir de alcoholes de cadenas de 13 a 16 carbonos; en éste capítulo se pueden encontrar detalladamente los pasos de dicha síntesis, así como los materiales y reactivos utilizados para la misma. Finalmente, se encontraron las diversas caracterizaciones realizadas, en donde se puede observar los equipos utilizados y las condiciones a las que fueron realizadas.

En la Tabla 2.1, se muestran las condiciones de operación para la síntesis de las moléculas derivadas de éster, ya que los crudos se encuentran en los ductos por los que son transportados al salir del pozo a las condiciones de temperatura y presión mostradas, las cuales son condiciones normales de temperatura y presión. Se utilizaron diversos disolventes orgánicos, como diclorometano, tolueno y acetona, seleccionando los más económicos.

Tabla 2.1. Condiciones de operación para la síntesis de las moléculas de derivados éster.

Presión de operación	
Temperatura de operación	30°C
Disolvente	Orgánico (diclorometano)
Reactivo	4-hidroxibenzoato de metilo (Sigma Aldrich)

2.1 Materiales y reactivos

En la Tabla 2.2, se enlistan los diversos reactivos que se emplearon para la síntesis de las moléculas derivadas de éster, mientras que en la Tabla 2.3 se muestran los materiales y equipos que se utilizaron para la síntesis de las mismas.

Tabla 2.2. Reactivos.

Nombre	Fórmula	Densidad (g/cm ³)	Peso molecular (g/mol)	Punto de ebullición (°C)
4-hidroxibenzoato de metilo (Sigma-Aldrich) (APHB)	C ₈ H ₈ O ₃	0.3	152.15	270
Tridecanol(Sigma-Aldrich)	C ₁₃ H ₂₈ O	0.8	200.4	152
Tetradecanol (Sigma-Aldrich)	C ₁₄ H ₃₀ O	0.824	214.39	260
Pentadecanol (Sigma-Aldrich)	C ₁₅ H ₃₂ O	0.829	228.42	260-271
Hexadecanol (Sigma-Aldrich)	C ₁₆ H ₃₄ O	0.818	242.5	344
Acido p-toluensulfónico (APTS) ≥ 98.5% (Sigma-Aldrich)	C ₇ H ₈ O ₃ S	1.24	190.22	140
Tolueno (J.T. Backer)	C ₆ H ₅ CH ₃	0.8669	92.14	110.6
Diclorometano (BDH)	CH ₂ Cl ₂	2.9	89.9	40
Bromuro de tetradecilo (Sigma-Aldrich) 97%	CH ₃ (CH ₂) ₁₃ Br	0.932	277.28	113
Dimetil formamida (DMF)	C ₃ H ₇ NO	0.95	73.09	153
Carbonato de Potasio	K ₃ CO ₃	2.29	138.21	No aplica
Bicarbonato de sodio	NaHCO ₃	2.173	84	No aplica

La siguiente tabla muestra en forma general los principales materiales y equipos utilizados durante la síntesis y caracterización de las moléculas de derivados fenólicos, mientras que en la Figura 2.1 se muestran ejemplos de los mismos.

Tabla 2.3. Material y equipo.

Material	Equipo
Matraces Balón de 100 y 250 ml	Rotavapor
Termómetros y agitadores	Espectrofotómetro Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR)
Material de vidrio (vasos de precipitados, probetas, agitadores)	Espectrofotómetro de Resonancia Magnética Nuclear (RMN)
Baño maría	Analizador Elemental (CHON)
Placas de silica	Reómetro
Guantes de látex	Balanza analítica
Viales	Bomba de vacío



Figura 2.1. Ejemplos de material y equipo (disolventes y Espectrofotómetro FTIR).

2.2 Síntesis de derivados 4-hidroxibenzoato de alquilo

La síntesis de las moléculas de derivados fenólicos, se llevo a cabo mediante la técnica de transesterificación (ver sección 1.3.1).

Inicialmente, se preparo una solución de 4-hidroxibenzoato de metilo (APHB) con el correspondiente alcohol (tridecanol, tetradecanol, pentadecanol y hexadecanol, Figura 2.2), en relación 1:1, para posteriormente mezclarlo con tolueno³⁶.

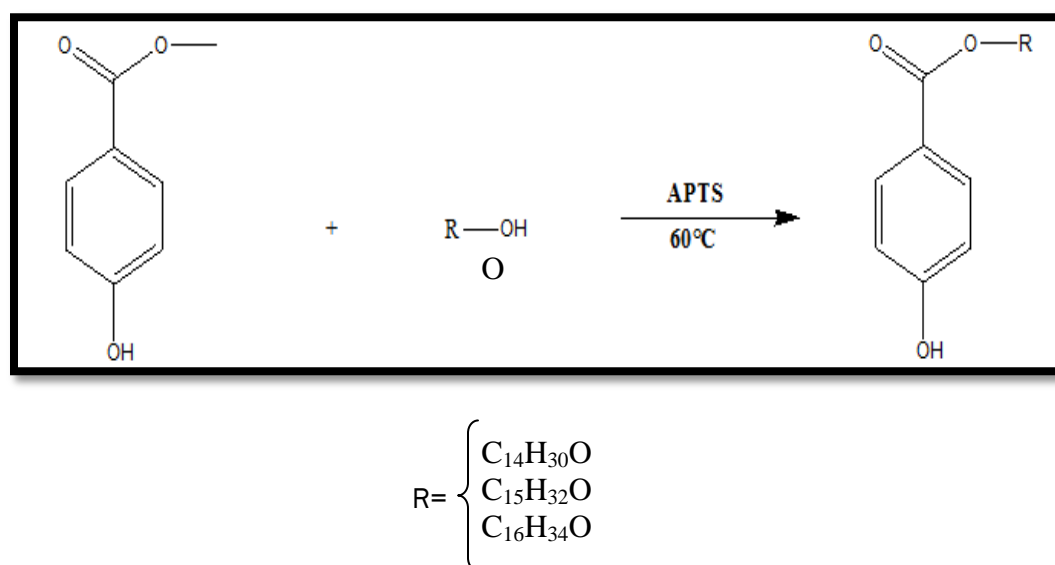


Figura 2.2. Reacción de transesterificación.

Posteriormente se agregó 0.1 equivalente mol de APTS³⁶ y se hizo reaccionar la mezcla a una temperatura entre 50-80°C, monitoreando el progreso de la reacción por cromatografía en capa fina (TLC) disolviendo los reactivos y productos en acetato de etilo y ciclohexano (50:50), para después colocarlos sobre una placa de silica y sumergirla en una solución de ácido fosfomolibdico para ser revelada, durante un tiempo considerable (ver sección 2.6).

Para la recuperación del producto, se lavó la reacción con una solución de bicarbonato de sodio al 10% peso³⁶ haciendo la separación en un embudo de decantación, y se separó el tolueno con ayuda de un rotavapor, como se muestra en la Figura 2.3.



Figura 2.3. Separación y recuperación del derivado fenólico.

El producto final se dejó secar al vacío hasta obtener un polvo blanco (4- hidroxibenzoato de alquilo), como se muestra en la Figura 2.4.



Figura 2.4. Aspecto del 4 - hidroxibenzoato de alquilo.

Para la bromación, se añadió al producto obtenido el bromuro de tetradecilo en relación 1:1, en presencia de dimetilformamida y carbonato de potasio³⁷, a una temperatura de 50-75°C.

2.3 Técnicas de caracterización

Se aplicaron diversas pruebas de caracterización a las moléculas de derivados fenólicos obtenidas con el fin de evaluar su pureza, además después de añadirles los ésteres sintetizados en diversas dosificaciones, se aplicó la evaluación reológica a los tres diferentes crudos. A continuación se describen brevemente cada una de ellas.

2.3.1 Espectroscopía de Resonancia Magnética Nuclear (RMN)

Esta técnica se basa en la medida de la absorción de la radiación electromagnética en la región de las radiofrecuencias aproximadamente de 4 a 900 MHz. En contraste con la absorción ultravioleta, visible e infrarroja, en el proceso de absorción están implicados los núcleos de los átomos en vez de los electrones exteriores³⁸.

La espectroscopia de resonancia magnética nuclear se caracteriza por determinar la estructura química molecular de los materiales³⁹, en donde los núcleos pasan de un estado de espín a otro como respuesta a la radiación de radiofrecuencia a la que son sometidos. Además, ofrece información detallada sobre el ensamblaje atómico de las moléculas⁴⁰.

Se estudiaron en este proyecto las moléculas de ^1H y ^{13}C presentes en la estructura de las moléculas de los derivados estéricos, analizadas en un espectrómetro RMN marca Bruker del Instituto Mexicano del Petróleo (IMP), a 400 MHz y a condiciones normales de temperatura ($\sim 25^\circ\text{C}$). En la Figura 2.5 se muestra un esquema de este equipo.

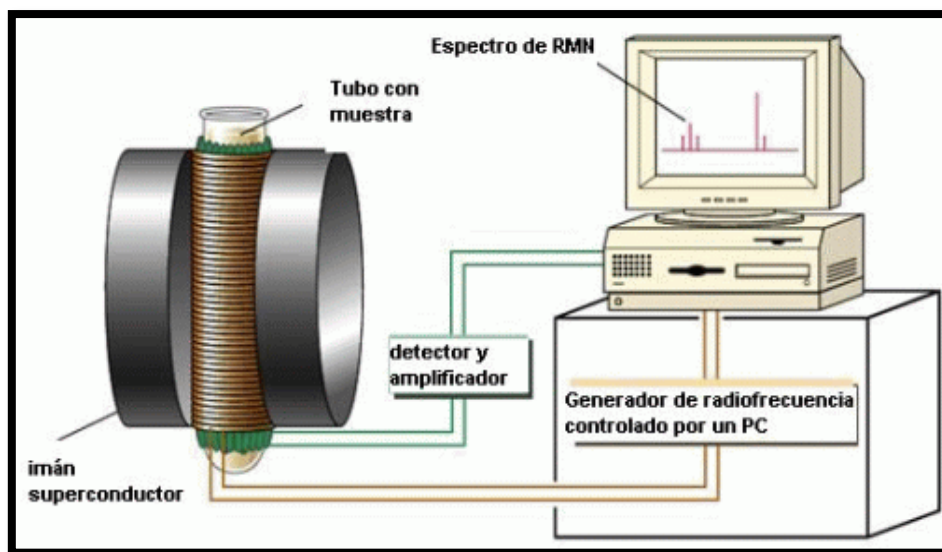


Figura 2.5. Esquema de un espectroscopio RMN.

2.3.2 Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR)

Esta técnica espectroscópica de absorción analiza la interacción de los niveles de los enlaces con la radiación infrarroja, por tanto, detecta los enlaces de las moléculas.

Dependiendo de la región del espectro en la que se trabaje y, por tanto de la energía de la radiación utilizada (caracterizada por su longitud o número de onda), esta interacción será de diferente naturaleza.

Esta técnica es de gran ayuda para la caracterización de grupos funcionales y de estructuras de materiales, así como para el estudio de superficies sólidas, superficies pulidas, estudio de películas depositadas sobre una gran variedad de superficies, por lo que es muy útil en química orgánica, porque permite detectar la presencia o ausencia de grupos funcionales⁴¹.

Se estudiaron en este proyecto los grupos funcionales $-\text{COOR}$, aromático, $-\text{CH}_3$ y $-\text{CH}_2$ presentes en la estructura de las moléculas de los derivados estéricos. Las muestras fueron

analizadas en un espectroscopio FTIR marca Perkin Elmer modelo Spectrum One del Instituto Tecnológico de Ciudad Madero (ITCM), mediante la técnica de elaboración de pastillas de KBr, en la cual se utilizaron los ésteres sintetizados en polvo, y una vez elaboradas se colocaron en el espectrómetro y se hicieron 12 barridos.

En la Figura 2.6 se muestra la imagen del espectroscopio FTIR utilizado, en donde se observa el equipo cerrado y abierto para poder localizar en espacio en donde se coloca la muestra, para éste proyecto en forma de pastilla.

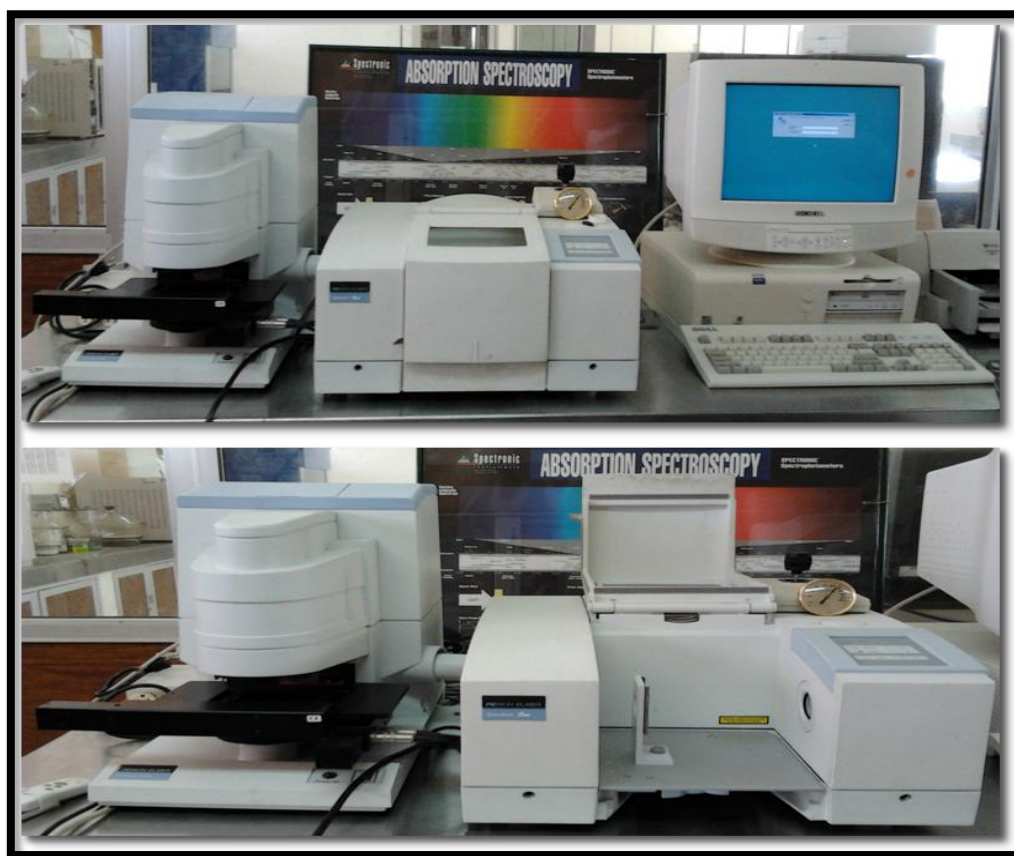


Figura 2.6. Imagen de un espectroscopio FTIR.

2.3.3 Análisis Elemental

El análisis elemental es una técnica instrumental utilizada para la determinación de los porcentajes de Carbono, Hidrógeno y Nitrógeno (CHON), en muestras en estado sólido y líquido, estable e inestable.

El análisis elemental se basa en la combustión en ambiente de oxígeno puro de la muestra a analizar, a una temperatura aproximada de 1000 °C. Con esta combustión se consigue convertir las moléculas orgánicas de la muestra en gases simples (CO₂, H₂O, N₂, etc.)⁴².

Una vez producidos, los gases se presurizan y se separan mediante una columna cromatográfica. Finalmente, se mide la cantidad de cada uno de ellos gracias a sus diferentes conductividades térmicas.

Esta técnica es imprescindible para la determinación de la pureza de una muestra y por tanto es necesario, que esta, esté libre de disolventes e impurezas que variarían los porcentajes teóricos de Carbono, Hidrógeno y Nitrógeno. Es además útil para confirmar la fórmula molecular de un compuesto, información que es útil para el resto de las técnicas de caracterización.

Se determinaron en este proyecto los porcentajes de carbono, hidrogeno y nitrógeno⁴², en un analizador elemental marca Vario modelo EL, del Instituto Mexicano del Petróleo, basándose en el método ASTM D-5291, en donde las muestras se oxidaron por medio de combustión a 950°C hasta obtener CO₂, NO₂ y H₂O. En la Figura 2.7 se muestra un esquema de los componentes de un analizador elemental⁴³.

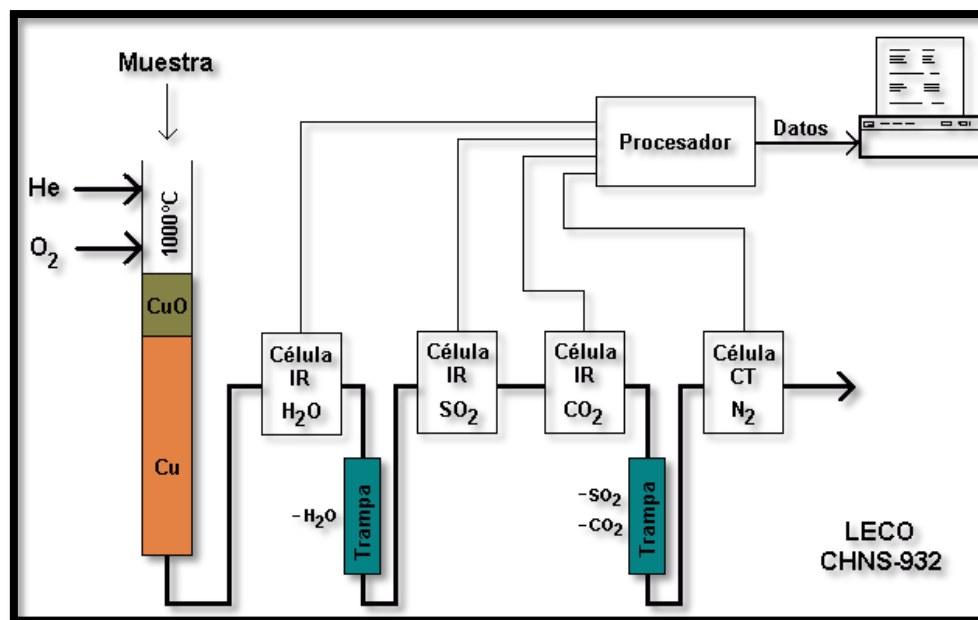


Figura 2.7. Esquema de los componentes de un analizador elemental.

2.4 Pruebas de solubilidad

El organogelador se disuelve con la cantidad apropiada de disolvente (disolvente orgánico o agua) por calentamiento en viales. Mediante este procedimiento, el punto de ebullición del disolvente es mayor que la presión atmosférica normal.

A continuación, el vial que contiene la solución se dejará enfriar en el aire a temperatura ambiente, durante un periodo de 2 a 3 horas a esta temperatura. Cuando se forme el gel, la sustancia homogénea no fluirá cuando se invierta el vial.

La prueba del vial invertido se utiliza como criterio general para probar la formación del gel⁴⁴, como se muestra en la Figura 2.8. En este proyecto se realizaron diversas pruebas de solubilidad con diferentes disolventes orgánicos, como se podrá ver en la sección 3.4.



Figura 2.8. Prueba del vial invertido.

2.5 Pruebas Reológicas

La reología es la parte de la física que estudia la relación entre el esfuerzo y la deformación en los materiales que son capaces de fluir, en el apéndice A se puede encontrar más información acerca de este tema.

Para este estudio se utilizó un reómetro⁴⁵, instrumento de laboratorio que utilizado para medir la forma en que fluyen un líquido o mezcla bajo la acción de fuerzas externas (ver Figura 2.9).



Figura 2.9. Reómetro.

Se estudió con esta técnica, el cambio en la viscosidad de los tres crudos al someterlos a un esfuerzo (a las condiciones a las que se encuentran al salir del pozo, 25°C y 1atm⁴⁶), en un reómetro marca Anton Paar MCR 301, del Instituto Tecnológico de Ciudad Madero.

La prueba consistió en pesar los tres crudos en muestras de 3 g como las que se muestran en la Figura 2.10, para que después, con la ayuda de micropipetas de 500 y 1000 µl, se añadieran disoluciones de diferentes concentraciones de los ésteres obtenidos, cuya nomenclatura se encuentra en la sección 3.5 del capítulo de resultados en la Tabla 3.8.



Figura 2.10. Muestras de crudo

Una vez añadido el éster en la muestra de crudo, se mezcló y al quedar la mezcla homogénea, se colocó en el reómetro, y utilizando una geometría de placas paralelas (PP50), se inició la corrida correspondiente para obtener el reograma de tiempo contra velocidad de corte, con el que se puede interpretar si existe o no un cambio en la viscosidad del crudo evaluado, cuyos resultados se pueden encontrar en la sección 3.5.

2.6 Cromatografía de Capa Fina (TLC)

La cromatografía en capa fina se basa en la preparación de una capa uniforme (para este proyecto sílica), de un absorbente mantenido sobre una placa, la cual puede ser de vidrio,

aluminio u otro soporte. Esta técnica se aplica tanto en la identificación cualitativa de compuestos como en el análisis cuantitativo.

Los productos a examinar disuelven, cuando sea posible, en un disolvente orgánico que tenga un punto de ebullición lo suficientemente bajo para que se evapore después su aplicación en la capa de sílica, lo más común es usar acetona. En esta ocasión se formó una mezcla en proporción 50:50 de acetato de etilo y ciclohexano.

Una vez colocada la muestra con ayuda de un capilar (un toque), se deja secar para evaporar el disolvente, de forma que en la placa solo quedará la muestra a analizar. Se colocaron en una misma placa un toque de cada reactivo en cada extremo de la placa; una muestra de mezcla de reactivo y reacción; y un toque más de la reacción sola, todas a 3cm del borde inferior de la placa de sílica. Lo anterior se repitió para una cada una de las reacciones realizadas.

Las placas pueden desarrollarse durante un tiempo prefijado, o hasta que se alcance una línea dibujada a una distancia fija desde el origen.

La mejor posición de desarrollo para un componente es el punto medio entre el origen y el frente del eluyente, ya que permite separar las impurezas que se desplazan con mayor y menor velocidad. El frente del eluyente nunca debe llegar a tocar el borde de la placa⁴⁷. Un ejemplo de la aplicación de ésta técnica, se puede observar en la Figura 2.11, la cual se muestra a continuación.

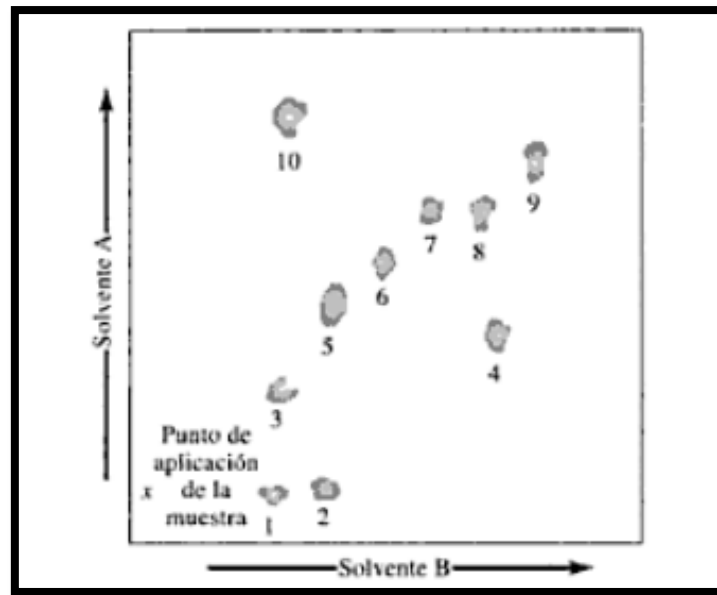


Figura 2.11. Cromatograma en capa fina de algunos aminoácidos. Disolvente A: tolueno, 2-cloroetanol, piridina. Disolvente B: cloroformo, alcohol bencílico, ácido acético. Aminoácidos: 1) ácido aspártico, 2) ácido glutámico, 3) serina, 4) β -alanina, 5) glicina, 6) alarina, 7) metionina, 8) valina, 9) osoleicina y 10) cisteína.

Capítulo 3

Resultados y discusión

Dentro de éste capítulo se muestran los resultados que se obtuvieron en las caracterizaciones realizadas a los ésteres sintetizados, las interpretaciones correspondientes a los espectros de IR, Análisis elemental y RMN; las pruebas de solubilidad y las reológicas, siendo esta última con la cual se elaboraron una serie de cálculos para comparar la diferencia de viscosidades de cada crudo, después de dosificar a diversas concentraciones los crudos con los derivados fenólicos.

3.1 Resonancia Magnética Nuclear

Para los derivados éster sintetizados, el espectro de resonancia marco los siguientes resultados, en donde la simbología s, se refiere a un pico simple; d, para uno doble; t, para uno triple; q, para uno cuádruple y m para uno múltiple.

Para determinar la cantidad de hidrógenos presentes en cada muestra de derivado fenólico, se interpretaron los espectros de resonancia magnética nuclear de acuerdo al libro de Silverstein, Webster y Kiemle⁴⁸.

En la Figura 3.1 se muestra la estructura química de la molécula del derivado fenólico denominado E-13 dentro del espectro del mismo, cuyos resultados fueron los siguientes: 0.79-0.89 (t, 3H), 1.16-1.31 (t, 27H), 2.94-2.97 (s, 1H), 8.14-8.27 (t, 2H). En este espectro se puede observar la presencia de metilenos en el rango de 1.1 a 1.31 aproximadamente, y de acuerdo a la estructura teórica de la molécula ésta debe presentar entre 26 y 29 hidrógenos; al calcular el número de hidrógenos del espectro se obtuvieron como resultado 27 hidrógenos, por lo que se concluye que ésta molécula tiene la pureza esperada.

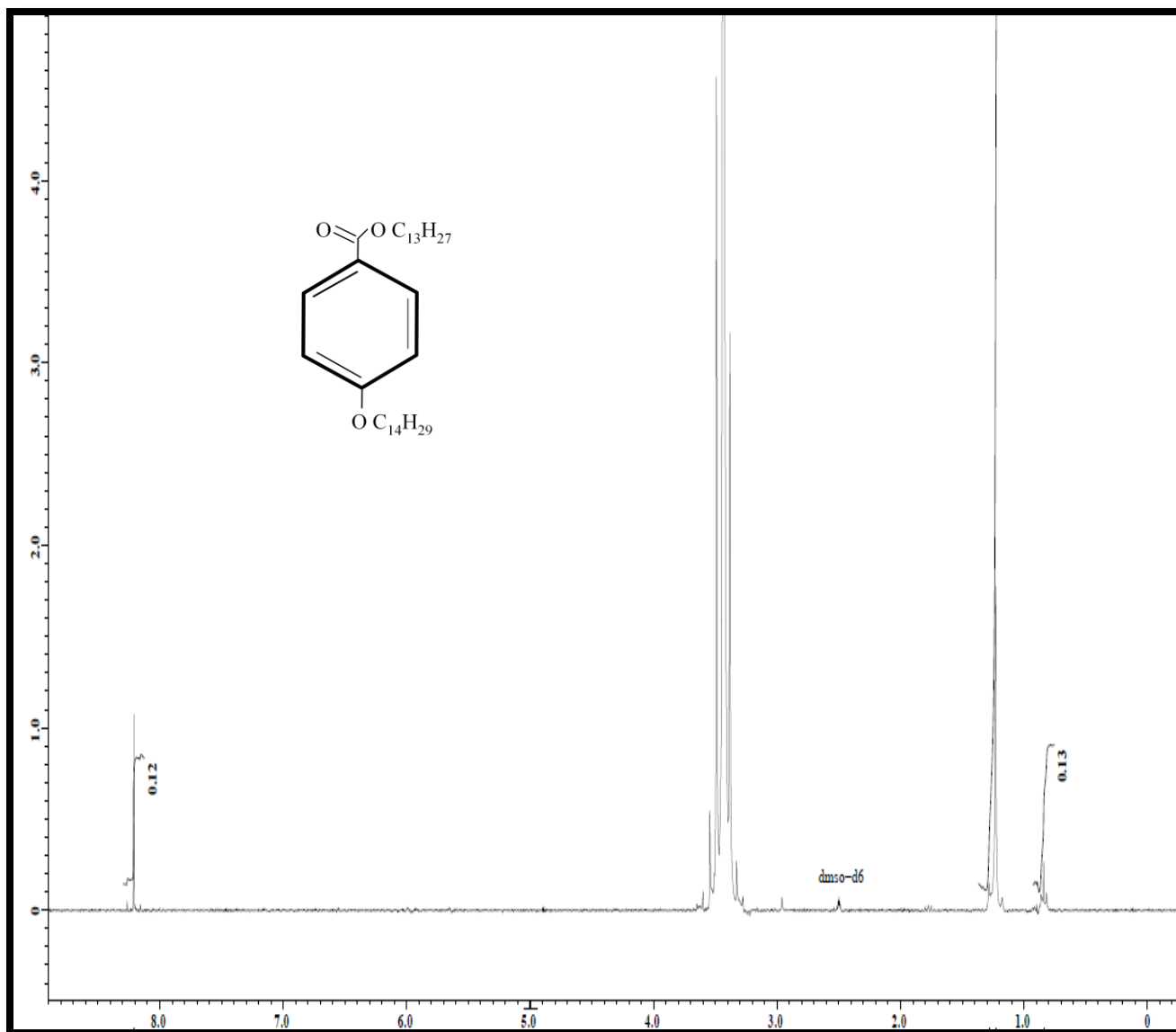


Figura 3.1. Espectro RMN del éster E-13.

La estructura de la molécula éster E-14, se observa en la Figura 3.2, espectro que mostró los siguientes resultados en su espectro RMN: 0.77-0.9 (t, 3H), 1.13-1.46 (m, 29H), 2.475-2.53 (s, 1H), 2.96-3.01 (s, 1H), 3.79-3.83 (s, 1H), 4-4.26 (m, 1H), 6.96-7.07 (d, 1H), 7.85-7.92 (d, 1H); en donde se puede observar la presencia de metilenos en el rango de 1.1 a 1.5 aproximadamente, y al calcular el número de hidrógenos del espectro se obtuvieron como resultado 29 hidrógenos, que al compararlos con la estructura teórica de la molécula se observa que ésta molécula tiene los hidrógenos esperados.

Este número de hidrógenos obtenidos era de esperarse, puesto que por cada carbono de diferencia entre cada éster, el número de hidrógenos se incrementa dos unidades, y comprando el resultado anterior para el E-13 con el E-14, la cantidad de carbono se incrementó una unidad, por lo tanto, los 27 hidrógenos anteriores deben convertirse para esta molécula en 29 hidrógenos, por lo que se concluye que se obtuvo la pureza esperada.

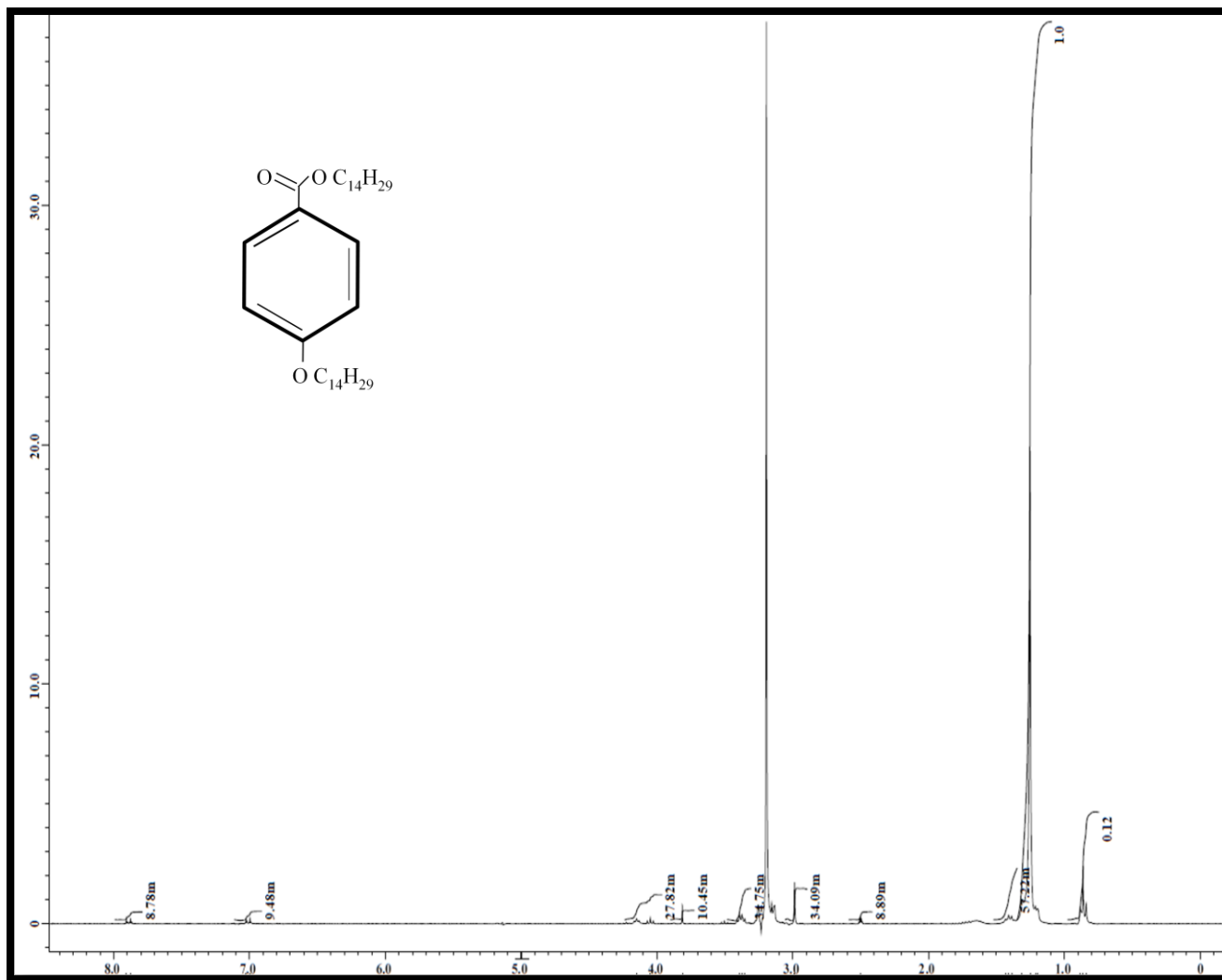


Figura 3.2. Espectro RMN del éster E-14.

El derivado E-15, con estructura mostrada en la Figura 3.3, tiene los siguientes resultados en su espectro: 0.78-0.9 (t, 3H), 1.1-1.51 (m, 31H), 1.57-1.72 (s, 1H), 2.94-3 (d, 1H), 4.1-4.18 (t, 1H). La presencia de metilenos se hizo presente en el rango de 1.1 a 1.5 aproximadamente,

y al calcular el número de hidrógenos según el espectro, se obtuvieron 31; al compararlos con los de la estructura teórica de ésta molécula, se observa que el éster tiene los hidrógenos esperados.

A medida que aumenta la cadena alquílica, aumenta el tamaño de pico en la región de los metilenos, lo que se refleja en el incremento en dos unidades de hidrógenos, y comprando el resultado con el E-13 y E-14, los cuales mostraron la presencia de 27 y 29 hidrógenos respectivamente, para E-15 se obtuvieron 31 hidrógenos, por lo que se concluye que se obtuvo la pureza esperada.

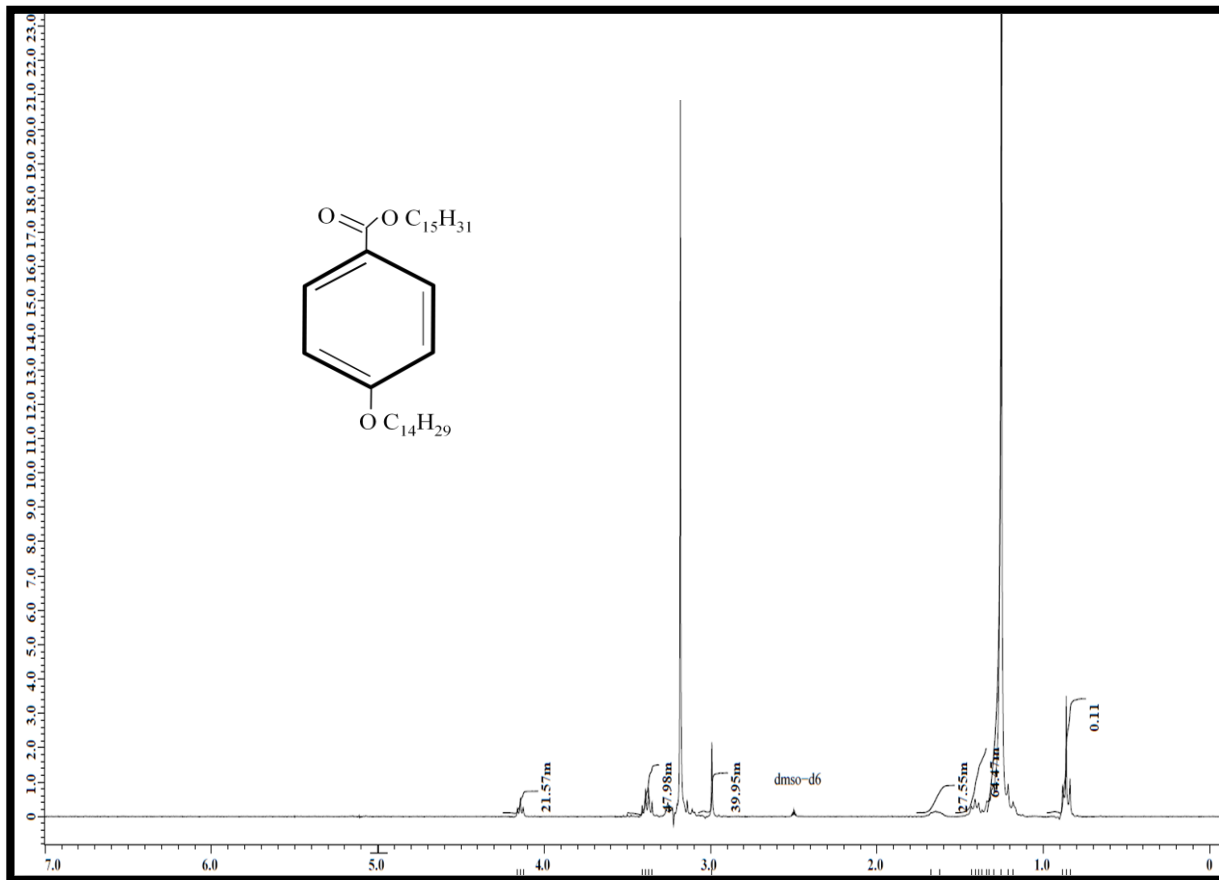


Figura 3.3. Espectro RMN del éster E-15.

Los resultados manifestados por el espectro de ésta molécula se muestran a continuación: 0.79-0.9 (t, 3H), 1.12-1.47 (m, 33H), 2.91-3.01 (s, 1H), 4.03-4.23 (s, 1H). En la Figura 3.4, se observa el espectro para la molécula denominada E-16, en el rango de 1.1 a 1.5 aproximadamente encontramos los metilenos, el número de hidrógenos obtenidos fue de 33; al compararlos con los de la estructura teórica, se observó que el éster tiene la pureza esperada.

El incremento en dos unidades de hidrógenos, y comprando el resultado con el E-13, E-14, y E-15, para E-16 se obtuvieron los 31 hidrógenos que por lógica debería tener ésta molécula, ya que la cadena alquílica creció 3 carbonos, por lo que de los 27 hidrógenos del primer derivado, ahora se tiene 33.

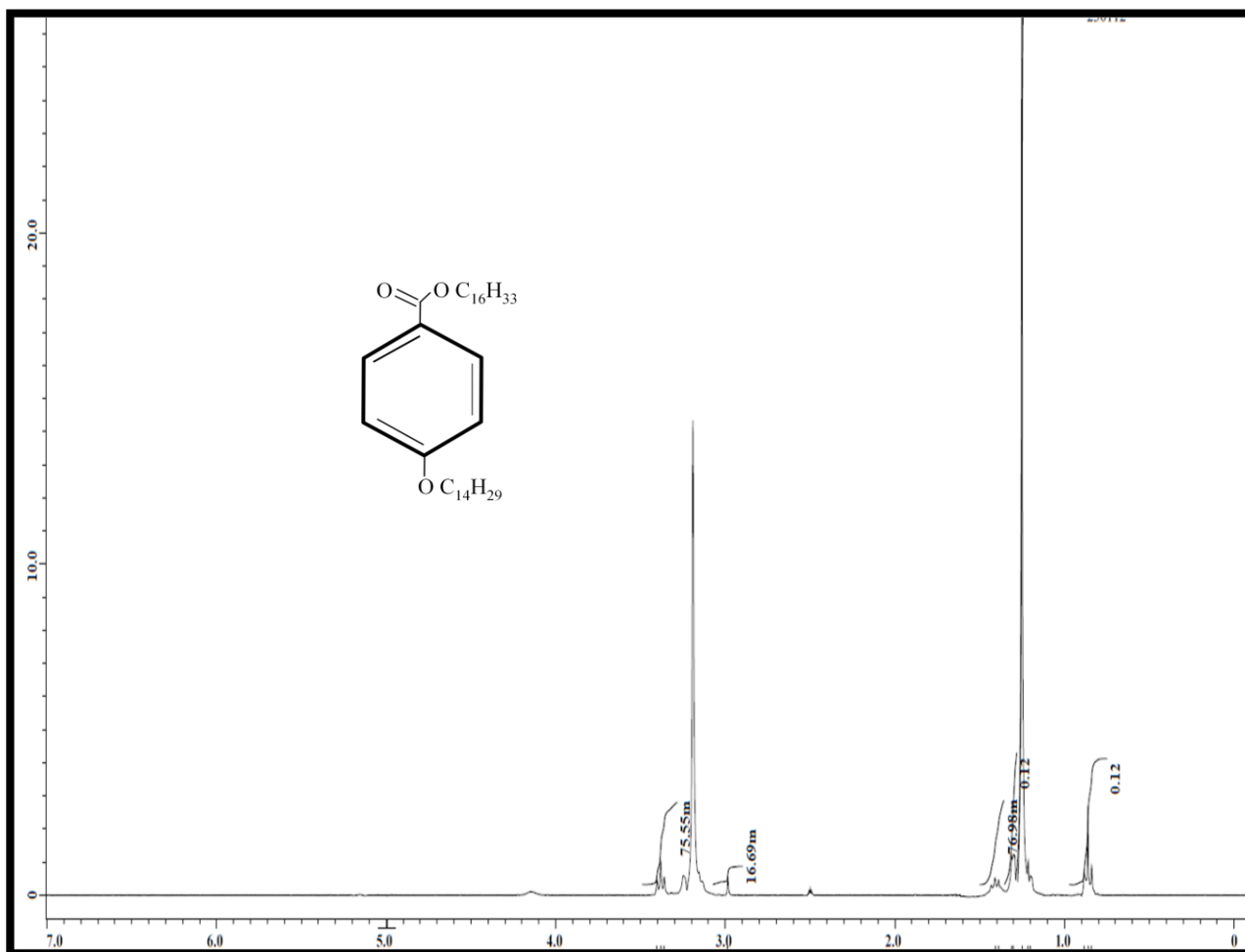


Figura 3.4. Espectro RMN del éster E-16.

Ésta técnica, comparada con las siguientes, se considera una de las más completas en cuanto a datos interpretados, puesto que da información necesaria para corroborar la estructura molecular, cuantificando el número de hidrógenos obtenidos.

3.2 Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier

Se realizó la caracterización de los derivados fenólicos sintetizados, bajo la técnica de formación de pastillas de bromuro de potasio (KBr) y doce escaneos. El resultado de esta caracterización se puede observar en la Figura 3.5, en donde se muestra el espectro de cada uno de los ésteres, mientras que, en la Figura 3.6 se observan una sola gráfica espectral con todos los ésteres.

En la Figura 3.5 se presenta el espectro IR del éster E-13, en el cual se indica la ubicación del pico característico éster, y se observan los picos característicos de los grupos funcionales como: aromático, éter y alcanos, cuyas lecturas se muestran en la Tabla 3.1 más adelante. Considerando que ésta es la más pequeña de las moléculas sintetizadas, su pico es el más pequeño de las cuatro moléculas, y también el más fino.

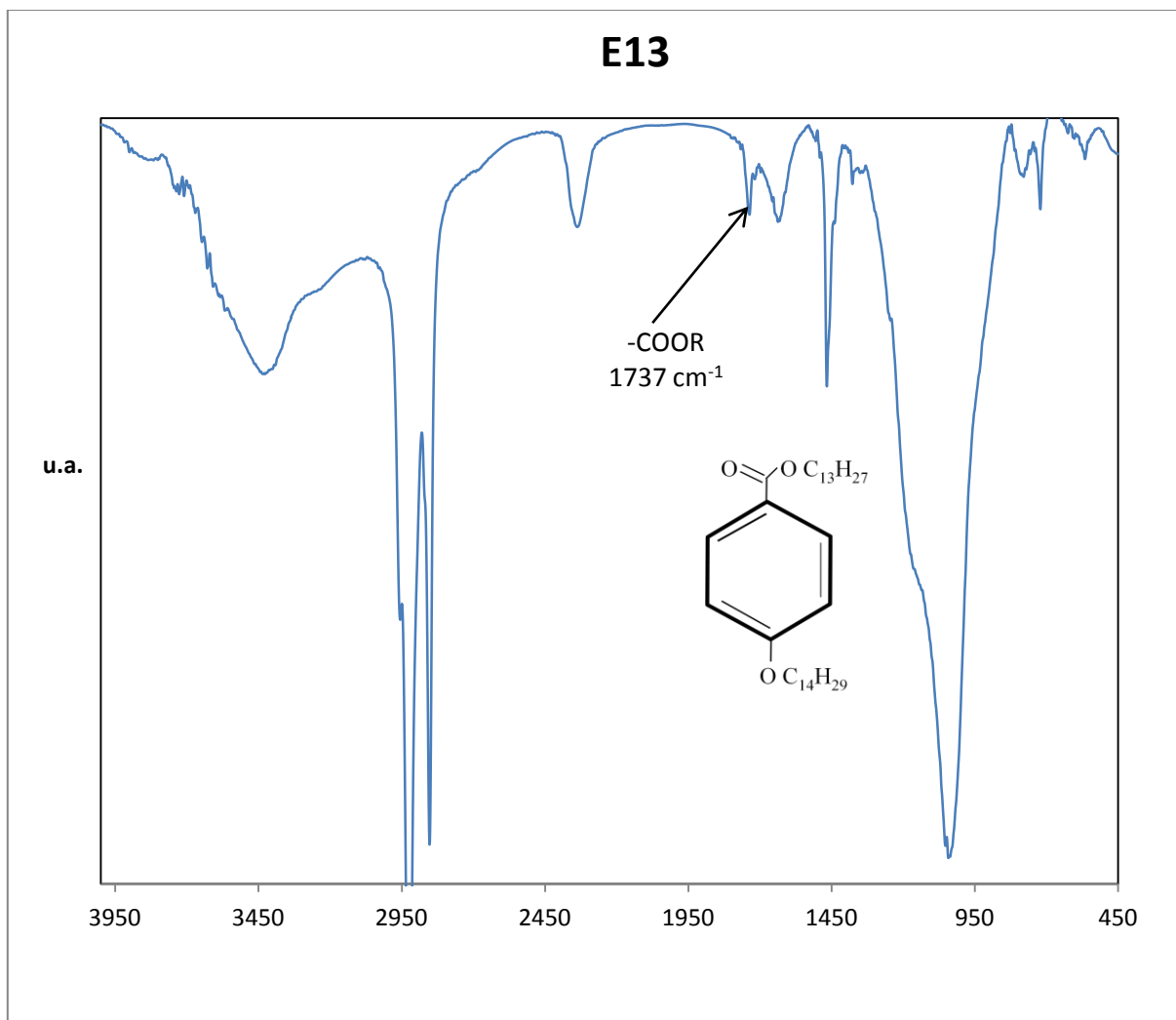


Figura 3.5. Espectro IR del éster E-13

Para el espectro IR del éster E-14, en la Figura 3.6 se indica la ubicación del pico característico éster en la región de los 1725 cm⁻¹, mientras que las interpretaciones de los picos característicos de los grupos funcionales como: aromático, éter y alcanos, se muestran en la Tabla 3.1. En comparación con la molécula E-13, el pico éster del E-14 es ahora más amplio y alargado, pues a medida que aumenta la cadena alquílica la banda espectral aumenta también.

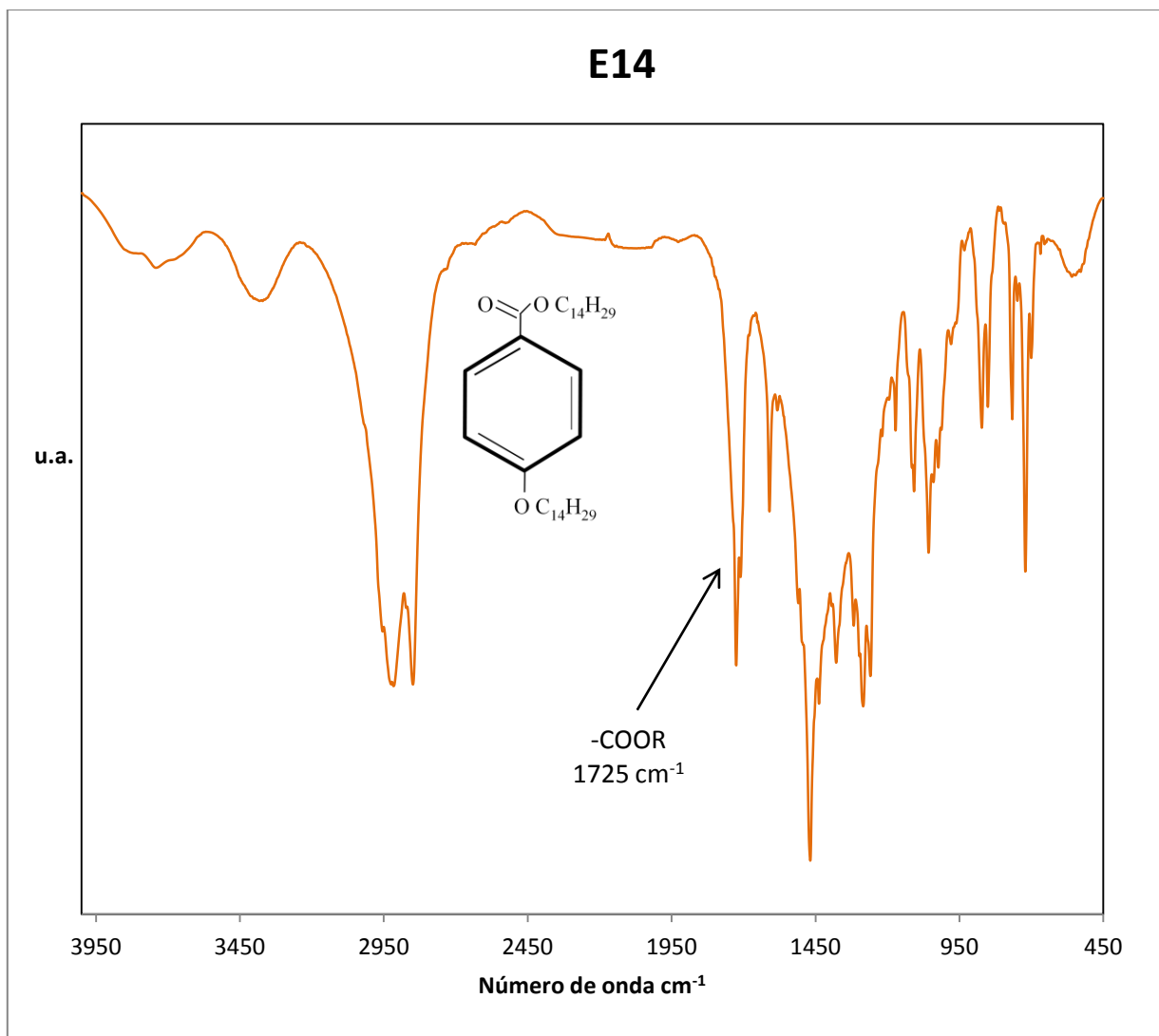


Figura 3.6. Espectro IR del éster E-14

En el espectro éster E-15, en la Figura 3.7 observa la ubicación de la banda característica éster señalada en la región de los 1735 cm^{-1} . En comparación con las moléculas anteriores, el pico éster del E-15 se alarga aun más, corroborando el aumento de la cadena alquílica a quince carbonos, observando también un desplazamiento de la banda de 1725 a 1735 cm^{-1} , debido al incremento de la cadena alquil.

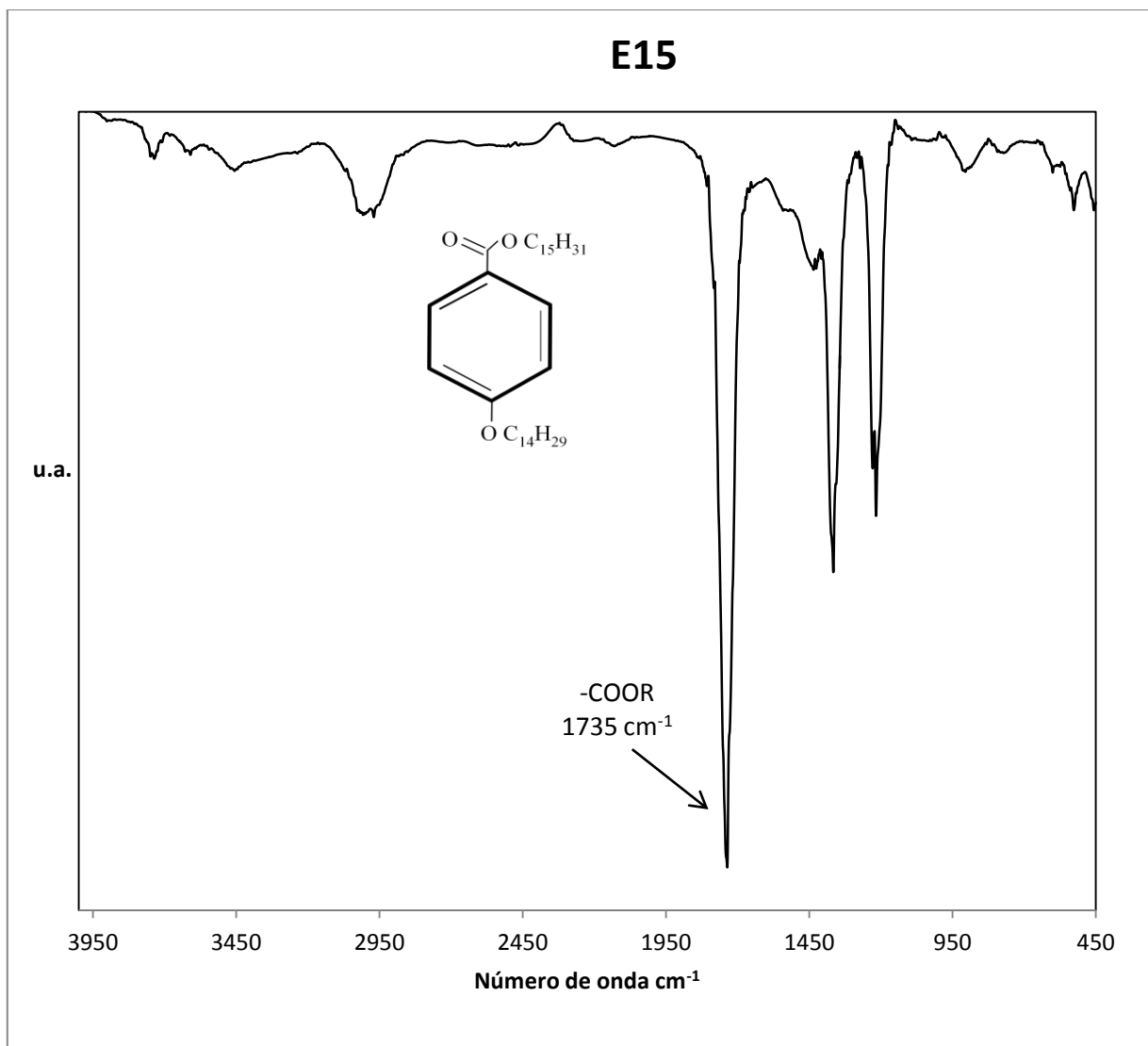


Figura 3.7. Espectro IR del éster E-15

Comparando los espectros anteriores con el de la Figura 3.8 correspondiente al éster E-16, puede ver que la banda no presenta mucha diferencia con la del E-15, puesto que estos dos son los ésteres más grandes de los cuatro sintetizados. Además la banda espectral nuevamente presentó un desplazamiento, esta vez solo de una unidad, sin embargo se confirma que se atribuye al aumento del número de carbonos de la molécula.

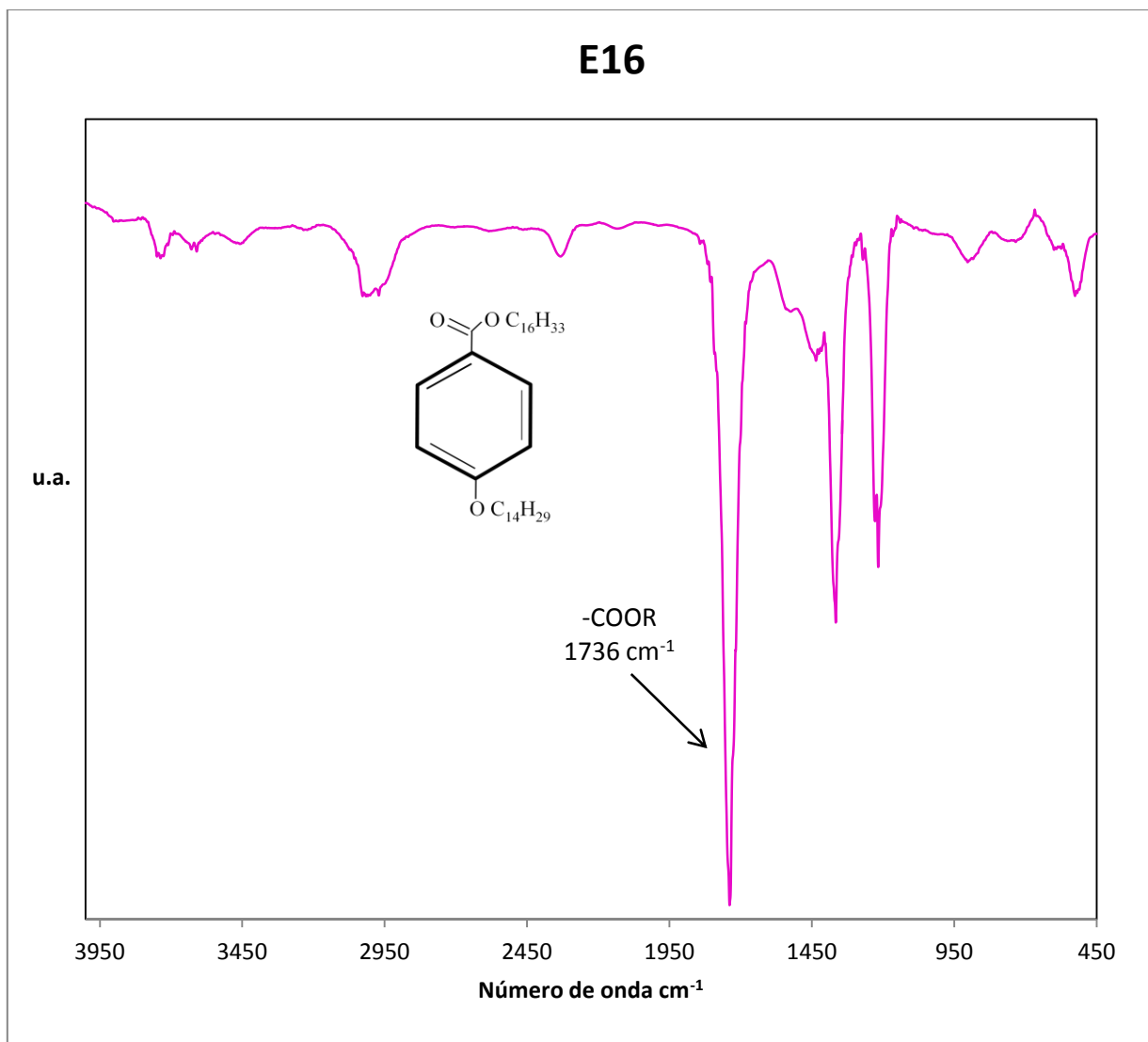


Figura 3.8. Espectro IR del éster E-16

A continuación, en la Figura 3.9 se muestra un acercamiento de cada una de las bandas del grupo éster de las moléculas sintetizadas, puesto que éste es el grupo de principal importancia para la aplicación de la técnica en este trabajo.

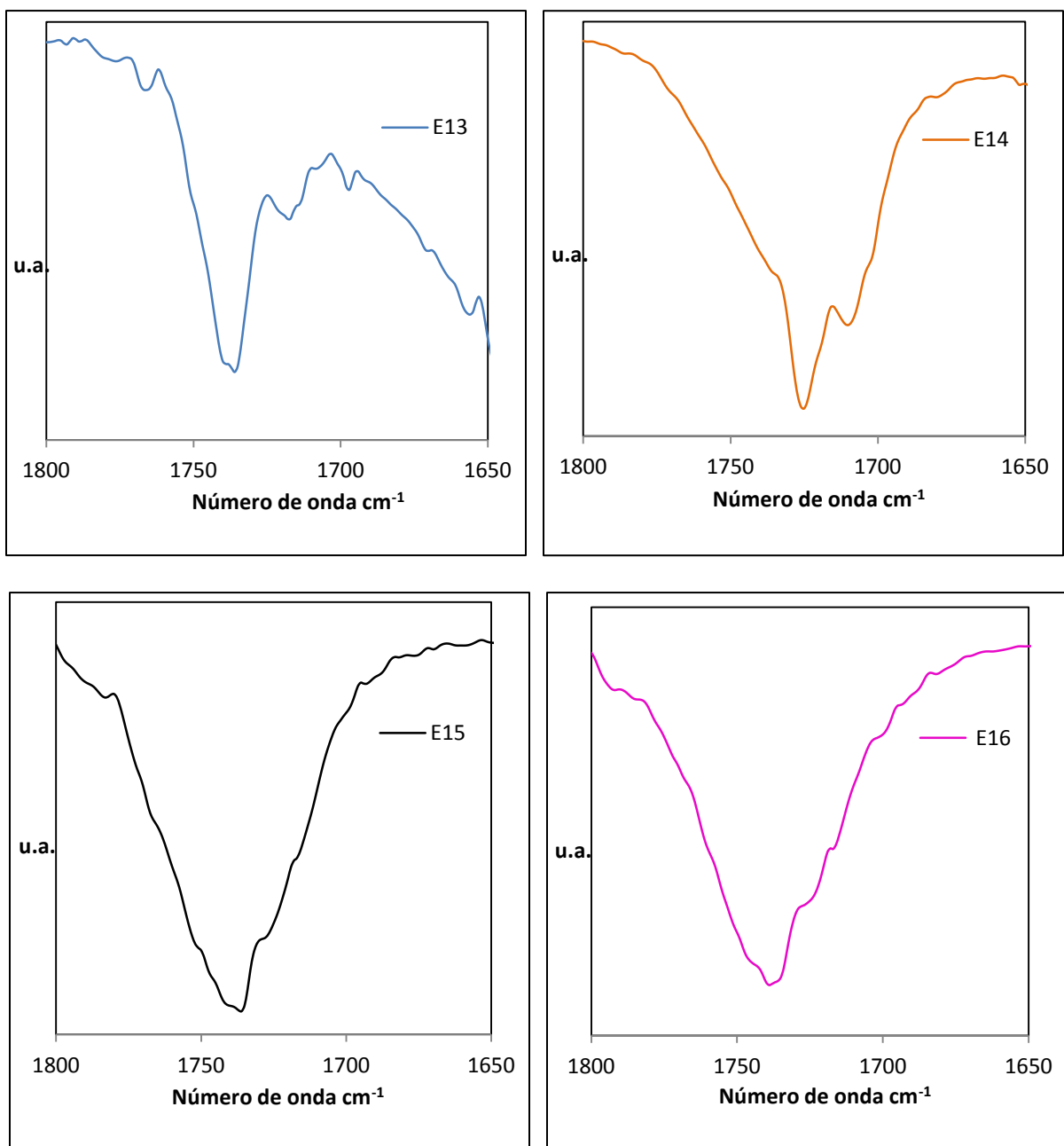


Figura 3.9. Bandas del grupo característico éster de las moléculas E-13, E-14, E-15 y E-16.

En la Figura 3.10, se representan las cuatro bandas de las moléculas éster, se puede observar claramente el incremento en el grosor de la banda, así como su desplazamiento conforme aumenta la cadena alquílica.

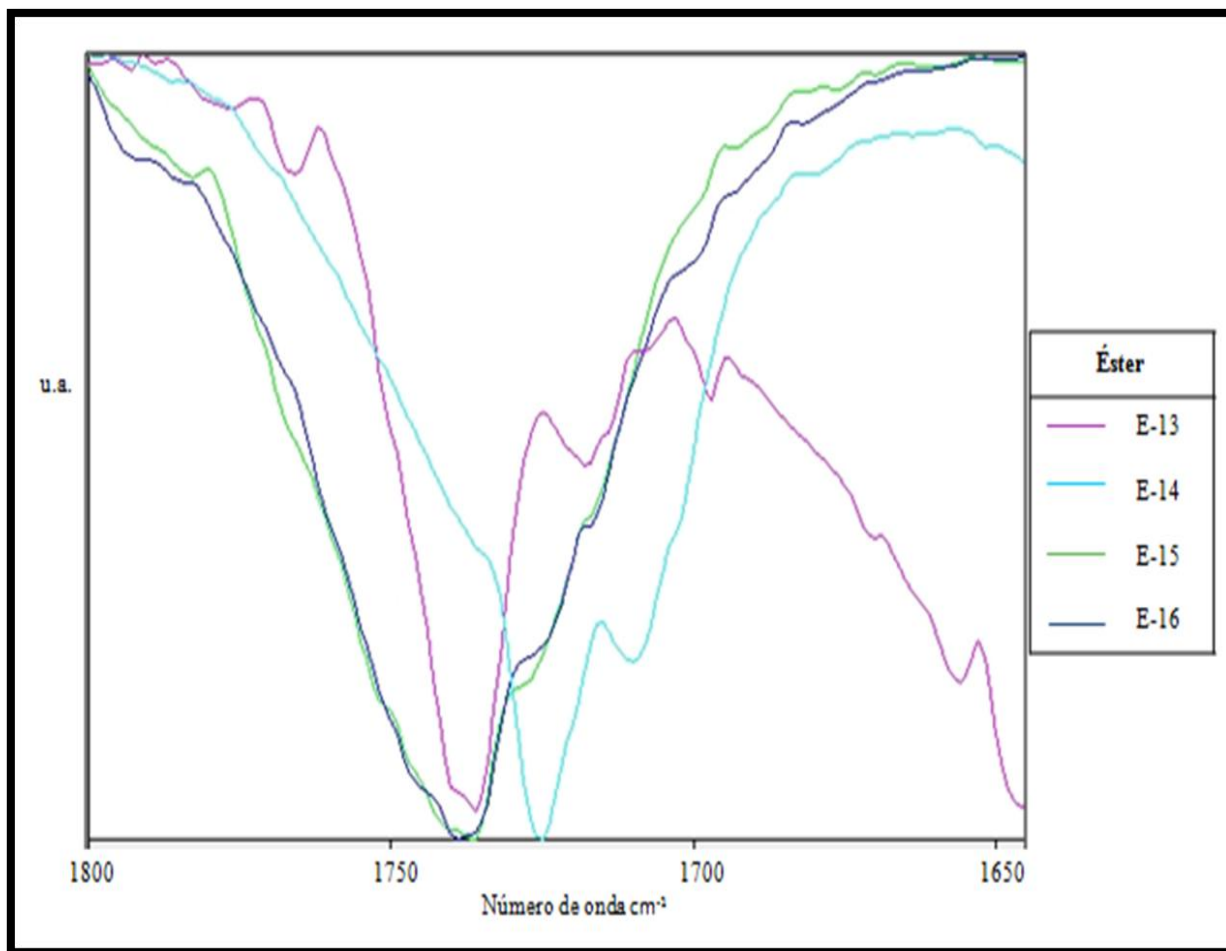


Figura 3.10. Transposición de las bandas correspondientes al grupo éster.

En cada una de las figuras mostradas, se puede observar la presencia de los principales grupos funcionales, los cuales se mencionan a continuación en la Tabla 3.1 para cada éster.

Tabla 3.1. Interpretación de los espectros IR de los ésteres sintetizados.

Grupo Funcional	Región (cm ⁻¹) Para el E-13	Región (cm ⁻¹) Para el E-14	Región (cm ⁻¹) Para el E-15	Región (cm ⁻¹) Para el E-16
-COOR	1737	1725	1735	1736
Aromático	1600	1600	1600	1600
-CO	1057	1057	1058	1063
-CH ₃ y CH ₂	2939- 1468	2937- 1470	2946- 1460	2933- 1463

Como es conocido, el grupo éster se encuentra en la región de los 1800 a los 1650 cm⁻¹ de acuerdo a la carta de correlación 17-15 del libro de Heller y Skoog³⁸, y efectivamente se puede encontrar en la Tabla 3.1 que en las moléculas sintetizadas se encuentra el grupo éster característico en el rango de la región mencionada.

Estas pruebas complementan a las demás técnicas de caracterización, para la comprobación de la pureza de las moléculas éster, las cuales han reflejado un buen resultado en todas.

3.3 Análisis Elemental

Para la muestra de cada éster en la caracterización de análisis elemental, se analizó el porcentaje en peso de Carbono (C), Hidrogeno (H) y Nitrógeno (N), tomando únicamente en cuenta el porcentaje de C e H, siendo estos últimos los de interés para el presente proyecto.

Los derivados sintetizados fueron enviados al laboratorio de análisis químicos del Instituto Mexicano del Petróleo para esta caracterización, y los resultados se muestran a continuación en la Tabla 3.2.

Tabla 3.2. Análisis Elemental de derivados fenólicos.

Muestras	MÉTODOS Y UNIDADES				
	ASTMD		ASTMD		ASTMD
	5291-02		5291-02		5291-02
	% peso C	% peso teórico C	% peso H	% peso teórico H	% peso N
E-13	73.66	78.24	12.89	13.31	0.32
E-14	67.93	78.42	11.31	13.33	0.75
E-15	71.76	78.59	13.29	13.36	0.76
E-16	70.39	78.75	12.58	13.38	0.33

Se observaron porcentajes favorables, al compara el porcentaje en peso real de C e H de cada éster según la estructura correspondiente a cada uno de ellos, contra el porcentaje obtenido en el análisis de caracterización.

Mediante la interpretación de las caracterizaciones anteriores, se puede comprobar que las moléculas sintetizadas tuvieron una pureza buena en comparación con las estructuras teóricas, además de acuerdo con P.A. Sullivan [4], mediante observaciones realizadas a resultados de difracción de rayos X, se sabe que la distancia entre las capas asfálticas de un crudo tiene una medida de 10 a 50 Å de radio, y para los derivados fenólicos obtenidos en este proyecto, se obtuvo como resultado un tamaño de molécula de 18.002 a 22.582 Å, conforme a los datos obtenidos con la ayuda del simulador Spartan10.

3.4 Pruebas de Solubilidad

En la Figura 3.11, se observan parte del método para las pruebas de solubilidad, en la cual, como se vio en la sección 2.4, cada éster sintetizado se mezcló con un disolvente orgánico en un vial y se trató de homogenizar la mezcla mediante calentamiento con la ayuda de una secadora, y una vez disuelto el éster, se dejó el vial en reposo, repitiendo éste procedimiento para cada disolvente probado.

Después de mezclar varios disolventes con cada una de los derivados fenólicos sintetizados, como se muestra más adelante en la Tabla 3.3, se obtuvo que el mejor resultado para obtener la formación del gel fue el que se realizó con la concentración del 5% en masa, con respecto a la densidad de cada disolvente.



Figura 3.11. Pruebas de solubilidad.

Al conocer la concentración a la que se obtenían geles en estas pruebas, se observó además que disolvente daba como resultado un gel, cuál únicamente lograba disolver las muestras, o aquel que formaba un precipitado.

En la Tabla 3.3 se muestran los disolventes utilizados, así como el resultado obtenido para cada éter y éster sintetizados, dando como mejor resultado el disolvente propilencarbonato en la formación de gel.

Tabla 3.3. Pruebas de solubilidad.

Disolvente	C13	E-13	C15	E-15	C16	E-16
Propilencarbonato	S	G	S	G	G	G
Ciclohexano	P	P	P	P	P	P
Metanol	P	P	P	P	P	S
Tolueno	P	S	P	P	P	S
Acetonitrilo	S	P	P	S	P	P
Acetona	S	S	S	S	P	P
Diclorometano	S	S	S	S	S	S

*G= Gel; S= Soluble; P= Precipitado

3.5 Resultados Pruebas Reológicas

Para esta prueba, después de efectuar la síntesis de los ésteres y las pruebas de solubilidad, se eligieron como disolvente para estas pruebas al tolueno, acetona y diclorometano, para elaborar con ellos las diferentes disoluciones, que se utilizaron para la aplicación de estos materiales en cada uno de los crudos para las pruebas reológicas, para las cuales se pesaron muestras de 3.0 g de cada uno de los diferentes crudos.

De las Tablas 3.4 a la 3.9 se muestran las nomenclaturas y abreviaturas que se utilizaron para crudos, alcoholes, disoluciones, ésteres, mezclas de APHB-alcohol; así como, de las moléculas de derivados éster obtenidas.

Tabla 3.4. Nomenclatura para crudos.

Crudo	Abreviatura
Cacalilao	C1
Angostura	C2
Kumalobzaap	C3

Tabla 3.5. Nomenclatura para alcoholes.

Alcohol	Abreviatura
C₁₃H₂₈O	OH-13
C₁₄H₃₀O	OH-14
C₁₅H₃₂O	OH-15
C₁₆H₃₄O	OH-16

Tabla 3.6. Ácido p-hidroxibenzoico (4-hidroxibenzoato de metilo)-alcoholes.

Molécula inicial	Alcoholes			
Ácido p-hidroxibenzoico (APHB)	OH-13	OH-14	OH-15	OH-16
	C-13	C-14	C-15	C-16

Tabla 3.7. Adición del bromuro de tetradecilo al éter formado.

Bromuro de tetradecilo	C-13	C-14	C-15	C-16
Br-C₁₄H₂₉	E-13	E-14	E-15	E-16

Para las disoluciones marcadas en la Tabla 3.8, se utilizó un volumen considerable de cada uno de los disolventes, para diluir el éster correspondiente mediante agitación constante a temperatura ambiente (Figura 3.12), para formar las disoluciones de concentraciones

correspondientes a 110, 200, 300, 400 y 500 ppm, cuyos cálculos se basaron en la ecuación de ejemplo que se muestra más adelante.

Tabla 3.8. Nomenclatura para disoluciones.

Dilución del éster el disolvente correspondiente	Concentración (ppm)
1	110
2	200
3	300
4	400
5	500



Figura 3.12. Agitación de muestras éster para formación de disoluciones.

Todos los cálculos para determinar los gramos de soluto en la disolución de los ésteres, fueron realizados como en el siguiente ejemplo para la concentración de 110 ppm del E-13:

*V= 30 ml de tolueno

$$110\text{ppm} = \frac{\text{mg}}{0.03\text{ l}} \quad (\text{Ec. 3.1})$$

$$mg = 110ppm(0.03l) = 3.3$$

$$\therefore g = 0.0033$$

La concentración de cada disolución se preparo para posteriormente tomar muestras de 50, 100, 300 y 500 μ como se puede observar en la Tabla 3.9, dosificadas después a los diferentes crudos.

Tabla 3.9. Nomenclatura para ésteres y muestras a dosificar.

Éster	No. de muestra	Muestra (μ l)
E-13	M1	50
E-14	M2	100
E-15	M3	300
E-16	M4	500

El diseño de experimentos para la aplicación de los derivados estéricos a los crudos para las pruebas reológicas se muestra en la Tabla 3.10, observándose que, para cada crudo se realizaron 20 muestras en cada éster sintetizado, a las diferentes concentraciones y dosificaciones mencionadas anteriormente en la Tabla 3.9.

Para cada muestra de crudo después de dosificar la muestra diluida de éster, se generó un reograma, después de ser colocada en un Reómetro Anton Paar, cuyos resultados se muestran en la siguiente sección de este capítulo.

Tabla 3.10. Aplicación de los derivados éster a los crudos, pruebas reológicas a 25°C y 1atm.

Experimento	Ésteres															
	E-13				E-14				E-15				E-16			
No. 1 C1	M1	M2	M3	M4	M1	M2	M3	M4	M1	M2	M3	M4	M1	M2	M3	M4
1																
2																
3																
4																
5																
No.2 C2	M1	M2	M3	M4	M1	M2	M3	M4	M1	M2	M3	M4	M1	M2	M3	M4
1																
2																
3																
4																
5																
No.3 C3	M1	M2	M3	M4	M1	M2	M3	M4	M1	M2	M3	M4	M1	M2	M3	M4
1																
2																
3																
4																
5																

3.5.1 Análisis reológico aplicando el éster E-13

En las Tablas 3.11 a la 3.22 mostradas a lo largo de este punto, se presenta la evaluación reológica después de aplicar el derivado éster E-13 reportando los mejores rendimientos obtenidos, además se muestran los reogramas obtenidos para los diferentes crudos Cacalilao (C1), Angostura (C2) y Kumalooobzaap (C3), al aplicarles las diversas dosificaciones del éster sintetizado (utilizando como disolvente tolueno).

3.5.1.1 Análisis reológico del crudo Cacalilao

En la Figura 3.13 se muestra el reograma del crudo C1 que dió como resultado el mejor porcentaje de disminución de viscosidad al aplicarle la dosificación del éster E-13, así como también se muestra la prueba de dosificación de crudo más disolvente.

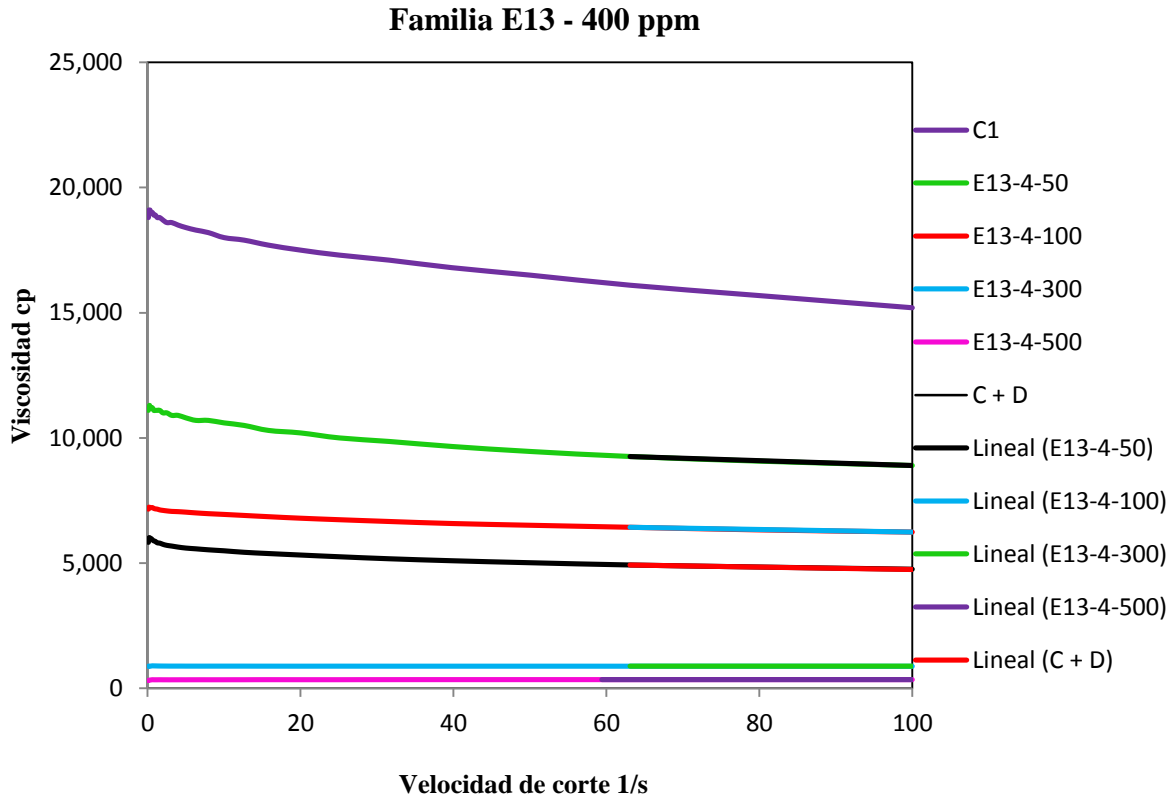


Figura 3.13. Reograma de la Familia E-13 para el crudo Cacalilao.

Se utilizaron diferentes tonos en las líneas de cada experimento, cuya descripción se encuentra a un costado, de acuerdo a la nomenclatura mostrada en la tabla correspondiente.

En la Tabla 3.11 para la concentración de 400 ppm del E-13, se observa un % de disminución del 93.34, utilizando un volumen de 500 µl, representado por la línea rosa de la Figura 3.13 mostrada anteriormente.

Tabla 3.11. Familia E13 a 400 ppm para el crudo Cacalilao.

Muestra	Viscosidad (cp)	% Disminución
C1	18764	Blanco
C1 + D	5208.2	72.24
C1-E13-4-50	9865.1	-89.41
C1-E13-4-100	6746.8	-29.54
C1-E13-4-300	887.72	82.95
C1-E13-4-500	346.85	93.34

En este crudo (C1) se pudieron observar en general resultados favorables con esta molécula. Todas las concentraciones aplicadas, lograron disminuir con muy buenos porcentajes el valor de la viscosidad de este crudo.

Después del valor obtenido en la prueba de crudo más disolvente (C + D), con 500 μ l del éster E-13 se logró una disminución que en conjunto al resultado de la prueba C + D, alcanzó un 983% con la concentración de 400 ppm.

3.5.1.2 Análisis reológico del crudo Angostura

A continuación se muestra el análisis reológico realizado al crudo C2 al aplicarle la dosificación del éster E-13 de 400 ppm y el porcentaje de disminución correspondiente representado por las diferentes líneas de la Figura 3.14.

La disolución del E-13 de 500 μ l (ver línea roja de la Figura 3.14), logro reducir la viscosidad hasta en un 97.93 %, con una concentración de 400 ppm, como se muestra en la Tabla 3.12, según la interpretación del reograma.

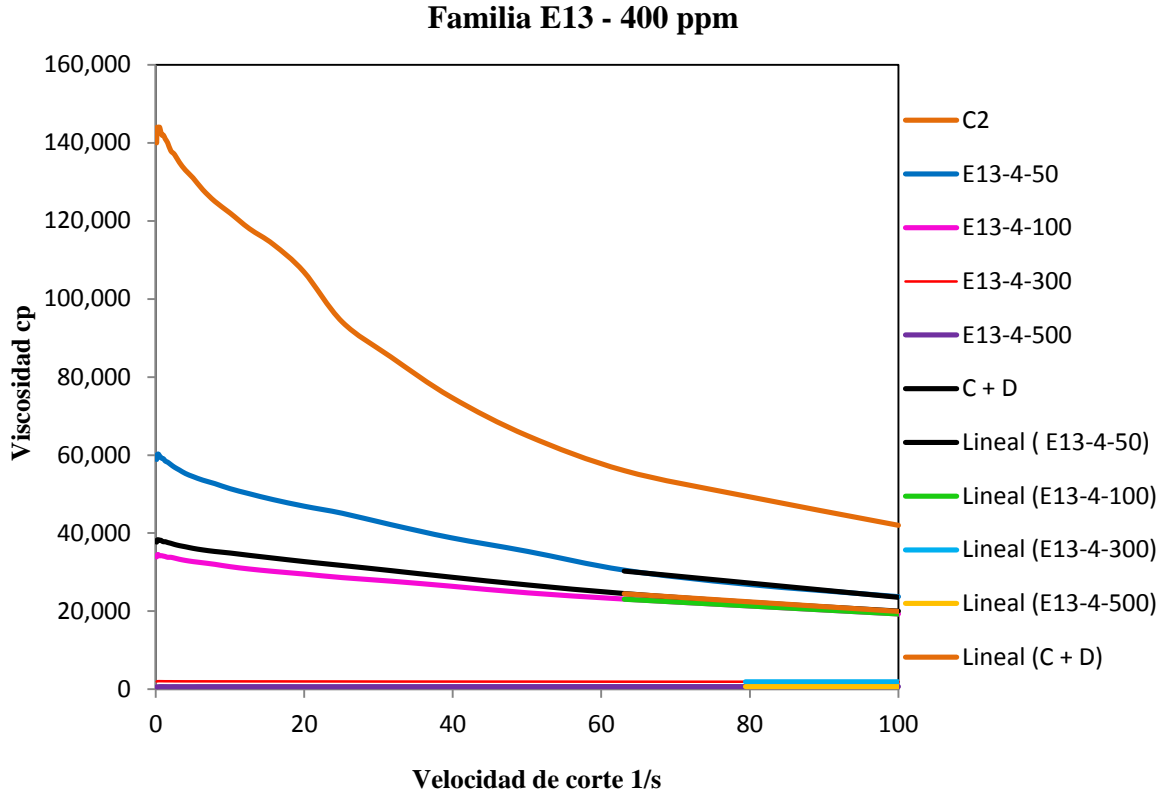


Figura 3.14. Reograma de la Familia E-13 para el crudo Angostura.

Tabla 3.12. Familia E13 a 400 ppm para el crudo Angostura.

Muestra	Viscosidad (cp)	% Disminución
C2	138527	Blanco
C2 + D	32088	76.83
C2-E13-4-50	41842	-30.39
C2-E13-4-100	29587	7.79
C2-E13-4-300	2007.1	93.74
C2-E13-4-500	662.85	97.93

Finalmente para el crudo C2, se pudo notar que la dosificación C + D, muestra una disminución favorable de 76.83 %, sin embargo la dosificación del E-13 permitió obtener un porcentaje adicional de 21.1 % en la reducción de la viscosidad. Cabe mencionar que los porcentajes negativos se refieren a la diferencia con respecto a la dosificación C + D.

No obstante, se logró reducir la viscosidad hasta en un 97.93% al ocupar el volumen de 500 μl y la concentración de 400 ppm siendo ésta, una vez más, la mejor de las concentraciones utilizadas.

3.5.1.3 Análisis reológico del crudo Kumaloobzaap

El análisis reológico (Figura 3.15) realizado al crudo C3 al aplicarle las dosificaciones del éster E-13, y el porcentaje de disminución correspondiente se reporta después en la Tabla 3.13.

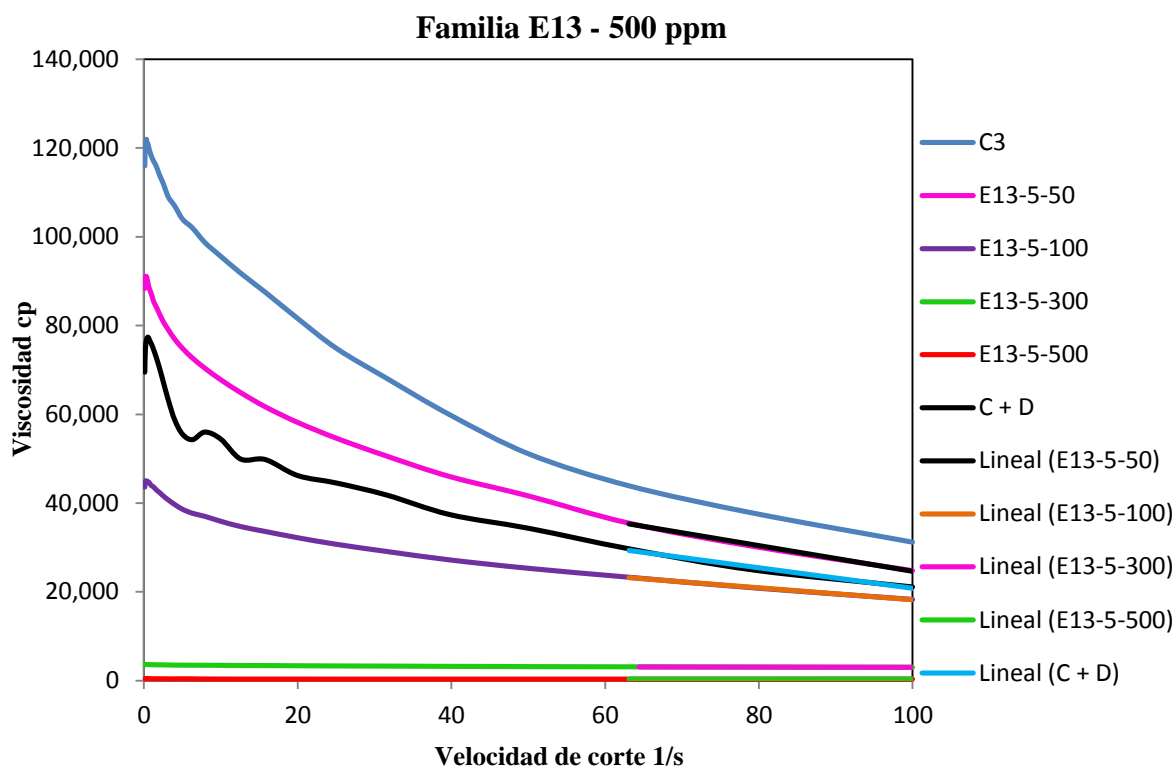


Figura 3.15. Reograma de la Familia E-13 a 500 ppm para el crudo Kumaloobzaap.

Tabla 3.13. Familia E13 a 500 ppm para el crudo Kumaloobzaap.

Muestra	Viscosidad (cp)	% Disminución
C3	113699	Blanco
C3 + D	43903	61.38
C3-E13-5-50	53528	-21.92
C3-E13-5-100	31754	27.67
C3-E13-5-300	3224.2	92.65
C3-E13-5-500	340.64	99.22

En comparación con las demás concentraciones, para la de 500 ppm se observa en este crudo un % de disminución menor que en el crudo anterior, alcanzando ahora un 99.22 % despes de añadir 500 µl.

Se pudieron observar resultados de altos porcentajes de disminución de la viscosidad del C3 con esta molécula, sin embargo, se logró reducir la viscosidad hasta en un 99.22 %, al utilizar el volumen de 500 µl a una concentración de 500 ppm, siendo así la más elevada. A pesar de que la dosificación del disolvente utilizado pudo reducir por si solo la viscosidad de cada uno de los crudos anteriores por encima del 50 %, la adición de las disoluciones de las moléculas sintetizadas, permitió reducir la viscosidad aún más.

Con el E-13 añadido, se observó que la viscosidad disminuyó en mayores porcentajes al añadir volúmenes de 500 µl para los tres diferentes crudos, así como con concentraciones de 400 y 500 ppm, según se observó en las gráficas de las Figuras de la 3.9 a la 3.11. Pero solo se logró disminuir la viscosidad en un 99.22 % con el volumen de 500 µl en la concentración de 500 ppm en conjunto con el disolvente utilizado, para el C3.

A diferencia de los resultados obtenidos con las dosificaciones de 500 µl en el C1 y C2, ambos en concentraciones de 400 ppm que mostraron una disminución del 93.44 y 97.93 %, con la concentración de 500 ppm en el C3 se obtuvo el mejor de los porcentajes obtenidos de

disminución de la viscosidad en los tres diferentes crudos al aplicar éste derivado, el cual consta de una cadena éster de trece carbonos y un grupo hidroxilo en posición para (p), siendo la cadena más pequeña de los cuatro ésteres sintetizados.

3.5.2 Análisis reológico aplicando el éster E-14

Después de la aplicación del derivado E-14, al disolverlo en diclorometano a diferentes concentraciones, se muestran en las Tablas 3.14 a la 3.16 los mejores resultados de los análisis reológicos realizados a los diferentes crudos C1, C2 y C3, así como los resultados del porcentaje de disminución correspondiente.

Cabe mencionar que en esta ocasión, no fue posible mostrar la prueba de crudo más disolvente (C+ D), ya que de la molécula sintetizada no existió suficiente material y no fue posible sintetizar más.

3.5.2.1 Análisis reológico del crudo Cacalilao

En esta sección se encuentra la Tabla 3.14, en la cual se reporta la concentración del éster E-14 con la que se obtuvo el mejor de los porcentajes de disminución obtenidos, y se muestra a continuación en la Figura 3.16 el análisis reológico correspondiente para el C1, al aplicarle las dosificaciones del E-14.

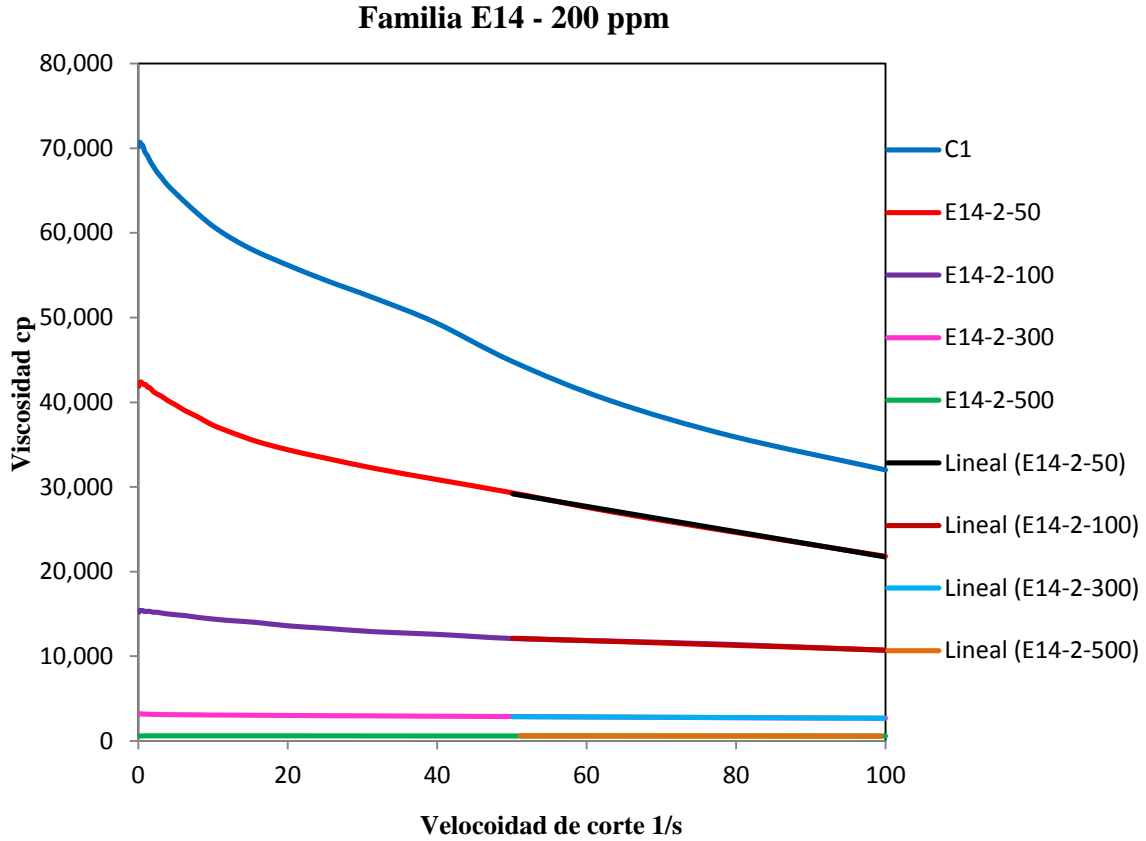


Figura 3.16. Reograma de la Familia E-14 a 200 ppm para el crudo Cacalilao.

Tabla 3.14. Familia E-14 a 200 ppm para el crudo Cacalilao.

Muestra	Viscosidad (cp)	% Disminución
C1	68317	Blanco
C1-E14-2-50	36654	46.34
C1-E14-2-100	13546	80.17
C1-E14-2-300	3085.6	95.48
C1-E14-2-500	611.36	99.10

Para 200 ppm, se consiguió un % de disminución de 99.10, aplicando la dosificación de 500 µl como se pudo observar en la línea verde de la Figura 3.12.

El análisis reológico para todas las dosificaciones añadidas a C1, demuestra que los resultados en general son favorables para esta molécula, no obstante el mejor resultado para éste crudo se logró al aplicar un volumen de 500 µl con la concentración de 200 ppm como se reporta en la Tabla 3.14, obteniendo un valor de disminución de inclusive un 99.10 %.

3.5.2.2 Análisis reológico del crudo Angostura

A continuación en la Figura 3.17 se muestran ahora los resultados del analisis reológico al aplicar las dosificaciones del éster E-14 al C2. Además se encontraran más adelante en la Tabla 3.15 los porcentajes de disminución obtenidos en la concentración que resultó más favorable para disminuir la viscosidad de este crudo.

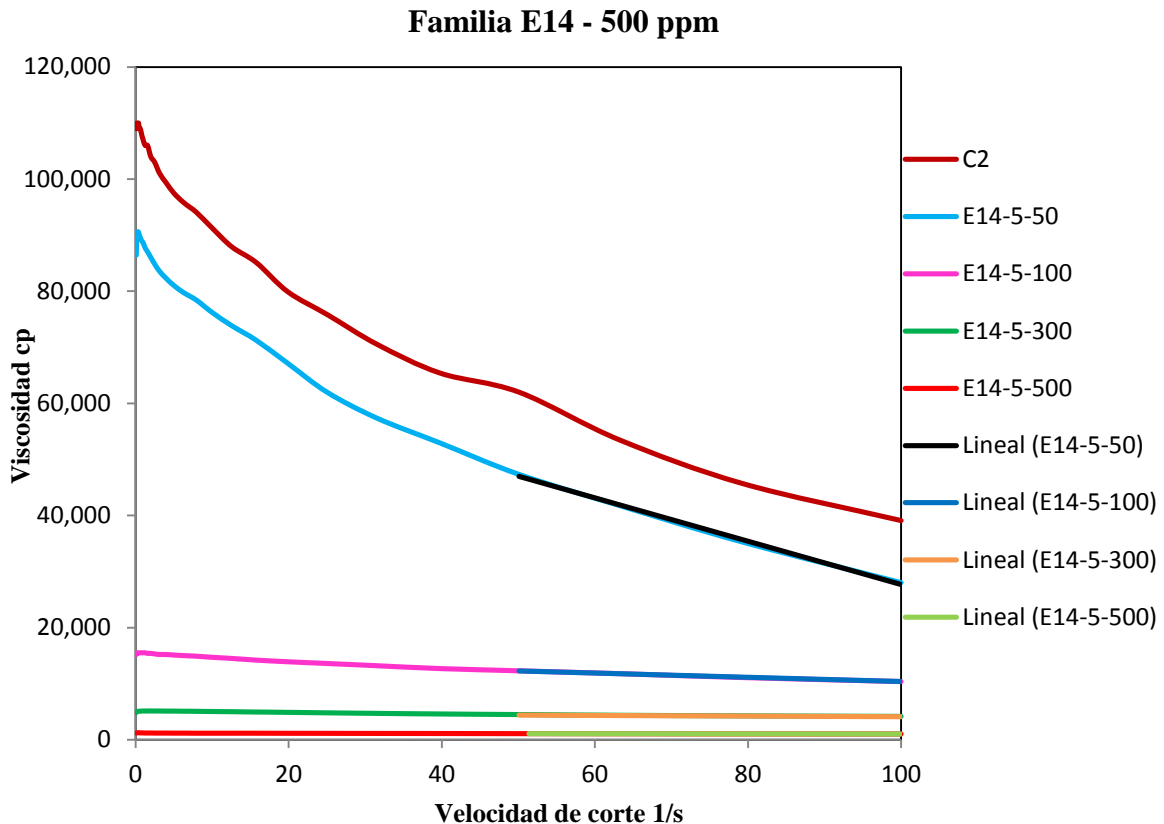


Figura 3.17. Reograma de la Familia E-14 a 500 ppm para el crudo Angostura.

Tabla 3.15. Familia E-14 a 500 ppm para el crudo Angostura.

Muestra	Viscosidad (cp)	% Disminución
C2	104778	
C2-E14-5-50	66370	36.65
C2-E14-5-100	14210	86.43
C2-E14-5-300	4700.4	95.51
C2-E14-5-500	1098.5	98.95

Con ésta concentración se alcanzó un % de disminución de 98.95, el cual resulta superior a las anteriores concentraciones del E-14 añadidas al C2, de igual manera que en el caso del C1 al añadir igualmente 500 µl de la disolución en aquel caso de 200 ppm.

Al comparar los resultados del análisis para C2, se puede observar que los porcentajes de las diversas concentraciones con esta molécula resultan favorables.

Para las primeras concentraciones, a pesar de que los porcentajes oscilaron entre el valores positivos de viscosidad, no se obtuvieron los resultados más elevados, fue hasta la última de las concentraciones, 500 ppm, en donde se logró reducir la viscosidad hasta en un 98.9 %, al ocupar un volumen de 500 µl.

3.5.2.3 Análisis reológico del crudo Kumaloobzaap

En la siguiente Tabla 3.16 de eta sección, se muestran el porcentaje de disminución de cada disolución a la concentración que reportó el valor más alto en la disminución de la viscosidad del C3, y la figura de los reograma al utilizar las dosificaciones del éster E-14.

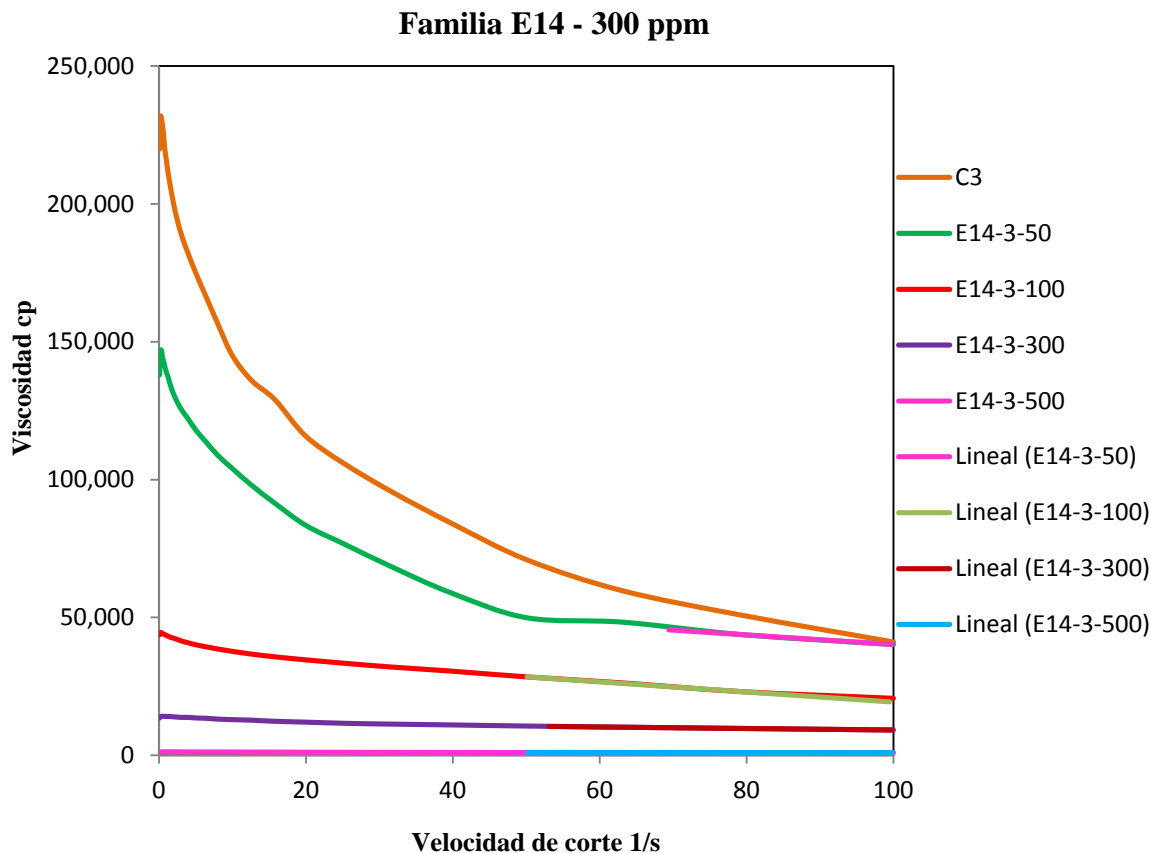


Figura 3.18. Reograma de la Familia E-14 a 300 ppm para el crudo Kumaloobzaap.

Con 300 ppm, según se muestra en la Tabla 3.16, el E-14 reflejó alcanzar un % de disminución de 99.47 utilizando una disolución de 500 μ l, como se observó en la Figura 3.18, en donde esta disolución esta representada por la linea rosa.

Tabla 3.16. Familia E-14 a 300 ppm para el crudo Kumaloobzaap.

Muestra	Viscosidad (cp)	% Disminución
C3	201963	Blanco
C3-E14-3-50	57676	71.44
C3-E14-3-100	37696	81.33
C3-E14-3-300	11915	94.10
C3-E14-3-500	1052.7	99.47

En los resultados de la tabla de porcentajes de disminución reportados para C3, se pudo observar general que son favorables al aplicar esta molécula E-14, pero se logró reducir la viscosidad hasta en un 99.4 %, ocupando el volumen de 500 μ l y la concentración de 300 ppm.

Finalmente, con ésta molécula se observó que la viscosidad disminuyó en mayor porcentaje en los tres diferentes crudos con las dosificaciones de 500 μ l en las concentraciones de 200, 300 y 500 ppm, siendo en la de 300 ppm en la que se logró disminuir la viscosidad hasta en un 99.47 % con un volumen de 500 μ l para el crudo C3.

En las concentraciones de 200 y 500 ppm en los crudos C1 y C2, se manifestó una disminución del 99.1 y 98.9 % respectivamente, las cuales figuran como favorables considerando que están por arriba del 90 % indicando que a molécula E-14, la cual consta de una cadena éster de catorce carbonos y un grupo hidroxilo en posición para (p), logra introducirse entre las placas que conforman la estructura de C1 y C2 y reducir su viscosidad. Pero, con la concentración de 500 ppm en el C3 se obtuvo el mejor porcentaje de disminución de la viscosidad con el éster aplicado, siendo éste crudo el que se considera el más pesado de los tres.

3.5.3 Análisis reológico aplicando el éster E-15

Continuando con los resultados del análisis reológico, se muestra a continuación a lo largo de esta sección, en las Tablas 3.17 a la 3.19 los porcentajes de disminución de la aplicación a los diferentes crudos C1, C2 y C3, del derivado éster E-15 disuelto en acetona, y el porcentaje de disminución de viscosidad de cada concentración, así como también la prueba de dosificación de crudo más disolvente en cada reograma.

3.5.3.1 Análisis reológico del crudo Cacalilao

Para iniciar, se muestra la figura del análisis reológico realizado al crudo C1, al aplicarle la dosificación de 110 ppm del E-15, enseguida se muestra la tabla de porcentajes de disminución de viscosidad correspondiente (Tabla 3.17).

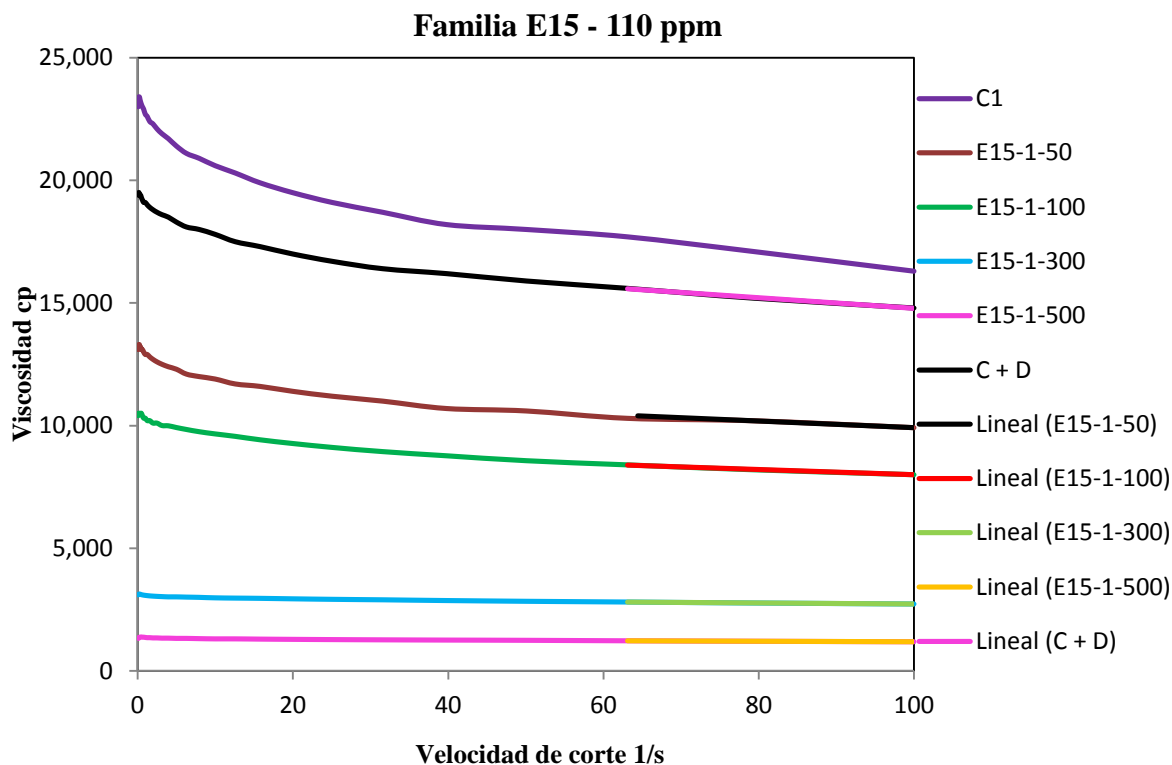


Figura 3.19. Reograma de la Familia E-15 a 110 ppm para el crudo Cacalilao.

Tabla 3.17. Familia E-15 a 110 ppm para el crudo Cacalilao.

Muestra	Viscosidad (cp)	% Disminución
C1	22376	Blanco
C1 + D	16945	24.27
C1-E15-1-50	11279	33.43
C1-E15-1-100	9072.3	46.46
C1-E15-1-300	2944.5	82.62
C1-E15-1-500	1297.2	92.34

Al analizar el reograma de la Figura 3.19, es posible obtener e interpretar los resultados reportados en la Tabla 3.17 de la concentración de 110 ppm, en la cual se observó un 92.34 % de disminución de aplicando 500 μ l del E-15 en combinación con el C + D. La dosificación del crudo más disolvente (C+ D) según los datos de la tabla de resultados, logra de igual forma disminuir la viscosidad de este crudo por si solo un 24.27 %, sin embargo, la presencia del éster en la mezcla dosificada reflejó mejores resultados que la del disolvente solo, por lo que se puede atribuir ese valor elevado en la disminución a la concentración éster presente en la muestra añadida.

Finalmente, para los resultados de C1 se pudo observar que los porcentajes de disminución de la viscosidad con la molécula E-15 muestran valores positivos en las diferentes concentraciones que se aplicaron en comparación con los valores obtenidos en los reogramas de las pruebas de los derivados anteriores, y principalmente en los reogramas correspondientes a éste crudo, lo cual se debe a que el disolvente por si solo está por encima de valores de disminución de viscosidad que mostraron las dosificaciones de éster.

Es así que se logró reducir la viscosidad hasta en un 92.34 %, al ocupar la dosificación con el volumen de 500 μ l en la concentración de 110 ppm, superando así a las demás concentraciones.

3.5.3.2 Análisis reológico del crudo Angostura

En esta sección se muestran los porcentajes de disminución correspondientes al análisis reológico realizado al crudo C2 al aplicarle las dosificaciones del éster E-15, así como el reograma obtenido en esta prueba (Figura 3.20). Cabe recordar que éste crudo es un poco más pesado que el anterior y sus valores de viscosidad por lo tanto son mayores.

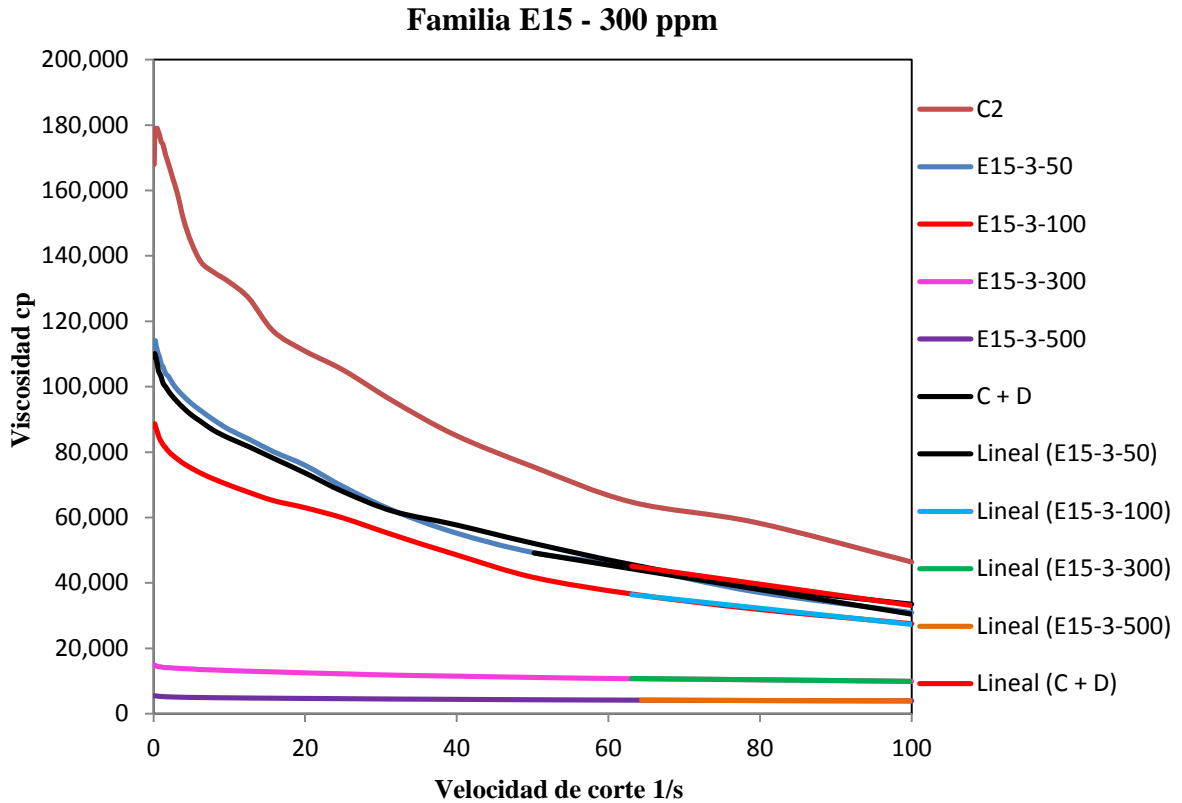


Figura 3.20. Reograma de la Familia E-15 a 300 ppm para el crudo Angostura.

A 300 ppm, según se observa en la Tabla 3.18, se logra un % de disminución 93.27 para el C2, utilizando la mezcla de 500 µl de éster más disolvente.

Tabla 3.18. Familia E-15 a 300 ppm para el crudo Angostura.

Muestra	Viscosidad (cp)	% Disminución
C2	164365	Blanco
C +D	65587	60.09
C2-E15-3-50	68014	-3.70
C2-E15-3-100	51870	20.91
C2-E15-3-300	12095	81.55
C2-E15-3-500	4414	93.27

Para el C2 se observa que la molécula E-15 proyectó resultados positivos en la mayoría de las diversas concentraciones que se estudiaron, solo para 50 μl se obtuvo un resultado negativo, con respecto al valor de la viscosidad de la disolución C+ D, sin embargo, se logra hasta un 93.27 % de disminución ocupando un volumen de 500 μl .

3.5.3.3 Análisis reológico del crudo Kumaloobzaap

Finalmente se muestran los resultados del C3 al aplicarle las dosificaciones del E-15 (Figura 3.21) y el porcentaje de disminución interpretado mostrada más adelante.

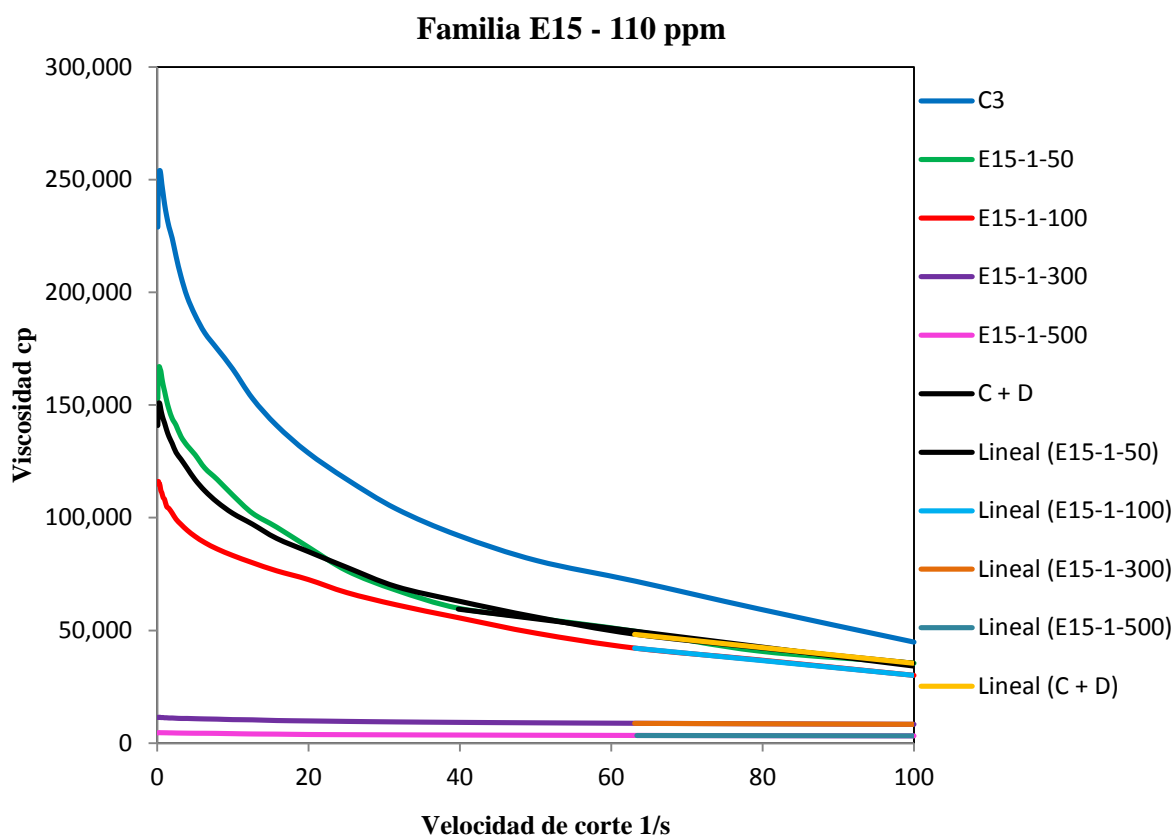


Figura 3.21. Reograma de la Familia E-15 a 110 ppm para el crudo Kumaloobzaap.

A la concentración de 110 ppm y utilizando un volumen de 500 µl, se observa en la Tabla 3.19, un 26.59 % de disminución de viscosidad adicional al porcentaje obtenido con la dosificación de C + D, alcanzando en total un 94.78 %.

Tabla 3.19. Familia E-15 a 110 ppm para el crudo Kumaloobzaap.

Muestra	Viscosidad (cp)	% Disminución
C3	221357	Blanco
C + D	70396	68.19
C3-E15-1-50	76072	-8.06
C3-E15-1-100	62864	10.69
C3-E15-1-300	9558.8	86.42
C3-E15-1-500	3668.3	94.78

En C3 para todas las concentraciones se pudo observar que los resultados son favorables al aplicar la molécula E-15 en combinación con el disolvente, sobre el resultado obtenido de la prueba de crudo más disolvente solo. Se logró reducir la viscosidad hasta en un 94.78 %, al aplicar dosificaciones de 500 µl a la concentración de 110 ppm.

Con esta molécula se logró disminuir la viscosidad de los crudos en volúmenes de 500 µl, y concentraciones de 110 y 300 ppm. A pesar de que en cada crudo se obtuvieron porcentajes por encima del 90 %, se logró disminuir hasta en un 94.78 % la viscosidad, con un volumen aplicado de 500 µl y una concentración de 110 ppm del éster.

Para las concentraciones de 110 y 300 ppm se observaron valores de disminución de 92.34 y 93.25 % para el C1 y C2 respectivamente, que a pesar de ser valores favorables, quedaron por debajo del valor obtenido con la concentración de 110 ppm en el C3, el mejor de los porcentajes reportado de disminución de la viscosidad con el éster E-15 que consta de quince carbonos y un grupo hidroxilo en posición para (p).

3.5.4 Análisis reológico aplicando el éster E-16

A lo largo de esta sección se presentan en tablas los mejores resultados después de aplicar el derivado éster E-16, así como también se muestra en las diferentes figuras el análisis reológico realizado a los diferentes crudos C1, C2 y C3 al aplicarles las dosificaciones del éster sintetizado, para el cual se utilizó como disolvente acetona, en donde se puede observar también la prueba de crudo más disolvente, y el porcentaje de disminución correspondiente de cada uno.

3.5.4.1 Análisis reológico del crudo Cacalilao

En la Figura 3.22 se muestra el análisis reológico correspondiente realizado al crudo C1 al aplicarle las dosificaciones del éster E-16, para la concentración de 110 ppm, siendo con la cual se obtuvieron los mejores resultados de disminución de viscosidad para este crudo.

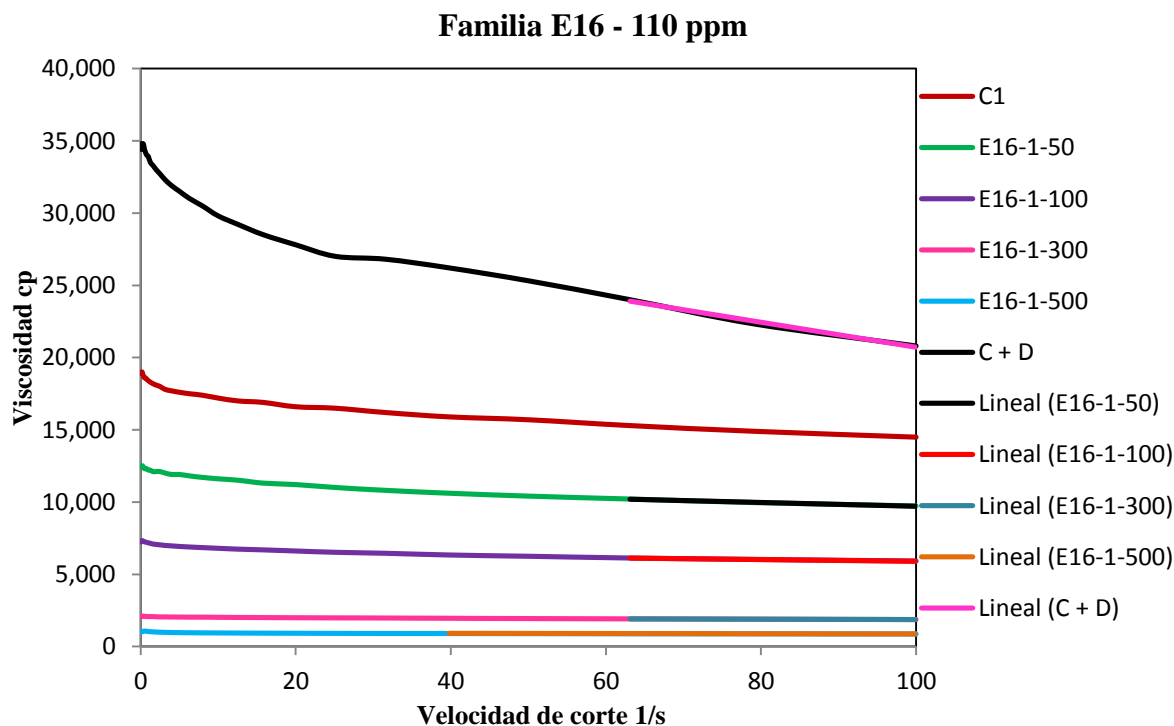


Figura 3.22. Reograma de la Familia E-16 a 110 ppm para el crudo Cacalilao.

El éster E-16 a una concentración de 110 ppm adicionado con el disolvente utilizado, logró reflejar en el C1 un % de disminución favorable de 94.94 utilizando un volumen de 500 μ l según se muestra a continuación en la Tabla 3.20.

Tabla 3.20. Familia E-16 a 110 ppm para el crudo Cacalilao.

Muestra	Viscosidad (cp)	% Disminución
C1	18266	Blanco
C + D	29328	-60.56
C1-E16-1-50	11002	39.76
C1-E16-1-100	6475.5	64.54
C1-E16-1-300	1996.6	89.06
C1-E16-1-500	922.85	94.94

Se pudo observar en la Figura 3.22, que la línea negra que representa la prueba de crudo más disolvente (C + D) arroja resultados negativos, esto es debido a que al aplicar el disolvente en el crudo, éste hace que la viscosidad del C1 aumente en lugar de disminuir, lo que se se refleja en valores negativos con respecto a la viscosidad del crudo.

Para C1 los resultados variaron al aplicar ésta molécula, en comparación con los valores reportados para los derivados anteriores con este mismo crudo. Con el E-16 se logró reducir la viscosidad del C1 hasta en un 94.94 %, ocupando la dosificación de 500 μ l a una concentración de 110 ppm.

3.5.4.2 Análisis reológico del crudo Angostura

La sección muestra los resultados correspondientes a los porcentajes de disminución de viscosidad calculados al interpretar el reograma de la Figura 3.23 del análisis realizado al crudo C2 al aplicarle las dosificaciones del E-16. Esta vez se puede observar en el reograma,

que la línea negra que representa la dosificación del disolvente solo, aparece por debajo del valor de la viscosidad del blanco, representado por la línea café.

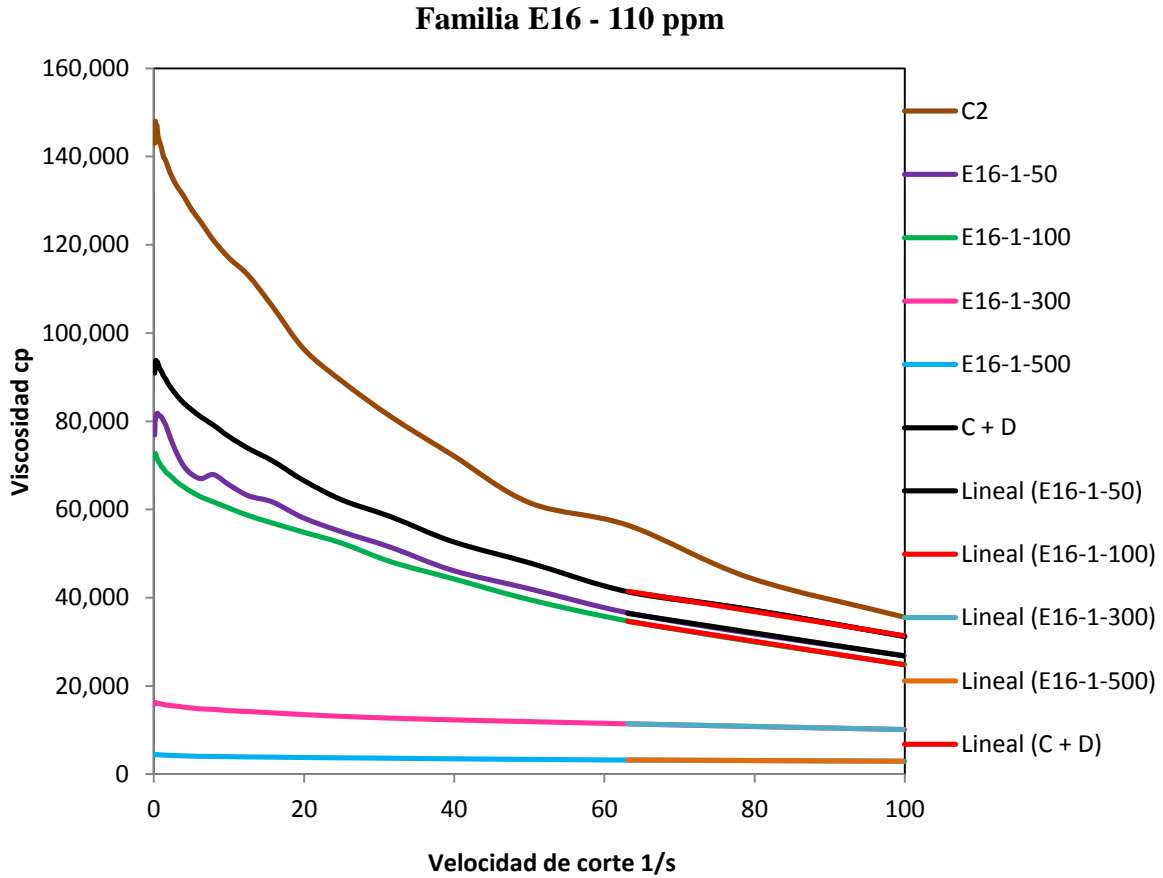


Figura 3.23. Reograma de la Familia E-16 a 110 ppm para el crudo Angostura.

Observese además que los valores de la Tabla 3.21 son todos positivos, por lo que es sencillo interpretar que el valor de la viscosidad de la dosificación C + D es menor que el reportado para el blanco, pero mayor que el de las dosificaciones del éster.

Tabla 3.21. Familia E-16 a 110 ppm para el crudo Angostura.

Muestra	Viscosidad (cp)	% Disminución
C2	138009	Blanco
C + D	58872	57.34
C2-E16-1-50	53063	9.86
C2-E16-1-100	51515	12.49
C2-E16-1-300	13610	76.88
C2-E16-1-500	3666.4	93.77

Con 110 ppm, de acuerdo con lo observado en la tabla anterior, el E-16 logró un % de disminución de 93.77, aplicando 500 µl; porcentaje que resultó menor que el obtenido en el crudo anterior. Sin embargo, a pesar de que la dosificación del C + D logró disminuir por si solo la viscosidad del C2 en un 57.34 %, la presencia del grupo éster, puede reducir aún más este valor.

En todas las concentraciones aplicadas al C2, los resultados mostrados en las tablas de porcentajes de disminución, en general son favorables, sin embargo se logró reducir la viscosidad hasta en un 93.77 %, cuando se aplicó la dosificación de 500 µl a la concentración de 110 ppm.

3.5.4.3 Análisis reológico del crudo Kumaloobzaap

Para esta prueba, se obtuvo el reograma de la Figura 3.24, el cual muestra los resultados de la aplicación del E-16 en el crudo C3. En este reograma de la concentración de 110 ppm, se observa que el mayor porcentaje de disminución corresponde a la línea rosa que representa la aplicación de 500 µl del E-16.

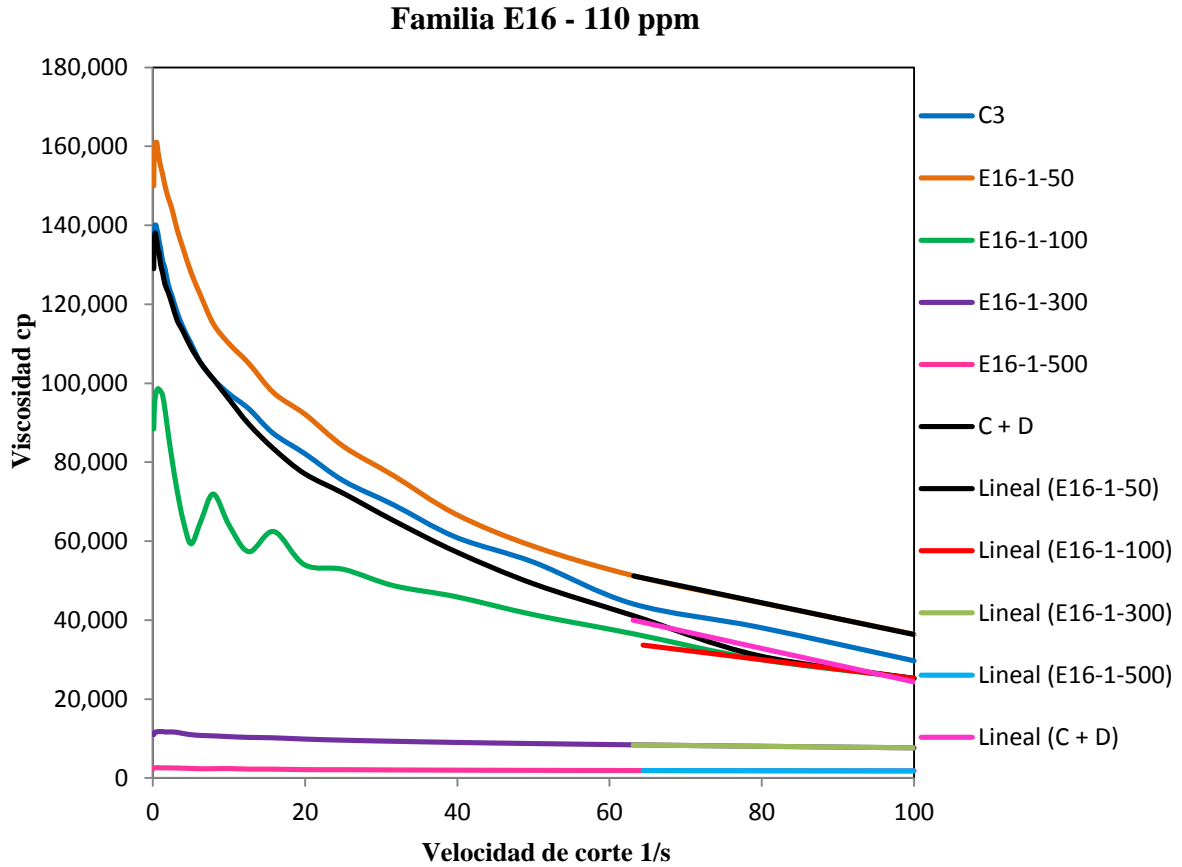


Figura 3.24. Reograma de la Familia E-16 a 110 ppm para el crudo Kumaloobzaap.

A continuación en la Tabla 3.22 se presentan los porcentajes de disminución correspondientes para la concentración de 110 ppm.

Tabla 3.22. Familia E-16 a 110 ppm para el crudo Kumaloobzaap.

Muestra	Viscosidad (cp)	% Disminución
C3	125776	Blanco
C + D	66788	46.89
C3-E16-1-50	76545	-14.60
C3-E16-1-100	48986	26.65
C3-E16-1-300	9696.7	85.48
C3-E16-1-500	66788	97.02

Para C3 en general, se obtuvieron resultados efectivos con las concentraciones aplicadas de esta molécula E-16, pese a que la muestra de C + D pudo disminuir la viscosidad de este crudo por sí solo en un 46.89 %, se observó en la Figura 3.24 que el éster logra reducir la viscosidad un 50.13 % adicional, logrando de esta manera obtener hasta un 97.02 %, al utilizar la dosificación de 500 µl a la concentración de 110 ppm, valor que se puede leer con facilidad en la interpretación de la Tabla 3.22 mostrada anteriormente.

Con el derivado E-16, se observó que la viscosidad disminuyó al aplicar las dosificaciones de 500 µl en C1, C2 y C3, y que en todos ellos, las concentraciones que lograron reducirla fueron las de 110 ppm.

Sin embargo, a pesar de que en todos los crudos se reportaron los mayores porcentajes de disminución al utilizar la misma concentración, el crudo en el que se logró disminuir la viscosidad hasta en un 97.02 % fue en el C3, con la dosificación de 500 µl.

En los crudos C1 y C2 la concentración de 110 ppm del éster en la mezcla, mostró una disminución del 94.44 y 93.77 % respectivamente. a pesar de los resultados favorables obtenidos de la dosificación del disolvente solo a los diferentes crudos, se lograron incrementar dichos porcentajes al dosificar el éster E-16.

La aplicación del E-16, el cual consta de una cadena éster de dieciséis carbonos y un grupo hidroxilo en posición para (p), ha demostrado ser eficiente para cumplir el objetivo de éstos análisis, es decir, logra introducirse entre las laminas estructurales de los crudos, formando un efecto estérico, logrando así permitir un movimiento más rápido de los fluidos.

CONCLUSIONES

Se lograron sintetizar una serie de derivados fenólicos haciendo variar la longitud de la cadena alquílica a 13, 14, 15 y 16 carbonos (E-13, E-14, E-15 y E-16). Las caracterizaciones de Análisis Elemental, Espectroscopía Infrarroja, y Resonancia Magnética Nuclear, permitieron comparar la estructura de las muestras teóricas con las sintetizadas, obteniendo resultados favorables en cuanto a pureza.

El estudio relógico de los crudos, al aplicarles los diferentes derivados fenólicos, permitió obtener los siguientes resultados comparativos:

En el primer crudo (Cacalilao), se obtuvo como mejor resultado la aplicación del derivado E-14, al añadir 500 µl de muestra a una concentración de 200 ppm, dando un porcentaje de disminución muy favorable de 99.1%, lo cual demuestra que éste derivado logró introducirse entre el crudo, separar su estructura laminar y disminuir la viscosidad con resultados muy efectivos, por lo cual se hace notar que es apto para cumplir el objetivo de su aplicación.

De igual manera la cadena de 14 carbonos permitió obtener los valores más favorables para disminuir la viscosidad del segundo crudo (Angostura), en donde al igual que para E-14 en el crudo Cacalilao, la presencia del grupo hidroxilo en ésta molécula permitió obtener el mayor porcentaje de disminución de la viscosidad del crudo Angostura al añadir 500 µl del E-13 a una concentración de 500 ppm, con un 98.95% de disminución, resultado que logró comprobar que éste derivado fue el que mejor funcionó para el Angostura.

Para el tercer crudo (Kumaloobzaap), se obtuvo como mejor resultado la aplicación del éster E-14 una vez más, en esta ocasión a una concentración de 300 ppm, añadiendo una disolución de 500 µl, logrando un porcentaje de disminución de la viscosidad del Kumaloobzaap hasta de un 99.47 %, porcentaje superior en comparación con los demás

derivados, por lo que se deduce que este oligomero es el más indicado para aplicarlo en la reducción de viscosidad del crudo Kumaloobzaap.

Se concluye además que es conveniente trabajar con moléculas que conserven cierta polaridad y a una temperatura ambiente. El volumen que reportó los mejores resultados para todas las moléculas fue el de 500 μ l, siendo éste el mayor de los aplicados en cada uno de los crudos. Por otra parte, como se pudo observar, el mejor los derivados sintetizados para disminuir la viscosidad de los crudos fue el p-hidroxibenzoato de tetradecilo (E-14), ya que se consiguió disminuirla en más del 98 % en dos de los tres crudos relógicamente analizados.

Se puede observar que en esta familia de derivados se logró el mejor resultado utilizando una cadena alquílica corta de 14 carbonos, no obstante, la cadena de 13 carbono también reflejó excelentes resultados, por lo que se recomienda seguir modulando esta de 10-12 carbonos, puesto que para la variación de 15-16 carbonos se observó que el resultado de utilizar cadenas largas desfavorecen la disminución de la viscosidad en estos crudos en particular, en comparación con los valores obtenidos para las primeras dos cadenas sintetizadas en este proyecto.

Por otra parte, los derivados fenólicos sintetizados revelaron un tamaño de molécula de 18.002 a 22.582 Å, conforme a los datos obtenidos con la ayuda del simulador Spartan10, por lo es posible justificar la suposición de que la molécula éster se introduce entre las láminas de crudo, puesto que este presenta una distancia media de 10 – 50 Å; es decir, que las moléculas éster pueden introducirse entre las laminas logrando un efecto estérico, el cual permitió obtener resultados favorables al disminuir la resistencia a fluir de los crudos que se trataron en este trabajo.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1.- J. A. Titus, R. Haugland, S.O. Sharrow and D.M. Segal, Texas red, a hydrophilic, red-emitting fluorophore for use with fluorescein in dual parameter flow microfluorometric and fluorescence microscopic studies. *J. Immunol. Methods*, 50, pp. 193–204, 1982.
- 2.- J. Ancheyta, Speight, G. James, *Hydroprocessing of heavy oils and residua*. CRC Press, pp. 125, 2007.
- 3.- I. R. Mansurov, E. Z. Il'yasova, V. P. Vygovskoi, Shear Strength of Interfacial Films of Asphaltenes, *Chem. Technol. Fuels Oils*, 23, pp. 96, 1987.
- 4.- P.A. Sullivan, P. K. Kilpatrick, The Effects of Inorganic Solid Particles on Water and Crude Oil Emulsion Stability, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 41, pp. 3389-3404, 2002.
- 5.- P. Luo, Y. Gu, Effects of asphaltene content on the heavy oil viscosity at different temperatures, *Fuel*, 86, pp. 1069–1078, 2007.
- 6.- N. Batina, A. Reyna, Y. Trinidad, M.Quintana, Buenrostro E., Lira C., Andersen S., Qualitative Analysis of thin Films of Crude Oil deposits on the Metallic Substrate by FTIR-Microscopy, *Energy and Fuels*, 19, pp. 2001-2005, 2005.
- 7.- J. Pacheco, F. Álvarez, J. Martínez, Aggregate asphaltene structural models, *Petroleum Chemistry Division Preprints* 48 (2), pp. 71-73, 2003.
- 8.- S. Badrea, C. C. Goncalvesa, K. Norinagab, G. Gustavsona, O. C. Mullins, Molecular size and weight of asphaltene and asphaltene solubility fractions from coals, crude oils and bitumen, *Fuel*, 85, pp. 1–11, 2006.
- 9.- H. Groenzin, O. C. Mullins. Molecular Size and Structure of Asphaltenes from Various Sources, *Energy and Fuels*, 14, pp. 677-684, 2000.

- 10.- A. Caballero, F. Ramos, Ed. Discolar, Caracas-Venezuela, pp. 124-129, 2005.
- 11.- J. D. Ferry, Viscoelastic Properties of Polymers, New York, Wiley, 1980.
- 12.- J. H. Fuhrhop, J. Koning, Membranes and Molecular assemblies: The Synkinetic Approach, The Royal Society of Chemistry, Cambridge, pp. 281-284, 1998.
- 13.- J. S. Choi, Y. H. Choi, J. S. Park, Bull, Korean Chem. Soc., 25, pp. 1025, 2004.
- 14.- N. Díaz, Et al. Angew. Chem. Int. Ed., 44, pp. 3260-3264, 2005.
- 15.- J. D. Lloyd, In Colloid Chemistry by Alexander, J., The Chemical Catalog Co. 1, New York , pp. 767-782, 1926.
- 16.- J. H. van Esch, L. F. Ben, New Functional Materials Based on Self-Assembling Organogels: From Serendipity towards Design, Chem Int. Ed., 13, pp. 39, 2000.
- 17.- D. Derossi, K. Kajiwara, Y. Osada, A. Yamauchi, Polymer Gels: Fundamentals and Biomedical Applications, Plenum Press, New York, pp. 345, 1999.
- 18.- P. Terech, R. G. Weiss, Kinetics of 5 α -Cholestan-3 β -yl *N*-(2-Naphthyl) carbamate/*n*-Alkane, Organogel Formation and Its Influence on the Fibrillar Networks, Chem. Rev., 97, pp. 3133-3159, 1997.
- 19.- C. Shi, Z. Huang, S. Kilic, J. Xu, R. M. Enick, E. J. Becjman, A. J. Carr, R. E. Melendez, A. D. Hamilton, Science, 286, pp. 1540-1543, 1999.
- 20.- A. Aggeli, M. Bell, N. Boden, J. N. Keen, P. F. Knowles, T. C. B. McLeish, M. Pitkeathly, S. E. Radford, Nature, 386, pp. 259-262, 1997.

- 21.- J. Rakoff, Química orgánica fundamental, Limusa Noriega Editores, México, pp. 518, 2004.
- 22.- D. L. Maas, Química orgánica, Ingeniería de los materiales, ITESCAM, Octubre 2009.
- 23.- Academic, Enciclopedia en línea, 2000-2010, Disponible en: <http://www.esacademic.com/dic.nsf/eswiki/1248782>
- 24.- Y. Osada, K. Kajiwara, T. Fushimi, O. Hirasawa, Y. Hirokawa, T. Matsunaga, T. Shimomura, L. Wang, H. Ishida, Gels hand book, Vol. 1-3, Academic Press, San Diego, 2001.
- 25.- N. M. Sangeetha, U. Maitra, Supramolecular gels: Functions and uses, Chem. Soc. Rev., 34, pp. 821-836, 2005
- 26.- C. M. Dorski, F. J. Doyle, N.A. Peppas, Polym. Mater. Sci. Eng. Proc., 76, pp. 281, 1997.
- 27.- J. van Esch, F. Schoonbeek, M. de Loos, H. Kooiman, A.L. Spek, R. M. Kellogg, B. L. Feringa, Design and Application of Self-Assembled Low Molecular Weight Hydrogels, Chem, Eur, 5, pp. 937-950, J. 1999.
- 28.- K. Hanabusa, Y. Matsumoto, T. Miki, T. Koyama, H. Shirai, Organogels Formed by *N*-Benzyloxycarbonyl-*L*-alanine 4-Hexadecanoyl-2-nitrophenyl Ester and Related Compounds, J. Chem. Soc. Chem. Commun., pp. 1401-1402, 1994.
- 29.- J. van Esch, S. De Feyter, R. M. Kellogg, F. De Schryver, B.L. Feringa, Chem. Eur., 3, pp. 1238-1243, J. 1997.
- 30.- D. J. Abdallah, R. G. Weiss, *Adv. Mater.*, 12, pp. 1237, 2000.

- 31.- R. Morrison, R. Boyd, Química orgánica, Addison Wesley, 5^{ta} Ed., México, 1998.
- 32.- M. & Co., Inc. Rahway, The Merck Index, N.Y., USA, 11th Ed., pp. 9459, 1989.
- 33.- J. P. Guthrie, Hydrolysis of esters of oxy acids: pKa values for strong acids. *Can. J. Chem.*, 56, pp. 2342-2354, 1978.
- 34.- F. A. Arias, Química Orgánica, Ed. Universidad Estatal a Distancia, San José, Costarrica, pp. 125, 2006.
- 35.- I. H. Shames, Mecánica de Fluidos, Mc Graw Hill, 3^a Ed., Colombia, pp. 13, 1995.
- 36.- N. Cheymol, M. Hoff, La Microchimie, De Boeck Université, 1999.
- 37.- G. S. Lim, B. M. Jung, S. Ju Lee, H. H. Song, C. Kim, J. Y. Chang, Synthesis of Polycatenar-Type Organogelators Based on Chalcone and Study of Their Supramolecular Architectures, *Chem. Mater*, 19, pp. 460-467, 2007.
- 38.- D. A. Skoog, F. J. Heller, T. A. Niemens, Principios de Análisis Instrumental, Mc Graw Hill, 5^{ta} Ed., España, pp. 481, 2001.
- 39.- A. Carrington, A.D. McLachlan, Introduction To Magnetic Resonance, Londres: Chapman and Hall, 1967.
- 40.- J. McMurry, Química orgánica, Editorial Thompson, 6^{ta} Ed., pp. 428, 2004.
- 41.- M. Valcárcel Cases, A. Gómez Hens, Técnicas analíticas de separación, Editorial Reverté, pp. 741, 1988.
- 42.- W. Z. Zimmermann, *Anal. Chem.*, 118, pp. 258, 1939.

- 43.- D. C. Harris, Análisis químico cuantitativo, Editorial Reverté, 3ª Ed., España, pp. 692, 2007.
- 44.- Macosko, C. W., Rheology: Principles, Measurements and Applications, VCH Publishers, NewYork, 1994.
- 45.- K. Walters, Rheometry, Chapman & Hall, 1975.
- 46.- F. Barbosa, Exploración y reservas de hidrocarburos en México, Universidad Autónoma de México. 2000.
- 47.- A. S. Douglas, F. James, R. Stanley, Principios de análisis instrumental, Cengage Learning Editores, México, pp. 851, 2008.
- 48.- R. M. Silverstein, F. X. Webster, D. J. Kiemle, Identificación espectrométrica de compuestos orgánicos, John Wiley & Sons Inc., 2^{da} Ed., Estados Unidos, pp. 499. 2005.

APÉNDICES

Apéndice A

Reología

El estudio de la Reología se puede aplicar en la caracterización de gasolinas y otros tipos de hidrocarburos. Cuando hablamos del comportamiento reológico de los fluidos, nos estamos refiriendo a la manera en que estos actúan de acuerdo a las características de viscosidad y densidad que tienen cada uno de ellos; es por eso que la reología se define como la ciencia del flujo que estudia la deformación de un cuerpo sometido a esfuerzos externos.

Las propiedades mecánicas estudiadas por la reología se pueden medir mediante *reómetros*, con los que se miden y cuantifican las microestructuras - invisibles a simple vista - de materiales y fluidos y que permiten someter al material a diferentes tipos de deformaciones controladas y medir los esfuerzos o viceversa. Algunas de las propiedades reológicas más importantes son:

- ✓ Viscosidad aparente (relación entre esfuerzo de corte y velocidad de corte)
- ✓ Coeficientes de esfuerzos normales
- ✓ Viscosidad compleja (respuesta ante esfuerzos de corte oscilatorio)
- ✓ Módulo de almacenamiento y módulo de pérdidas (comportamiento visco elástico lineal)
- ✓ Funciones complejas de visco elasticidad no lineal

Los reómetros (Figura A.1), pueden ser divididos en instrumentos de control de calidad y en instrumentos para investigación y desarrollo. Los instrumentos para control de calidad son aquellos que no poseen una geometría de corte controlada, lo cual significa que la velocidad de corte no está definida. Esto significa que la viscosidad medida no es la viscosidad absoluta

la cual es una propiedad intrínseca del material independiente del tipo de instrumento utilizado para la medición.



Figura A.1 Reómetro Anton Paar MCR 301.

Los instrumentos para investigación y desarrollo poseen una geometría de corte controlada lo cual significa que la velocidad de corte puede ser controlada y variada para obtener datos de viscosidad a diferentes velocidades de corte. Las diferentes geometrías se muestran en la Figura A.2.

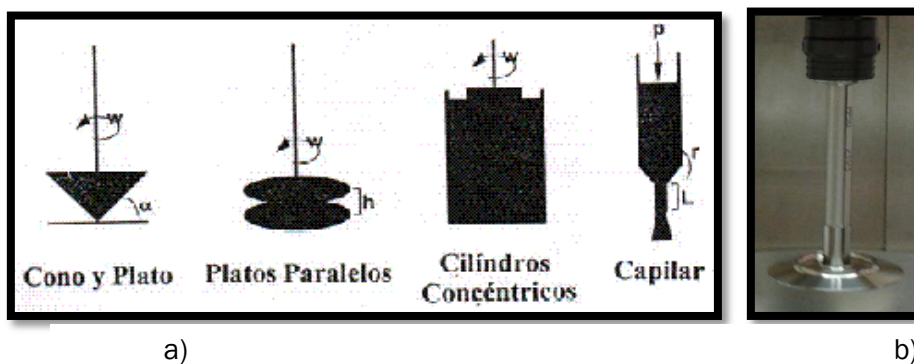


Figura A.2 a) Estructuras de geometrías para reómetro. b) Ejemplo geometría de platos.

Tabla A.1. Clasificación de reómetros.

Nombre	Geometría	Velocidad de corte (s^{-1})
Brookfield	Disco rotativo	(0.1 – 50)
Haake Physica Ferranti – Shirley Rheometries	Cono y plato Platos paralelos Cilindros concéntricos	0.1 – 20,000
Hércules	Cilindros concéntricos	1,000 – 50,000
AntonPaar ACAV Eklund	Capilar	100,000 – 2,000,000

Como se muestra en la Tabla A.1, el reómetro Brookfield es usado para baja velocidad de corte, el reómetro Haake para velocidades de corte medias y el reómetro Hércules para velocidades de corte altas. Finalmente un reómetro capilar Anton Paar se usa para velocidades de corte extremadamente altas.