

Estudio del efecto del oleato de hierro (III) en el proceso de acuatermolisis de un crudo pesado
colombiano

Jesús David Hernández Daguer

Trabajo de grado para optar por el título de Químico

Director

Daniel Molina Velasco

Doctor en Química

Codirectores

Adan Yovani León Bermúdez

Doctor en Ingeniería Química

Universidad Industrial de Santander

Facultad de Ciencias Básicas

Escuela de Química

Bucaramanga

2026

Dedicatoria

A Dios, por guiarme al lugar correcto, con las personas correctas, en el momento indicado.

A mis padres, Daira Daguer y Oscar Hernández, por creer en mí cuando ni yo mismo podía hacerlo. Por su apoyo incondicional y su infinito amor; espero llegar a ser una fracción de lo que son.

A mi hermana, Camila Hernández, mi mejor amiga y cómplice, por ser mi más grande admiración.

A mi bisabuela, Herlinda Parra, por su amor, fortaleza y ejemplo.

A Wendy Rodríguez y Haider Cristancho, por hacer de este camino más llevadero con sus ocurrencias, su amistad y cariño.

A esos amigos y familia que, sin saberlo, aportaron algo valioso a este proceso.

Jesús D. Hernández Daguer.

Agradecimientos

El autor de este trabajo expresa agradecimientos a:

A la Universidad Industrial de Santander y la Escuela de Química.

Al profesor *Ph.D. Adan Yovani León Bermúdez*, por su mentoría, confianza, sabiduría y paciencia.

Al profesor *Ph.D. Daniel Ricardo Molina Velasco*, por su conocimiento y guía en la realización de este proyecto.

A *Julián Sanabria, Jessica Suárez* y al *M. Sc. Andrey Jiménez*, por su invaluable apoyo y disposición, fundamentales para el desarrollo de este proyecto.

Al *Grupo de Investigaciones en Corrosión (GIC)*, y a su director el *Ph.D. Darío Yesid Peña Ballesteros*, por permitir la realización del proyecto en su laboratorio.

Al *laboratorio de Ciencia de Superficies* de la UIS (Surflab-UIS) por los análisis XPS.

Al *laboratorio de Resonancia Magnética Nuclear* de la UIS.

Tabla de contenido

Introducción	11
1 Objetivos	15
1.1 Objetivo general	15
1.2 Objetivos específicos	15
2 Estado del arte	16
2.1 Generalidades	16
2.2 Métodos de recobro mejorado	17
2.3 Métodos térmicos	24
2.4 Acuatermólisis	24
2.5 Acuatermólisis catalítica	18
2.6 Espectroscopía FT-IR	26
2.7 Resonancia magnética nuclear	27
2.8 Espectroscopía fotoelectrónica de rayos X	31
2.9 Análisis SARA	32
3 Metodología de la investigación	34
3.1 Oleato de hierro (III)	34
3.1.1 Caracterización del ácido oleico	34

3.1.2	Síntesis	34
3.1.3	Caracterización del oleato de hierro	36
3.2	Acuatermólisis catalítica	37
3.2.1	Diseño experimental	37
3.3	Caracterización del crudo	38
3.3.1	Viscosidad	38
3.3.2	Análisis SARA	38
3.3.3	Resonancia magnética nuclear	40
4	Resultados	41
4.1	Caracterización del ácido oleico	41
4.2	Síntesis y caracterización del oleato de hierro (III)	43
4.3	Pruebas de acuatermólisis	48
4.4	Composición SARA	54
4.5	RMN	56
5	Conclusiones	59
6	Recomendaciones	61
	Referencias bibliográficas	62

Lista de Tablas

Tabla 1. <i>Clasificación de crudos de acuerdo con sus propiedades fisicoquímicas</i>	16
Tabla 2. <i>Condiciones de reacción y resultados de algunos catalizadores</i>	20
Tabla 3. <i>Regiones y desplazamiento de los tipos de átomos de H</i>	28
Tabla 4. <i>Distribución de regiones del espectro de RMN ¹H por tipo de H</i>	30
Tabla 5. <i>Diseño experimental de las pruebas de acuatermolisis catalítica</i>	37
Tabla 6. <i>Asignación de señales a cada tipo de protón para el espectro ¹H del ácido oleico</i>	41
Tabla 7. <i>Rendimientos obtenidos para la síntesis del oleato de hierro (III)</i>	43
Tabla 8. <i>Análisis cuantitativo del oleato de hierro (III) por XPS</i>	46
Tabla 9. <i>Propiedades del crudo utilizado en las pruebas de acuatermolisis</i>	49
Tabla 10. <i>Condiciones de reacción de cada experimento</i>	50

Lista de Figuras

Figura 1. <i>Ventana de acuatermolisis.</i>	25
Figura 2. <i>Esquema del montaje usado para la síntesis del oleato de hierro (III).</i>	36
Figura 3. <i>Espectro de RMN ¹H para el ácido oleico.</i>	42
Figura 4. <i>Espectro FT-IR para el ácido oleico y el oleato de hierro (III) obtenido experimentalmente.</i>	44
Figura 5. <i>Estructura molecular del oleato de hierro (III).</i>	45
Figura 6. <i>Espectros de XPS obtenidos para el oleato de hierro (III).</i>	47
Figura 7. <i>Porcentajes de reducción de viscosidad para cada experimento.</i>	51
Figura 8. <i>Diagrama de Pareto.</i>	52
Figura 9. <i>Gráfica de efectos principales.</i>	53
Figura 10. <i>Composición SARA para cada muestra representativa.</i>	55
Figura 11. <i>Parámetros moleculares obtenidos a partir del espectro de RMN ¹H del crudo virgen (base), experimento a 1000 ppm, y experimento a 2000 ppm.</i>	56

Resumen

Título: Estudio del efecto del oleato de hierro (III) en el proceso de acuatermolisis de un crudo pesado colombiano*

Autor: Jesús David Hernández Daguer**

Palabras clave: acuatermolisis catalítica, oleato de hierro (III), crudo pesado, reducción de viscosidad, composición SARA, RMN ¹H.

Se evaluó el efecto del oleato de hierro (III) como catalizador lipofílico en el proceso de acuatermolisis de un crudo pesado colombiano originario de la cuenca del Valle del Magdalena Medio (14599 cP a 30 °C, 11,6 °API). El catalizador fue sintetizado mediante la neutralización del ácido oleico con hidróxido de sodio, seguida de una reacción de intercambio iónico con cloruro férrico, obteniendo un rendimiento promedio del 74,51%. Su caracterización fue confirmada por espectroscopía FT-IR y XPS, evidenciando un complejo coordinado en el ión férrico. Las pruebas de acuatermolisis se realizaron en un reactor tipo batch siguiendo un diseño experimental factorial 2³, evaluando el efecto de la temperatura (240 y 270 °C), el tiempo de reacción (66 y 100 h) y la concentración del catalizador (1000 y 2000 ppm). La concentración fue la variable de mayor impacto, seguida de la temperatura y el tiempo. La mayor reducción de viscosidad obtenida fue del 49,4%. Dado que el tiempo de reacción presentó un efecto despreciable sobre el porcentaje de reducción de viscosidad, se fijó en su nivel bajo (66 h) con el fin de minimizar el tiempo de proceso sin sacrificar la respuesta. Bajo esta condición y a 270 °C, se obtuvieron reducciones de viscosidad del 33.8% y 46.4% para concentraciones de 1000 y 2000 ppm respectivamente, siendo esta última la condición que maximiza la respuesta dentro del diseño experimental evaluado. El análisis SARA evidenció una reducción de 9,4% en el contenido de resinas y 0,86% en el contenido de asfaltenos, con un incremento en saturados y aromáticos, coherente con la ruptura de enlaces *C – S* y *C – O* en las fracciones pesadas. Los parámetros moleculares promedio por RMN ¹H mostraron una reducción progresiva de *n*, *r* y *fha*, describiendo un crudo estructuralmente más simple como consecuencia del tratamiento catalítico.

* Trabajo de grado

** Facultad de Ciencias Básicas. Escuela de Química. Director: Daniel Ricardo Molina Velasco. Doctor en Química. Codirector: Adan Yovani León Bermúdez. Doctor en Ingeniería Química.

Abstract

Title: Evaluation of the effect of iron (III) oleate in the catalytic aquathermolysis process of a Colombian heavy crude oil *

Author: Jesús David Hernández Daguer**

Key words: catalytic aquathermolysis, iron (III) oleate, heavy crude oil, viscosity reduction, SARA composition, ¹H NMR.

This work evaluated the effect of iron (III) oleate as a lipophilic catalyst in the aquathermolysis process of a Colombian heavy crude oil from the Middle Magdalena Valley basin (14599 cP at 30 °C, 11.6 °API). The catalyst was synthesized through the neutralization of oleic acid with sodium hydroxide, followed by an ionic exchange reaction with ferric chloride, yielding an average yield of 74.51%. Its formation was confirmed by FT-IR and XPS spectroscopy, evidencing an iron coordinated complex and the absence of residual chlorine. Aquathermolysis tests were carried out in a batch reactor following a 2³ factorial experimental design, evaluating the effect of temperature (240 and 270 °C), reaction time (66 and 100 h), and catalyst concentration (1000 and 2000 ppm). Concentration was the variable with the greatest impact, followed by temperature and reaction time. The highest viscosity reduction obtained was 49.4%. Given that the reaction time showed a negligible effect on the viscosity reduction percentage, it was fixed at its low level (66 h) to minimize process time without compromising the response. Under this condition and at 270°C, viscosity reductions of 33.8% and 46.4% were obtained for concentrations of 1000 and 2000 ppm respectively, the latter representing the condition that maximizes the response within the evaluated experimental design. SARA analysis showed a reduction of 9.4% in resins and 0.86% in asphaltenes, with an increase in saturates and aromatics, consistent with the rupture of C – S and C – O bonds in the heavy fractions. Structural parameters obtained by ¹H NMR showed a progressive reduction of *n*, *r* and *fha*, describing a structurally simpler crude oil because of the catalytic treatment.

* Thesis study

** Basic sciences faculty. Chemistry school. Director: Daniel Ricardo Molina Velasco. Ph.D. in Chemistry. Co-director: Adan Yovani León Bermúdez. Ph.D. in Chemical Engineering.

Introducción

El aumento en la demanda energética global y el sobreuso de las reservas convencionales de petróleo han llevado a la industria a enfocarse en la explotación de las reservas no convencionales, las cuales corresponden a aquellas de crudos pesados y extrapesados. Este tipo de reservas representan un 70% de las reservas en el mundo, y un 40% de las reservas presentes en Colombia. En el año 2017, el petróleo contribuyó con el 34,21% en la producción de energía total, un porcentaje mayor a cualquier otra fuente energética. Adicionalmente, se prevé que la demanda energética global crezca un 34% para el año 2050 debido a factores como la sobrepoblación y el desarrollo tecnológico (Jaseer et al., 2025; Mojica, 2010; Wu & Chen, 2019). Con el propósito de lograr disminuir esta problemática, es necesario desarrollar nuevos estudios y herramientas para el aprovechamiento de las reservas no convencionales. Sin embargo, estas conllevan desafíos de extracción debido a la alta viscosidad y la presencia de heteroátomos como el azufre, nitrógeno y oxígeno en el crudo, lo que reduce la efectividad de los métodos de recobro mejorado (EOR) tradicionales. Los crudos pesados son aquellos con API de entre 10 y 20° y sus viscosidades varían entre 100 y 10000 cP y. Los crudos extrapesados son aquellos con API menores a los 10° y tienen viscosidades superiores a los 10000 cP y. Además, la profundidad de este tipo de pozos va desde los 1640 pies hasta los 8856 pies (Gomaa et al., 2024).

Existen numerosos métodos EOR para el tratamiento y extracción de crudos con propiedades fisicoquímicas complejas, y entre los más utilizados se encuentran la inyección de agua, la inyección de gas, la inyección de fluidos calientes y la combustión *in situ*. De igual forma, la implementación de este tipo de métodos conlleva retos económicos, debido a los altos

requerimientos de energía y capital en su implementación. Además, también existen retos medioambientales, debido a la presencia de complejos de metales pesados como el hierro, vanadio y níquel, lo que requiere de equipos y protocolos en su extracción y refinación que garanticen la seguridad humana y medioambiental en su uso. Adicionalmente, estos métodos térmicos pueden generar reacciones de polimerización debido a la formación de radicales libres, las cuales forman moléculas de mayor tamaño, aumentando la viscosidad (Jaseer et al., 2025; Muraza & Galadima, 2015; Seidy-Esfahlan et al., 2024).

Entre las tecnologías alternativas se encuentra la acuatermolisis, la cual consiste en la interacción de agua caliente, calor y altas presiones con el crudo con el fin de reducir su viscosidad. Esta tecnología es prometedora debido a la composición química del crudo pesado, la cual se divide en cuatro fracciones principales: saturados, aromáticos, resinas y asfaltenos (denominada composición SARA). La presencia de estructuras aromáticas polinucleares y heteroátomos contribuyen a la poca fluidez de estos crudos, así como a su alta viscosidad y densidad. Entre los enlaces presentes, los más propensos a romperse son los enlaces $C - S$, $C - O$ y $C - N$. Esto es evidenciable en la formación de H_2S , CO_2 y H_2 después de procesos de termólisis (Hadad et al., 1998; Wu & Chen, 2019). A diferencia de otros métodos térmicos como la combustión *in situ* y la inyección de vapor, los cuales utilizan temperaturas de hasta 400 °C, las reacciones de acuatermolisis ocurren a temperaturas más bajas (entre 200 y 325 °C), lo que contribuye a reducir la demanda energética en la extracción y explotación de este tipo de crudos (Franco et al., 2025; Jaseer et al., 2025; Núñez-Méndez et al., 2021).

Los catalizadores usados en el proceso de acuatermolisis se pueden dividir en tres tipos: solubles en agua (hidrofilicos), solubles en aceite (lipofilicos) y solubles en ambos (anfifilicos). Su eficiencia, de menor a mayor, se encuentra en el orden en el que fueron mencionados. Su presencia en el proceso reduce la energía de activación de las reacciones de ruptura de los enlaces del carbono con otros átomos como el azufre o el oxígeno, lo que proporciona una mayor eficiencia en un menor rango de tiempo. Los catalizadores lipofilicos presentan una mayor ventaja en comparación a los hidrofilicos, pues su naturaleza facilita la incorporación y penetración en la fase oleosa del sistema (Galukhin et al., 2015; Jaseer et al., 2025). En el caso de los catalizadores lipofilicos con metales de transición, el ión metálico es el responsable de la actividad catalítica en las reacciones de acuatermolisis, mientras que el ligando (dependiendo de su naturaleza) es el responsable de la penetrabilidad del metal en la fase oleosa (C. Li et al., 2019).

Entre este tipo de catalizadores se encuentra el oleato de hierro (III), el cual está constituido por un centro metálico de Fe^{3+} unido a tres ligandos oleato, los cuales son derivados del ácido oleico. Este compuesto de coordinación tiene un peso molecular de 900,21 g/mol y se caracteriza por ser un líquido viscoso de color rojizo. Este candidato es prometedor en la reducción de la viscosidad de crudos pesados colombianos, pues como se menciona anteriormente, el ligando es un derivado del ácido oleico, el cual es un ácido graso presente principalmente en el aceite de oliva y el aceite de palma, siendo Colombia el mayor productor de aceite de palma en América, y el cuarto mayor productor en el mundo, por lo que la disponibilidad de la materia prima para la síntesis del catalizador es alta.

El efecto del oleato de hierro (III) ha sido evaluado en crudos extra pesados (con una viscosidad mayor a 170000 cP), mostrando reducciones de hasta un 86,1% usando un 10% p/p de catalizador respecto al crudo y una reducción del 2,6% de las fracciones pesadas (resinas y asfaltenos) usando un 8% p/p de catalizador respecto al crudo (Y.-R. Li et al., 2018).

El presente trabajo de investigación tuvo como finalidad estudiar los efectos del oleato de hierro (III) en las propiedades fisicoquímicas de un crudo pesado colombiano luego de un proceso de acuatermolisis, donde se analizó el impacto de variables como la temperatura, el tiempo y la concentración de catalizador en propiedades como su viscosidad, su composición SARA, y sus parámetros estructurales determinados por RMN ^1H . Adicionalmente, se buscó establecer un rendimiento promedio para la síntesis del catalizador, así como la caracterización de este.

1 Objetivos

1.1 Objetivo general

Sintetizar, caracterizar y evaluar el impacto del oleato de hierro (III) en las propiedades fisicoquímicas de un crudo pesado colombiano sometido a acuatermolisis catalítica.

1.2 Objetivos específicos

Sintetizar y caracterizar el oleato de hierro (III) por técnicas espectroscópicas como FT-IR y RMN.

Evaluar el cambio en las propiedades fisicoquímicas (viscosidad, composición SARA y RMN) de un crudo pesado colombiano debido al proceso de acuatermolisis catalítica en presencia del oleato de hierro (III).

2 Estado del arte

2.1 Generalidades

La clasificación de los yacimientos en convencionales y no convencionales se basa principalmente en las propiedades fisicoquímicas del crudo. También, se dice originalmente que los yacimientos no convencionales son aquellos que no pueden ser explorados, desarrollados y producidos por procesos convencionales (Pang et al., 2021). Aunque no existe una definición establecida para reservas no convencionales, algunos las definen basados en los valores de la permeabilidad, y otros por el tipo de producto. Ciertamente, estas fuentes no convencionales requieren de nuevas tecnologías para aumentar la permeabilidad de la reserva y reducir la viscosidad del fluido (Ganat, 2020). Teniendo en cuenta que las reservas no convencionales generalmente representan aquellas con crudos pesados y extra pesados, es importante definir algunas características de estos, las cuales se muestran en la **Tabla 1** (Guo et al., 2016).

Tabla 1.

Clasificación de crudos de acuerdo con sus propiedades fisicoquímicas.

	Gravedad API [°]	Viscosidad [cP]	Densidad [kg/m ³]
Crudo liviano	>22	<100	<934
Crudo pesado	10–22	>100	934–1000
Crudo extra pesado	<10	>10000	>1000

Las reservas de crudos pesados y bitumen representan aproximadamente el 70% de los depósitos de crudo del mundo, compuestos en un 15% por crudos pesados, 25% crudos extrapesados y 30% de arenas bituminosas. En Colombia, se encuentran tres cuencas principales con este tipo de crudos: la cuenca del Magdalena medio, la cuenca de los llanos y la cuenca Caguán-Putumayo. Adicionalmente, este tipo de crudos presentan un contenido de azufre mayor al 2%, el cual se encuentra presente principalmente en los asfaltenos y resinas, junto con otros heteroátomos como el oxígeno o el nitrógeno. Además, el núcleo de estas fracciones está compuesto de estructuras poliaromáticas (Oñate-Gutiérrez et al., 2020; Seidy-Esfahlan et al., 2024; Tirado et al., 2023).

2.2 Métodos de recobro mejorado

Los métodos de recuperación pueden clasificarse principalmente en primarios y secundarios. Los métodos primarios son aquellos que aprovechan la energía potencial natural del yacimiento, dependiendo únicamente de su presión natural y recurriendo en ocasiones a métodos de extracción mecánicos. El factor de recobro de los métodos primarios es de aproximadamente 0% para arenas bituminosas y crudos pesados, mientras que puede alcanzar hasta un 50% en crudos livianos con empuje hidráulico eficiente. Con el fin de extender la vida útil productiva del yacimiento, se emplean los métodos secundarios. Estos tienen como objetivo mantener la presión del yacimiento, inyectando fluidos (principalmente agua y gas) para desplazar el petróleo remanente. En crudos livianos, la recuperación secundaria puede incrementar el factor de recobro entre un 20% y 50% del petróleo original en sitio; sin embargo, en crudos pesados este incremento es

considerablemente menor, y en arenas bituminosas la recuperación secundaria no representa una mejora significativa (Ali & Thomas, 1996; Mohammadi et al., 2024).

Los métodos terciarios o métodos de recobro mejorado tienen como propósito extraer hidrocarburos más allá de las capacidades de los métodos primarios y secundarios, algunas de las cuales han demostrado viabilidad económica bajo condiciones favorables. Estos métodos se dividen principalmente en térmicos y no térmicos, desglosándose en otras categorías según corresponda.

2.3 Acuatermolisis catalítica

La acuatermolisis catalítica consiste en el uso de catalizadores de diferentes tipos en los procesos de acuatermolisis con el fin de obtener mayores reducciones de viscosidad en los crudos, con menos requerimientos energéticos y de tiempo en comparación a la acuatermolisis no catalítica u otros métodos térmicos. De acuerdo con Muraza & Galadima (2015), su implementación se documenta a partir de 1982, reportando las interacciones entre el crudo y los minerales presentes en el yacimiento, donde inicialmente se evidenciaron aumentos en la viscosidad por la formación de heteroátomos radicales, generando reacciones de polimerización.

Los catalizadores se pueden dividir en dos categorías principales: homogéneos y heterogéneos. Brevemente, los catalizadores homogéneos son aquellos que se encuentran en la misma fase que el crudo, mientras que los heterogéneos son los que se encuentran en una fase diferente a la del crudo. El presente documento se enfoca en catalizadores homogéneos debido a su fácil preparación e implementación (Maity et al., 2010; Thangaraj & Lee, 2024).

Los catalizadores homogéneos también se pueden dividir en diversos tipos según su naturaleza y composición química. Entre estos se encuentran los solubles en agua (generalmente sales inorgánicas de metales de transición), los cuales son fáciles de implementar en campo debido a que no requieren infraestructura adicional a la utilizada en procesos de acuatermolisis no catalítica. Sin embargo, presentan limitaciones de acuerdo con la cantidad de agua introducida en la reacción (Gao et al., 2025; C. Li et al., 2019).

Por otro lado, los catalizadores solubles en aceite presentan un contacto más homogéneo con la fase oleosa, potenciando su efectividad. Su comportamiento y resultados dependen de su composición, donde se busca que el catalizador esté formado por un ligando que proporcione el fácil acceso del ión metálico en la fase oleosa. Entre este tipo de catalizadores se encuentran los sulfonatos y carboxilatos de metales de transición (MT). Las ecuaciones 2 y 3 muestran la fórmula general de dichos compuestos, respectivamente.



La Tabla 2 muestra los resultados de algunos catalizadores usados en estudios previos.

Tabla 2.*Condiciones de reacción y resultados de algunos catalizadores.*

Catalizador	Características del crudo	Reducción de la viscosidad	Condiciones en las que se usó
2-etilhexanoato de Co (II)	0,9689 g·cm ⁻³ (20 °C) 3716 cP (50 °C) Saturados 24,32% p/p Resinas 30,27% p/p Asfaltenos 8,52% p/p Azufre 0,56% p/p	67,79%	W/O 0,25 0,1% p/p (crudo) catalizador 280 °C 24 h N ₂ 8-10 MPa
Sulfonato de Cu (II) (ligando: ácido dibencenosulfónico)	0,9915 kg·m ⁻³ (20 °C) 178000 cP (70 °C) Saturados 18,82% p/p Aromáticos 25,77% p/p Resinas 31,27% p/p Asfaltenos 24,14% p/p Azufre (Ar) 2,557% (R) 1,898% (As) 2,596% p/p	81,47%	W/O 0,25 0,3% p/p (crudo) catalizador 240 °C 24 h pH 7-8

Catalizador	Características del crudo	Reducción de la viscosidad	Condiciones en las que se usó
Sulfonato de Fe (III) (ligando: algún ácido sulfónico aromático)	28867 cP (50 °C) Saturados 26,97% p/p Aromáticos 14,12% p/p Resinas 40,86% p/p Asfaltenos 18,05 Azufre (R y As) 0,38% p/	90,66%	W/O 3/7 0,16% p/p (crudo) catalizador 200 °C 24 h N ₂ 3-7 MPa
Sulfonato de Fe (III) y Cu (II) (ligando: ácido p-toluenosulfónico)	180000 cP (50 °C) Saturados 16,79% p/p Aromáticos 25,23% p/p Resinas 32,70% p/p Asfaltenos 25,28% p/p Azufre (R) 2% p/p (As) 2,624% p/p	92,63% (Cu ²⁺) 86,05% (Fe ³⁺)	W/O 3/7 0,2% p/p (crudo) catalizador Cu 0,28% p/p (crudo) catalizador Fe 200 °C 24 h N ₂ 3-6 MPa
Oleato de Fe (II)	25306 cP (50 °C) Saturados 31,9% p/p Aromáticos 19,3% p/p Resinas 43,8% p/p Asfaltenos 5% p/p Azufre 0,28% p/p	~75%	3% p/p (crudo) catalizador 200 °C 24 h

Catalizador	Características del crudo	Reducción de la viscosidad	Condiciones en las que se usó
Oleato de Fe (III)	172400 cP 0,9834 g·cm ⁻³ Saturados 31,1% p/p Aromáticos 32,7% p/p Resinas 32,7% p/p Asfaltenos 3,5% p/p Azufre 2,59% p/p	82,7%	W/O 0,12 8% p/p (crudo) catalizador 200 °C 24 h
Oleato de Cu (II)	2073 cP 0,974 cm·cm ⁻³ Saturados 28,79% p/p Aromáticos 44,32% p/p Resinas 20,98% p/p Asfaltenos 5,91% p/p Azufre 4,61%	–	W/O 3/7 2% p/p (crudo) catalizador 250-300 °C 72 h

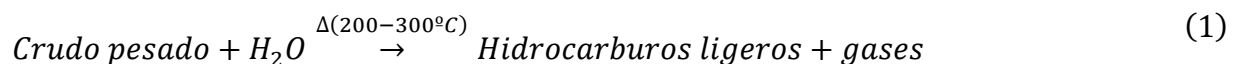
Nota: Adaptado de Thangaraj & Lee (2024). Recent progress in catalytic Aquathermolysis of heavy oils y C. Li et al. (2019). Advances on the transition-metal based catalyst of Aquathermolysis upgrading of heavy crude oil.

2.4 Métodos térmicos

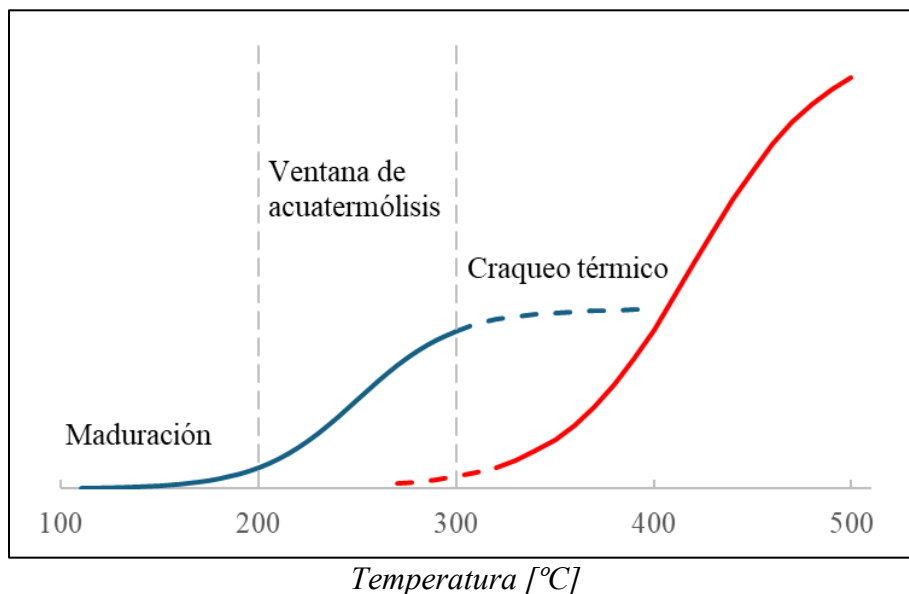
Los métodos térmicos se basan en la transferencia de temperatura con el fin de reducir la viscosidad del crudo pesado y aumentar así la producción del yacimiento. Esta transferencia de temperatura se da a partir de diferentes fuentes, entre las que se encuentran principalmente la inyección de agua caliente y vapor, combustión *in situ*, estimulación de vapor cíclica, etc. Aunque estos métodos son sumamente efectivos presentan peligros medioambientales debido al aumento en las emisiones de CO₂ y un alto consumo de agua. Adicionalmente, los métodos térmicos provocan cambios irreversibles en el yacimiento, por lo que es importante estudiar la idoneidad de la aplicación de estos según las condiciones y la naturaleza del yacimiento.

2.5 Acuatermolisis

La acuatermolisis es un método de recobro térmico que se basa en la transferencia de temperatura con el fin de reducir la viscosidad del crudo a través de reacciones en la estructura química del crudo, las cuales son asistidas por agua caliente en cualquier fase en el crudo bajo condiciones de yacimiento. Estas reacciones son numerosas y ocurren en un rango amplio de temperaturas dependiendo de la fuerza del enlace químico que se ruptura. Un esquema general de la reacción de acuatermolisis se muestra a continuación:



La acuatermolisis tiene una ventana de temperatura relativamente estrecha entre los 200 y los 325 °C, solapándose a las reacciones de craqueo térmico, las cuales suceden alrededor de esta temperatura en la ausencia de agua (Hyne, J. 1986). En la Figura 1 se evidencia la ventana de acuatermolisis.

Figura 1.*Ventana de acuatermólisis.*

Nota: Adaptado de Hyne (1986). Aquathermolysis: a synopsis of work on the chemical reaction between water (steam) and heavy oil sands during simulated steam stimulation. AOSTRA Publication Series, (no 50).

Diversos estudios establecen que la ruptura de enlaces $C - S$ es la principal causa de la reducción de viscosidad de los crudos pesados, a través de procesos de hidrodesulfuración de asfaltenos y resinas. Sin embargo, también se han evidenciado compuestos con oxígeno y nitrógeno en productos resultantes de la acuatermólisis, lo que podría indicar la ruptura de enlaces $C - N$ y $C - O$, dando como resultado hidrocarburos de bajo peso molecular, H_2S , CO_2 , H_2 y CH_4 (Félix et al., 2023; Muraza & Galadima, 2015).

De acuerdo con Tian et al. (2026), la acuatermólisis en ausencia de catalizadores o agentes externos (como donantes de hidrógeno) presenta reducciones de viscosidad de 9 – 12% en crudo

proveniente de Karamay, China. Por otro lado, Sanabria et al. (2025) reporta reducciones de viscosidad en crudos pesados colombianos provenientes de la cuenca Valle Medio del Magdalena del 40% en procesos de acuatermolisis realizados a 270 °C e incrementos del 70% en la viscosidad del crudo cuando el proceso se realiza a 220 °C en tiempos de reacción de 66 h. Sin embargo, otros autores (Maity et al., 2010) reportan reducciones de tan solo 4% en crudos pesados con tiempos y temperaturas de reacción de 24 h y 240 °C respectivamente. Aunque la reducción de la viscosidad en los estudios mencionados previamente varía por factores como la composición del crudo y las condiciones de la reacción de acuatermolisis, es posible afirmar que la ausencia de catalizadores o agentes externos en la reacción limita los cambios en la composición del crudo (la transformación de fracciones pesadas en fracciones ligeras) y, por ende, los cambios en la viscosidad.

2.6 Espectroscopía FT-IR

La espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FT-IR, por sus siglas en inglés) es una técnica analítica que permite identificar grupos funcionales presentes en una muestra a partir de la absorción de radiación infrarroja. Cuando una molécula absorbe este tipo de radiación, sus enlaces experimentan vibraciones características, cuyas frecuencias dependen de la naturaleza de los átomos y del entorno químico en el que se encuentran. El resultado es un espectro de absorción que actúa como una huella digital molecular de la muestra. En la caracterización de compuestos de coordinación metal-carboxilato, el FT-IR es especialmente útil para confirmar la formación del enlace entre el ligando y el centro metálico. La diferencia de frecuencia (Δ_f) entre las vibraciones asimétricas y simétricas del grupo carboxilato permite determinar el modo de coordinación del ligando al metal, distinguiendo entre coordinación monodentada, bidentada quelante e interacciones iónicas (Palchoudhury et al., 2011).

2.7 Resonancia Magnética Nuclear

La resonancia Magnética Nuclear (RMN) es una técnica espectroscópica que se basa en la interacción entre núcleos atómicos con espín diferente de cero y un campo magnético externo. Cuando estos núcleos se someten a radiación electromagnética en la región de radiofrecuencias, absorben energía y experimentan transiciones entre niveles de energía, generando una señal que es característica del entorno químico de cada núcleo. Los isótopos más utilizados en la caracterización de compuestos orgánicos son el ^1H y el ^{13}C , cuyos desplazamientos químicos (expresados en ppm respecto a una referencia interna, generalmente el tetrametilsilano) permiten identificar los tipos de protones o carbonos presentes en una molécula, así como su entorno electrónico inmediato (Magritek, 2018).

En el contexto de la caracterización de ácidos grasos y sus derivados metálicos, la RMN de ^1H es especialmente útil para confirmar la identidad del compuesto a partir de señales características. La formación del complejo metálico conlleva cambios en los desplazamientos químicos de las señales cercanas al grupo carboxilato, lo que permite verificar la coordinación del metal con el ligando (Y.-R. Li et al., 2018).

A partir de los espectros de ^1H obtenidos, se pueden calcular tres parámetros estructurales: la fracción de hidrógenos aromáticos (fha), la longitud promedio de las cadenas alifáticas (n) y el grado de ramificación (r), siguiendo la metodología reportada por León (2019) haciendo uso de las regiones de los tipos de hidrógeno mostradas en la Tabla 3 y las ecuaciones 4, 5 y 6 para cada parámetro respectivamente.

$$n = \frac{H_{\alpha} + H_{\beta} + H_{\gamma}}{H_{\alpha}} \quad (4)$$

$$r = \left[0,25 \left(4,12 + \frac{H_{\gamma}}{H_{\beta}} \right) - 1 \right] \left[\frac{n - 1}{2} \right] \quad (5)$$

$$f_a = \frac{H_{ar}}{H_{ar} + H_{al}} \quad (6)$$

$$H_{al} = H_{\alpha} + H_{\beta} + H_{\gamma} \quad (7)$$

Tabla 3.

Regiones y desplazamiento de los tipos de átomos de H.

Tipo de H	Definición	Desplazamiento
H_{α}	Átomo de H α de cadenas alquílicas en anillos aromáticos	0,5 – 1,0
H_{β}	Átomo de H β de cadenas alquílicas en anillos aromáticos	1,0 – 1,9
H_{γ}	Átomo de H del grupo metil (CH ₃) terminal de cadenas alquílicas en anillos aromáticos	1,9 – 4,5
H_{ar}	Átomos de H aromáticos	6,0 – 9,0
H_m	Átomos de H en mono-aromáticos	6,0 – 7,2
H_{D-M}	Átomos de H en di-tetra aromáticos	7,2 – 9,0
R_{CH_2}	Átomos de H en carbonos CH ₂ (puentes CH ₂ entre anillos aromáticos)	3,5 – 4,5

Nota: Tomado de (P. León, 2019). Efecto del uso de catalizadores sobre la recuperación mejorada de crudos pesados en procesos de inyección de vapor. Universidad Industrial de Santander.

La Tabla 4 (P. A. León et al., 2022) muestra una clasificación más detallada para cada tipo de átomo de H (específicamente doce tipos diferentes), que se separa en cuatro grupos principales, con el fin de aplicar las ecuaciones 4, 5 y 6 para obtener los parámetros. Esta separación es de acuerdo con los desplazamientos químicos: de 0 – 1,0 para H_γ , de 1,0 – 1,9 para H_β , de 1,9 – 4,5 para H_α , y de 6,0 – 9,3 para H_{ar} .

Tabla 4.

Distribución de regiones del espectro de RMN ¹H por tipo de H.

Desplazamiento químico [ppm]	Nomenclatura	Tipo de H
0,5 – 1,0	H1	γ CH_3 de parafinas, hidrógenos parafínicos, algunos nafténicos y CH_2
1,0 – 1,7	H2	β CH_2 , y algunos β CH ; hidrógenos parafínicos β aromáticos
1,7 – 1,9	H3	CH y CH_2 de naftenos; primordialmente β CH y β CH_2 a sistemas aromáticos
1,9 – 2,1	H4	α CH_2 de olefinas
2,1 – 2,4	H5	α CH_3 a carbonos aromáticos
2,4 – 3,5	H6	α CH y α CH_2 a carbonos aromáticos
3,5 – 4,5	H7	Puente CH_2 o CH
4,5 – 6,0	H8	CH y CH_2 de olefinas
6,0 – 7,2	H9	CH de anillos mono-aromáticos
7,2 – 8,3	H10	Di-aromáticos, algunos tri- y tetra-aromáticos
8,3 – 8,9	H11	Algunos tri- y tetra-aromáticos
8,9 – 9,3	H12	Algunos tetra-aromáticos

Nota: Tomado de León et al., (2022). Catalytic upgrading evaluation under steam injection conditions with spectroscopy ¹H-NMR.

2.8 Espectroscopía fotoelectrónica de rayos X

La espectroscopía fotoelectrónica de rayos X (XPS, por sus siglas en inglés *X-ray Photoelectron Spectroscopy*) es una técnica de análisis superficial que se basa en el efecto fotoeléctrico: al irradiar una muestra con fotones de rayos X de energía conocida, se emiten electrones desde los niveles internos de los átomos presentes en la superficie. La energía cinética de estos fotoelectrones es medida por el espectrómetro y, a partir de ella, se calcula la energía de enlace de cada electrón, la cual es característica de cada elemento y de su estado de oxidación. La técnica es sensible a los primeros 5–10 nm de profundidad de la muestra, lo que la hace particularmente adecuada para el análisis de materiales en forma de película, polvo o superficie sólida (Palchoudhury et al., 2011).

Una de las aplicaciones más relevantes del XPS en la caracterización de catalizadores basados en metales de transición es la identificación del estado de oxidación del metal. En el caso del hierro, los espectros de alta resolución de la región Fe 2p presentan un desdoblamiento spin-órbita que genera dos contribuciones principales: Fe 2p_{3/2} y Fe 2p_{1/2}. La correcta interpretación de estos picos requiere considerar el desdoblamiento multiplete, cuya magnitud e intensidad relativa varían según el carácter iónico del enlace hierro-ligando (Grosvenor et al., 2004). Para el oleato de hierro (III), la presencia de Fe³⁺ se confirma por la posición del pico Fe 2p_{3/2} alrededor de 711–712 eV y por el pico satélite a ~719 eV, típico de compuestos de Fe(III) de alto espín (Y.-R. Li et al., 2018).

El XPS también brinda información valiosa sobre el entorno de coordinación del oxígeno en los grupos carboxilato. Las señales de la región O 1s permiten identificar los oxígenos coordinados al metal (~531 eV) y distinguirlos de oxígenos pertenecientes a grupos hidroxilo o

ácidos carboxílicos libres (~ 533 eV), lo que complementa la información obtenida por FT-IR sobre el modo de coordinación del ligando al centro metálico. Este tipo de análisis ha sido aplicado en compuestos de coordinación metal-carboxilato análogos al oleato, como los oxalatos de metales de transición, donde la asignación de los picos C 1s y O 1s sigue los mismos principios de interpretación (Chenakin & Kruse, 2020; Palchoudhury et al., 2011).

2.9 Análisis SARA

El análisis SARA es una técnica de fraccionamiento cromatográfico que permite separar y cuantificar las cuatro fracciones principales presentes en un crudo: saturados, aromáticos, resinas y asfaltenos. Esta clasificación está basada en la solubilidad diferencial y la polaridad de cada fracción. Los saturados comprenden alcanos lineales, ramificados y cicloalcanos, y constituyen la fracción de menor polaridad. Los aromáticos contienen uno o más anillos bencénicos en su estructura. Las resinas son compuestos polares de alto peso molecular con heteroátomos como nitrógeno, oxígeno y azufre, mientras que los asfaltenos representan la fracción de mayor peso molecular y polaridad, insoluble en alcanos de bajo peso molecular como el n-heptano, pero soluble en tolueno (Guo et al., 2016; Oñate-Gutiérrez et al., 2020).

La composición SARA tiene una relación directa con las propiedades fisicoquímicas del crudo, en particular con su viscosidad y densidad. Los crudos pesados y extrapesados se caracterizan por tener altos contenidos de resinas y asfaltenos, los cuales forman estructuras supramoleculares jerárquicas (nanoagregados y clústeres, dependiendo de la concentración) que incrementan la viscosidad del sistema. Los asfaltenos, particularmente, presentan núcleos poliaromáticos con cadenas alifáticas periféricas y una elevada concentración de heteroátomos, lo

que contribuye tanto a su alta viscosidad como a su tendencia a la agregación y precipitación (Seidy-Esfahlan et al., 2024; Tirado et al., 2023).

En el contexto de la acuatermolisis catalítica, el análisis SARA se emplea para evaluar el grado de *upgrading* del crudo, es decir, la transformación de fracciones pesadas (resinas y asfaltenos) en fracciones más ligeras (saturados y aromáticos) como resultado del proceso. Una reducción en el contenido de asfaltenos y resinas, acompañada de un incremento en saturados y aromáticos, es indicativa de la ruptura de enlaces $C - S$, $C - N$ y $C - O$ en las estructuras más pesadas del crudo, lo que se traduce directamente en una disminución de la viscosidad (Muraza & Galadima, 2015; Wu & Chen, 2019).

3 Metodología de la investigación

3.1 Oleato de hierro (III)

3.1.1 Caracterización del ácido oleico

Con el fin de confirmar la identidad del ácido oleico utilizado como materia prima en la síntesis del catalizador, se realizaron análisis de espectroscopía FT-IR y RMN de ^1H . El equipo utilizado para los análisis de FT-IR fue un espectrómetro Thermo Fisher Scientific con un acoplamiento ATR, usando el software OMNIC Paradigm en la adquisición y visualización de los datos. Su identificación se confirma por comparación con la librería de espectros ATR-IR de Sigma Aldrich incluida en el software.

El espectro de RMN de ^1H fue adquirido en un equipo Bruker Avance III de 9,4 T y 400 MHz, usando cloroformo deuterado (CDCl_3) como solvente y tetrametilsilano (TMS) como referencia interna (0 ppm). La asignación de las señales obtenidas se realizó con base en los desplazamientos químicos reportados en la literatura para el ácido oleico (Magritek, 2018).

3.1.2 Síntesis

Para la síntesis del oleato de hierro (III) se siguió una metodología similar a la propuesta por estudios anteriores (Ullrich et al., 2022). Brevemente, se agregó ácido oléico (Á. Ol.) a un balón de tres bocas, agregando una solución de hidróxido de sodio (NaOH) 1 M gota a gota, en una relación 3:1. Posteriormente, y en otro recipiente, se preparó una solución saturada de entre 3 a 5 g de cloruro férrico anhidro (FeCl_3) en agua destilada. Esta solución fue agregada lentamente al balón, con agitación constante. La reacción fue llevada a cabo en una atmósfera inerte de nitrógeno gaseoso (N_2), a 60 °C, y reflujo constante por cuatro horas. La Figura 2 muestra el esquema general del montaje usado para la síntesis. Una vez terminada la reacción, se dejó enfriar

a temperatura ambiente y se procedió a llevar el producto a un embudo de decantación, con el fin de separar la fase acuosa de la fase oleosa, realizando tres lavados con 20 mL de agua destilada. Posteriormente, y para facilitar la extracción de la fase oleosa, se agregaron 10 mL de *n*-heptano, que se extraen posteriormente en un rotovaporador IKA RV 10 digital por cuatro horas. La síntesis se divide en dos pasos: el primer paso es la neutralización del ácido oleico con hidróxido de sodio con el fin de obtener un oleato de sodio. El segundo paso consiste en la formación del oleato de hierro (III) agregando la sal de sodio en una solución de cloruro férrico como se muestra en las ecuaciones 4 y 5.

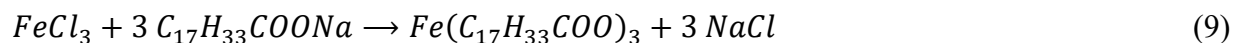
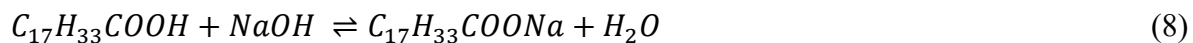
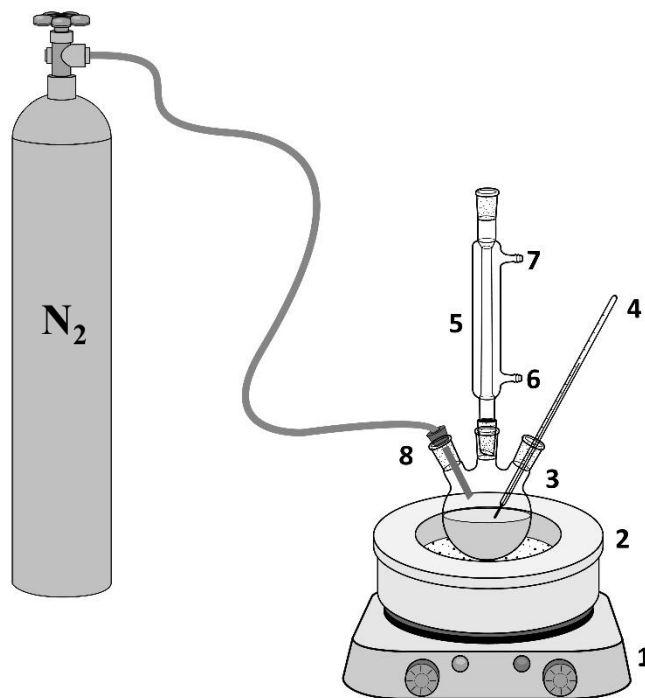


Figura 2.

Esquema del montaje usado para la síntesis del oleato de hierro (III).



Nota: (1) Plancha de calentamiento. (2) Baño de arena. (3) Balón de tres bocas de fondo redondo. (4) Termómetro. (5) Condensador. (6) Entrada del agua. (7) Salida del agua. (8) Entrada de nitrógeno.

3.1.3 Caracterización del oleato de hierro

La caracterización del oleato de hierro (III) sintetizado se llevó a cabo mediante espectroscopía FT-IR y espectroscopía fotoelectrónica de rayos X (XPS). El espectro FT-IR fue obtenido en las mismas condiciones descritas en la sección 3.1.1, con el fin de identificar las bandas características del carboxilato metálico y determinar el modo de coordinación del ligando oleato al centro metálico a partir de la diferencia de frecuencia (Δ) entre las vibraciones asimétricas y simétricas del grupo carboxilato.

Los análisis XPS fueron realizados en la Universidad Industrial de Santander usando la plataforma de caracterización de superficies XPS/ISS/UPS construida por SPECS (Alemania). Se empleó una fuente de rayos X Al K α monocromática operada a 200 W, con una energía de paso de 100 eV para los espectros generales y de 20 eV para los espectros de alta resolución.

3.2 Acuatermolisis catalítica

3.2.1 *Diseño experimental*

Para las pruebas de acuatermolisis catalítica se realizó un diseño experimental factorial 2³, en donde las variables independientes son el tiempo de reacción, la concentración del catalizador y la temperatura. Las variables y los niveles se muestran en la Tabla 5.

Tabla 5.

Diseño experimental de las pruebas de acuatermolisis catalítica.

Variable	Nivel	
	-1	+1
Temperatura [°C]	240	270
Tiempo de reacción [h]	66	100
Concentración del catalizador [ppm]	1000	2000

El montaje consta de un reactor tipo batch AISI 316 Swagelok de 168 cm³ el cual consta de una base cilíndrica con un diámetro interno de 3,8 cm y una tapa con roscado interno. Las

pruebas son llevadas a cabo con 25 g de crudo pesado colombiano proveniente de la cuenca Valle del Magdalena Medio de 11,6 °API. La relación crudo/agua utilizada en las pruebas es 2:1.

Con el fin de garantizar un medio de reacción hermético se sitúa un sello de grafito entre la tapa y la base del reactor. Adicionalmente, se aplica un sellador lubricante de la marca Loctite LB 8008 en las roscas de este.

Transcurrido el tiempo de reacción, se enfrió el reactor a temperatura ambiente con el fin de separar las fase oleosa de la acuosa, realizando una separación mecánica en una centrífuga Hettich EBA 21 a 5000 rpm por 15 minutos y, posteriormente, una separación térmica en una estufa Memmert UN110 a 60 °C por 15 minutos, repitiendo el proceso tres veces. Se extrajo la fase oleosa en frascos ámbar con el fin de preservar la muestra.

3.3 Caracterización del crudo

3.3.1 Viscosidad

La viscosidad fue medida en un viscosímetro Lamy Rheology First Pro Plus usando 8 g del crudo tratado y medido a 30 °C, 45 °C y 60 °C. El equipo cuenta con un rango de torque de 0,5 a 13 mN·m y velocidades entre 0,3 y 300 rpm. El procedimiento que se llevó a cabo siguiendo la norma ASTM D2196. Acoplado al viscosímetro se usa una unidad refrigerante de marca VWR, la cual ayuda a mantener la temperatura constante recirculando un fluido por todo el sistema.

3.3.2 Análisis SARA

Con el fin de separar los saturados, aromáticos, resinas y asfaltenos presentes en el crudo, se siguieron las normas ASTM de acuerdo con la fracción que corresponda.

Para la separación de asfaltenos se siguió el procedimiento similar al descrito en la norma ASTM D6560-22, la cual propone agregar 40 mL de *n*-heptano por cada 1 g de muestra en un balón para crudos con un porcentaje de asfaltenos menor al 25% m/m. Se lleva a reflujo por 60 min y posteriormente se deja enfriar a temperatura ambiente, para luego tapar el balón y dejarlo reposar entre 90 y 150 minutos en un lugar oscuro. Posteriormente, el contenido en el balón es filtrado al vacío, realizando lavados con heptano caliente. El papel filtro es posteriormente sometido a extracción Soxhlet, utilizando *n*-heptano como solvente, con el fin de eliminar cualquier traza de maltenos presente. El tiempo de extracción no puede ser menor a 60 min. En este caso, la extracción fue llevada a cabo durante aproximadamente 24 horas. Una vez realizado esto, el papel filtro es secado a 110 °C durante 12 horas y finalmente pesado, con el fin de determinar la cantidad de asfaltenos presentes en la muestra.

Para la separación de las demás fracciones (SAR) se siguió una metodología similar a la propuesta en la norma ASTM D2007. En esta, se tomó el filtrado de la separación de asfaltenos, y se eliminó el *n*-heptano por roto-evaporación. se realizó cromatografía en columna abierta con solventes de diferente polaridad con el fin de separar saturados, aromáticos y resinas. El montaje consistió en montar una columna sobre la otra, agregando fibra de vidrio (aproximadamente 1 cm de altura) al final de cada columna. En la columna inferior (columna #1) se introdujeron primero 8 – 9 g de gel de sílice, seguidos de 8 – 9 g de alúmina. En la columna superior (columna #2) se introdujeron 8 – 9 g de florisil (silicato de magnesio).

Posteriormente, se humedecieron las columnas con *n*-heptano, evitando en todo momento que la altura de la fase móvil fuera inferior a dos dedos de altura en cualquiera de las columnas. Una vez realizado esto, se disolvieron los maltenos usando aproximadamente 150 mL de *n*-heptano

y se introdujeron lentamente a la columna. Una vez se recuperaron aproximadamente 175 mL de *n*-heptano, las columnas fueron separadas y la fracción marcada como saturados.

Separadas las columnas, se extrajeron los aromáticos usando 10 mL de diclorometano y 10 mL de una solución de diclorometano:metanol (70:30 v/v) en la columna con florisil (columna #2). Para extraer los aromáticos de la columna con alúmina, se usaron 100 mL de una solución de diclorometano:metanol (70:30 v/v). Por último, para extraer las resinas, se usó una solución tolueno:metanol (70:30 v/v) en la columna con florisil (columna #2).

Cada fracción fue roto-evaporada con el fin de eliminar los solventes y pesada para obtener la composición SARA de cada crudo.

3.3.3 Resonancia Magnética Nuclear

Los espectros de RMN de ^1H del crudo pesado colombiano fueron adquiridos en el equipo Bruker Avance III de 9,4 T y 400 MHz, bajo las mismas condiciones instrumentales descritas en la sección 3.1.1, usando cloroformo deuterado (CDCl_3) como solvente y tetrametilsilano (TMS) como referencia interna (0 ppm). Los análisis se realizaron sobre el crudo virgen y las muestras seleccionadas luego del proceso de acuatermólisis, con el fin de evaluar los cambios en la estructura molecular del crudo antes y después del tratamiento catalítico.

4 Resultados

4.1 Caracterización del ácido oleico

La Figura 3 muestra el espectro de RMN de ^1H para el ácido oleico comercial utilizado en la síntesis. La asignación de las señales a cada tipo de protón se muestra en la Tabla 6. La ausencia de la señal asignada al protón carboxílico no es visible, lo cual es característico de ácidos carboxílicos en CDCl_3 . Esto se debe al intercambio del protón ácido con trazas de agua residual del solvente, lo que provoca un ensanchamiento extremo de la señal, lo que la hace imperceptible. (Magritek, 2018; Mavlanov et al., 2026)

Tabla 6.

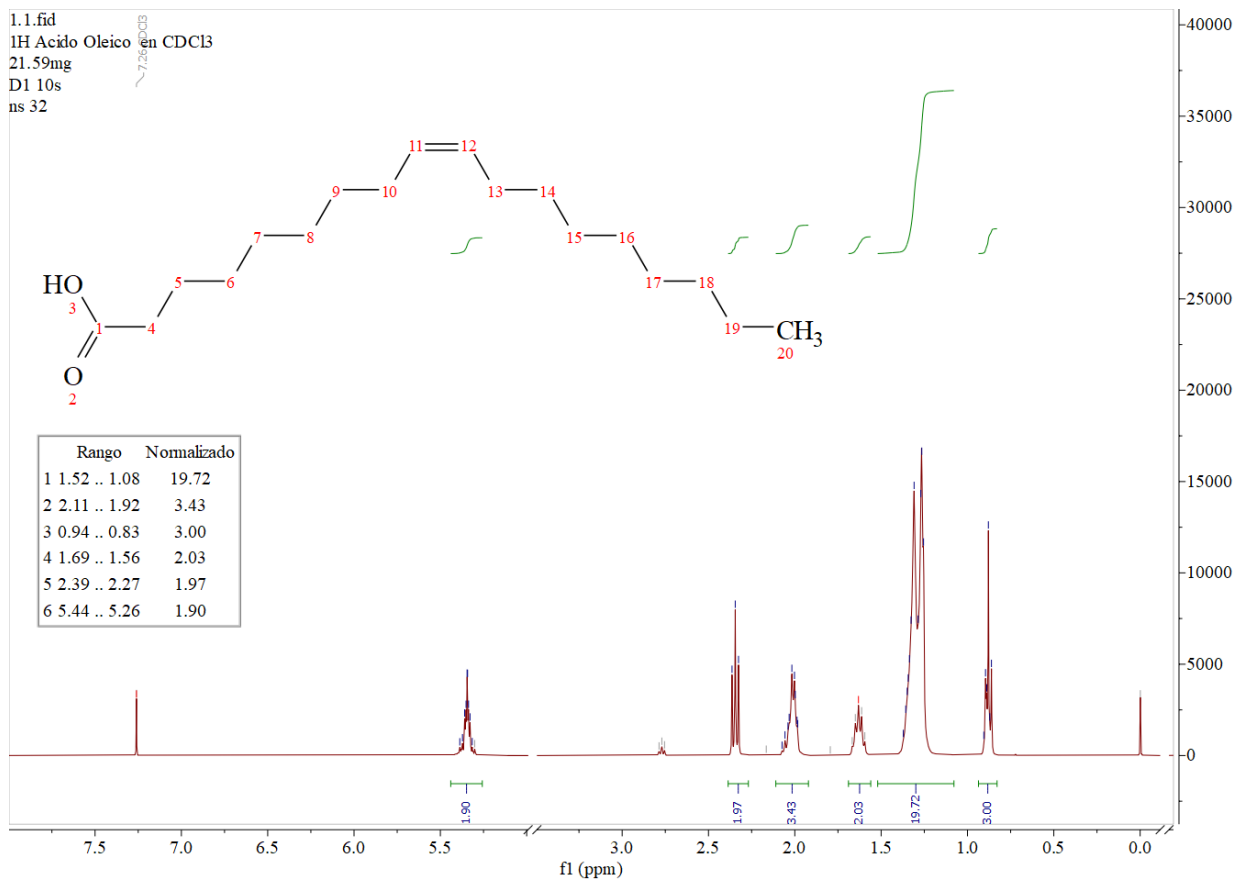
Asignación de señales a cada tipo de protón para el espectro ^1H del ácido oleico.

Tipo de protón	Señal [ppm]
Protón terminal metílico	~ 0,85
Protones olefínicos	~ 5,4
Protones metilénicos alílicos	~ 2
Protones metilénicos α	~ 2,3
Protones metilénicos β	~ 1,6
Protones metilénicos saturados	~ 1,2 – 1.4

Nota: Adaptado de Maylanov et al. (2026). Validation of benchtop NMR-based quantification of saturated, monounsaturated, and polyunsaturated fatty acids in edible oils,

Figura 3.

Espectro de RMN 1H para el ácido oleico.



La Figura 4 muestra el espectro FT-IR para el ácido oleico usado en la síntesis del oleato de hierro (III). De acuerdo con el software OMNIC Paradigm de Thermo-fisher Scientific, el ácido oleico utilizado arrojó una coincidencia del 98,68% con un ácido oleico de grado técnico al 90% en la librería de ATR-IR de Sigma Aldrich. Adicionalmente, la Figura 4 también muestra el espectro FT-IR del producto obtenido en las síntesis del catalizador. Este espectro es similar al obtenido por (Y.-R. Li et al., 2018).

4.2 Síntesis y caracterización del oleato de hierro (III)

En la Tabla 7 se muestra el rendimiento obtenido para las 3 síntesis realizadas. A partir de estas, se obtiene un rendimiento promedio de 74,51%. Es importante resaltar que la variabilidad en el rendimiento de la reacción se ve afectado por la naturaleza del oleato de hierro (III) y su alta viscosidad, lo que dificulta la separación de las fases oleosa y acuosa, adhiriéndose a las paredes del material donde se realiza la síntesis.

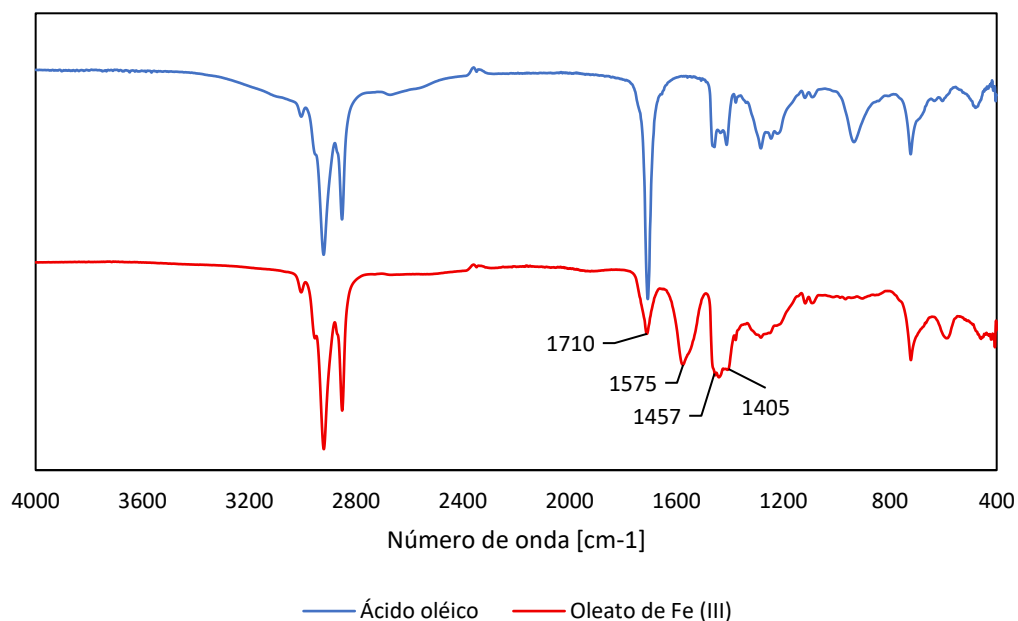
Tabla 7.

Rendimientos obtenidos para la síntesis del oleato de hierro (III).

Síntesis	Oleato de Fe (III)		Rendimiento [%]
	Teórico [g]	Experimental [g]	
1	27,77	18,82	67,77
2	16,68	11,43	68,52
3	27,77	24,23	87,26

Figura 4.

Espectro FT-IR para el ácido oleico y el oleato de hierro (III) obtenido experimentalmente.



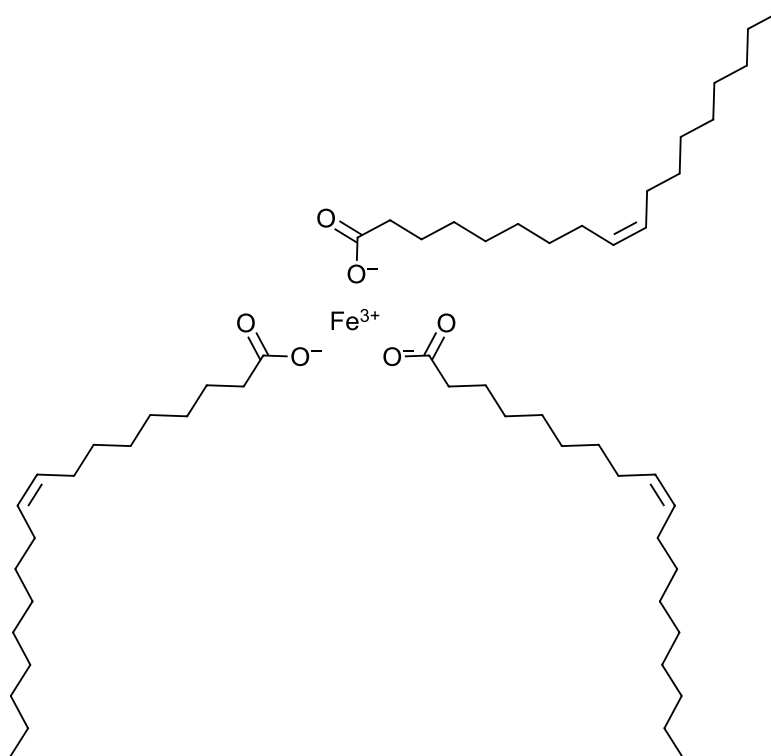
En la Figura 4 se puede observar que el oleato de hierro (III) muestra unas señales características en 1710 cm^{-1} , 1575 cm^{-1} , 1457 cm^{-1} y 1405 cm^{-1} . De acuerdo con estudios anteriores, (Y.-R. Li et al., 2018) establecen que estas señales son características de los carboxilatos metálicos y sus estiramientos antisimétricos ($1610 - 1540\text{ cm}^{-1}$) y simétricos ($1464 - 1360\text{ cm}^{-1}$), donde este último se suele separar en dos o tres señales.

La diferencia de frecuencia (Δ_f) entre las vibraciones asimétricas ν_a y las vibraciones simétricas ν_s en un complejo carboxilato metálico es un indicador de la naturaleza de los enlaces de coordinación, entre los cuales se encuentran los monodentados ($\Delta_f = 200 - 300\text{ cm}^{-1}$); las interacciones iónicas ($\Delta_f = 110 - 200\text{ cm}^{-1}$); y los bidentados quelantes ($\Delta_f < 110\text{ cm}^{-1}$). Para el compuesto obtenido, se obtiene $\Delta_f = 118\text{ cm}^{-1}$, por lo que se puede deducir que el complejo

está coordinado en el hierro, y que su síntesis fue exitosa (Palchoudhury et al., 2011). La Figura 5 muestra la estructura molecular del oleato de hierro (III).

Figura 5.

Estructura molecular del oleato de hierro (III).



Adicionalmente, se realizó un análisis cuantitativo de Fe^{3+} por XPS, el cual arrojó las concentraciones atómicas que se muestran en la Tabla 8, así como su respectiva conversión a concentración másica. Es importante resaltar que este análisis no tiene en cuenta los átomos de hidrógeno, por ende, se observa una diferencia de aproximadamente 2% respecto a la concentración másica teórica del hierro (6,3%).

Tabla 8.

Análisis cuantitativo del oleato de hierro (III) por XPS.

Elemento	Atómica [%]	Másica [%]
O	24,37	28,1%
Fe	2,05	8,2%

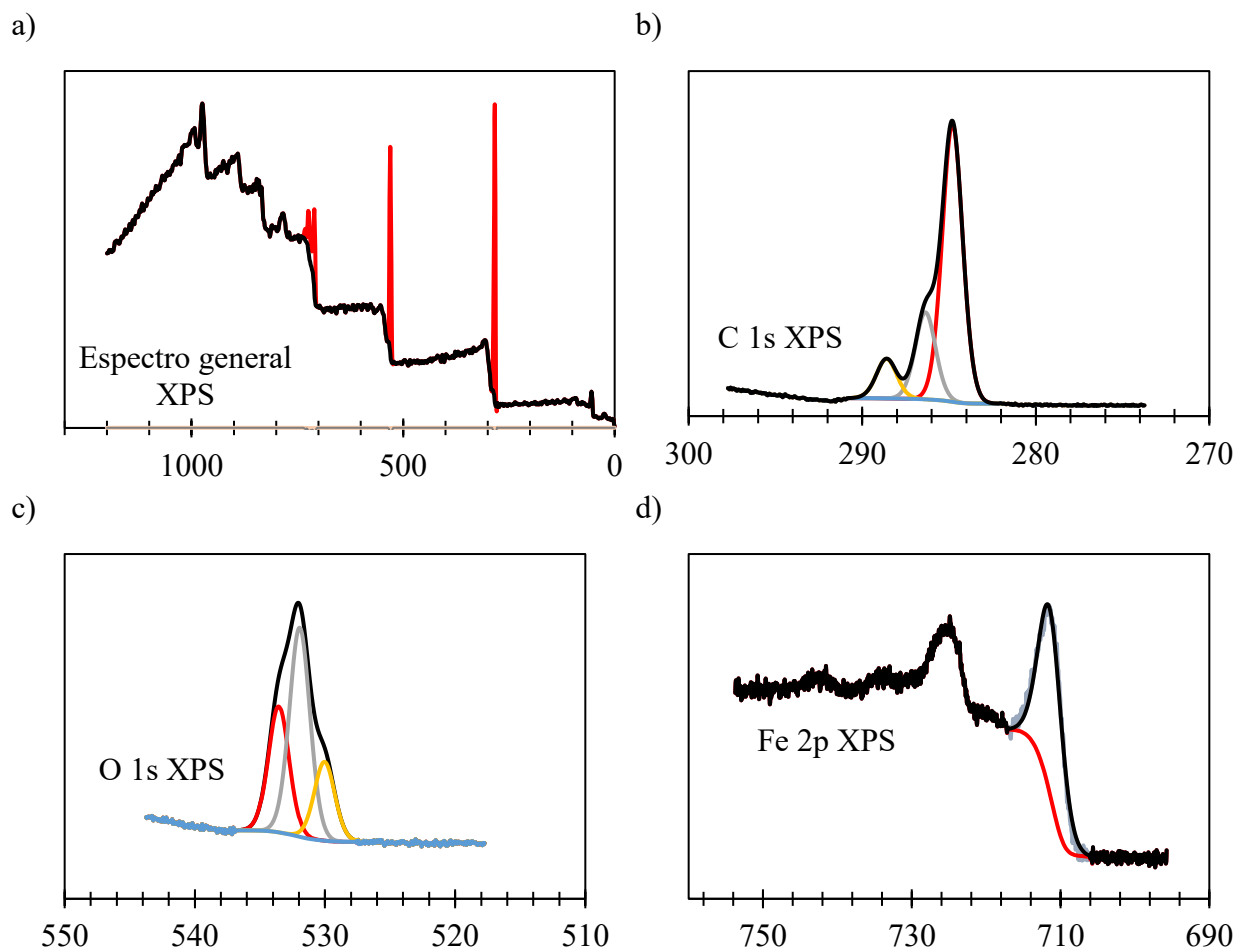
En la Figura 6 se pueden observar los espectros XPS obtenidos para el catalizador. Aquí se pueden identificar tres elementos presentes en la muestra: carbono, oxígeno y hierro.

El espectro general (Figura 6a) evidencia la presencia de tres elementos en la muestra: carbono, oxígeno y hierro, los cuales son consistentes con la fórmula molecular del oleato de hierro (III). Notablemente, la ausencia de señales correspondientes al cloro (Cl 2p, ~200 eV) confirma que el FeCl₃ utilizado como precursor fue eliminado de forma efectiva durante los lavados realizados en la etapa de purificación de la síntesis.

La deconvolución de la región C 1s del espectro de alta resolución (Figura 6b) muestra tres componentes. El pico principal en ~285 eV corresponde a los carbonos alifáticos C – C y C – H de la cadena hidrocarbonada del ligando oleato, y es el más intenso debido a que la cadena contiene 17 átomos de carbono. El hombro a ~286–287 eV se atribuye a los carbonos vinílicos del doble enlace cis presente en la cadena oleica. Por último, el pico a ~288–289 eV corresponde al carbono del grupo carboxilato (COO⁻) coordinado al hierro, cuya presencia y posición confirman la formación del enlace entre el ligando y el centro metálico (Chenakin & Kruse, 2020).

Figura 6.

Espectros de XPS obtenidos para el oleato de hierro (III).



Nota: (a) Espectro general de XPS. (b) C 1s. (c) O 1s. (d) Fe 2p.

El espectro O 1s (Figura 6c) es el más informativo en cuanto a la naturaleza del enlace de coordinación. Se identifican tres componentes principales: el pico en ~531 eV, atribuido al oxígeno del grupo carboxilato directamente coordinado al hierro ($Fe - O - C = O$), cuya posición es característica de oxígenos enlazados a metales de transición; el pico más intenso en ~532 eV,

correspondiente al oxígeno del grupo $C = O$ del carboxilato y del posible ácido oleico libre (por ende, su intensidad); y el pico en ~ 533 eV, que también podría indicar la presencia de trazas de ácido oleico libre ($-COOH$) o humedad superficial adsorbida. La presencia del pico a ~ 531 eV como componente principal constituye una evidencia sólida de la coordinación del ligando oleato al Fe^{3+} , lo que es coherente con los resultados obtenidos por FT-IR, donde el valor de Δ calculado (118 cm^{-1}) indicó un modo de coordinación por interacciones iónicas (Chenakin & Kruse, 2020; Palchoudhury et al., 2011).

Finalmente, el espectro de alta resolución de la región Fe 2p (Figura 6d) muestra dos contribuciones principales producto del desdoblamiento spin-órbita: el pico Fe $2p_{3/2}$ a ~ 711 eV y el pico Fe $2p_{1/2}$ a ~ 725 eV, con una separación de aproximadamente 14 eV entre ambos. La posición del pico Fe $2p_{3/2}$ a ~ 711 eV es característica del estado de oxidación Fe^{3+} en un entorno de coordinación con oxígeno, confirmando así que el hierro en el compuesto sintetizado se encuentra en su estado de oxidación +3 (Biesinger et al., 2011; Grosvenor et al., 2004). Estos resultados, en conjunto con los obtenidos por FT-IR y el análisis cuantitativo de la Tabla 8, permiten confirmar la síntesis exitosa del oleato de hierro (III).

4.3 Pruebas de acuatermólisis

La Tabla 9 muestra las características del crudo utilizado en las pruebas de acuatermólisis realizadas de acuerdo con la metodología propuesta. Este presenta una viscosidad de 14599 cP a $30\text{ }^{\circ}\text{C}$, lo que lo clasifica como un crudo pesado.

Tabla 9.

Propiedades del crudo utilizado en las pruebas de acuatermólisis.

Propiedad	Valor
Saturados [% p/p]	44,12
Aromáticos [% p/p]	25,18
Resinas [% p/p]	27,06
Asfaltenos [% p/p]	2,84
Viscosidad [cP @30 °C]	14599

La Tabla 10 y la Figura 7 muestra las condiciones de reacción de cada experimento realizado y los porcentajes de reducción de viscosidad (%RV) obtenidos a 30 °C para cada uno de ellos respectivamente.

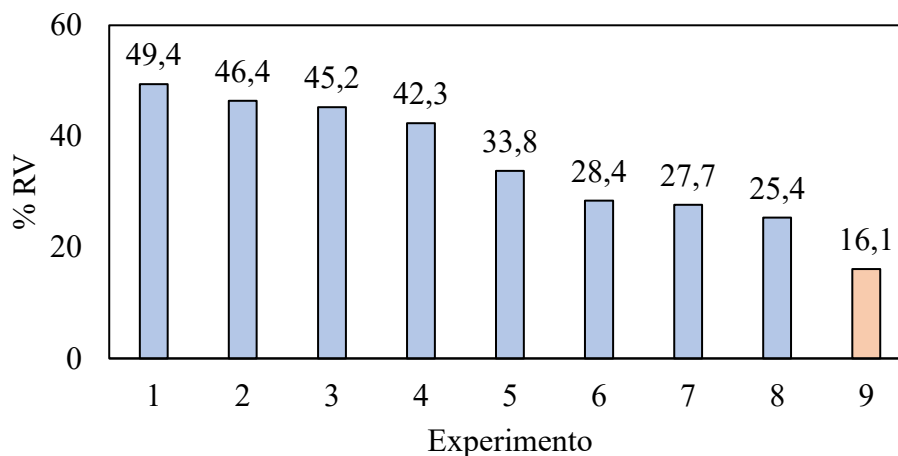
Tabla 10.

Condiciones de reacción de cada experimento.

Experimento	Concentración del catalizador [ppm]	Temperatura [°C]	Tiempo [h]
1	2000	270	100
2	2000	270	66
3	2000	240	100
4	2000	240	66
5	1000	270	66
6	1000	240	66
7	1000	270	100
8	1000	240	100
9	0	270	66

Figura 7.

Porcentajes de reducción de viscosidad para cada experimento.

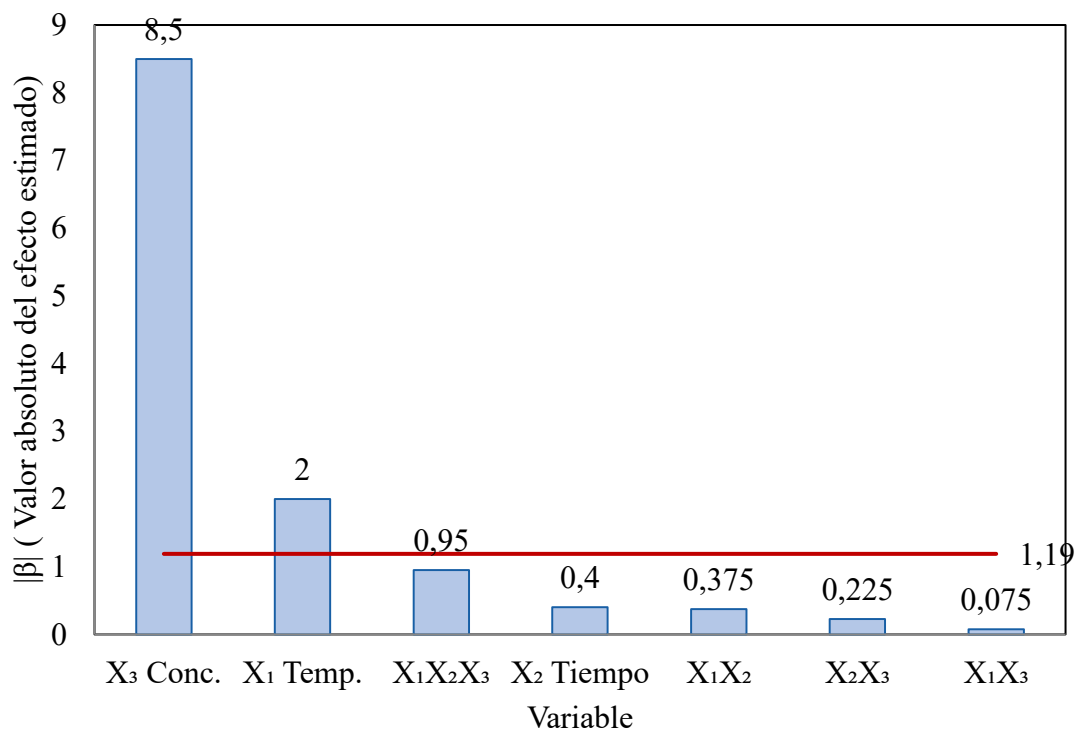


De estos resultados se observa que la mayor reducción de viscosidad se presentó en las condiciones de 2000 ppm, 270 °C, y 100 h de tiempo de reacción.

La Figura 8 muestra el diagrama de Pareto de efectos estandarizados. En esta, se puede observar que la concentración del catalizador (X_3) es el factor predominante, superando la línea de referencia, seguido por la temperatura (X_1), con un efecto positivo moderado. El tiempo de reacción y las interacciones entre variables no superan el umbral establecido, lo que sugiere que su contribución es poco relevante dentro el rango experimental evaluado.

Figura 8.

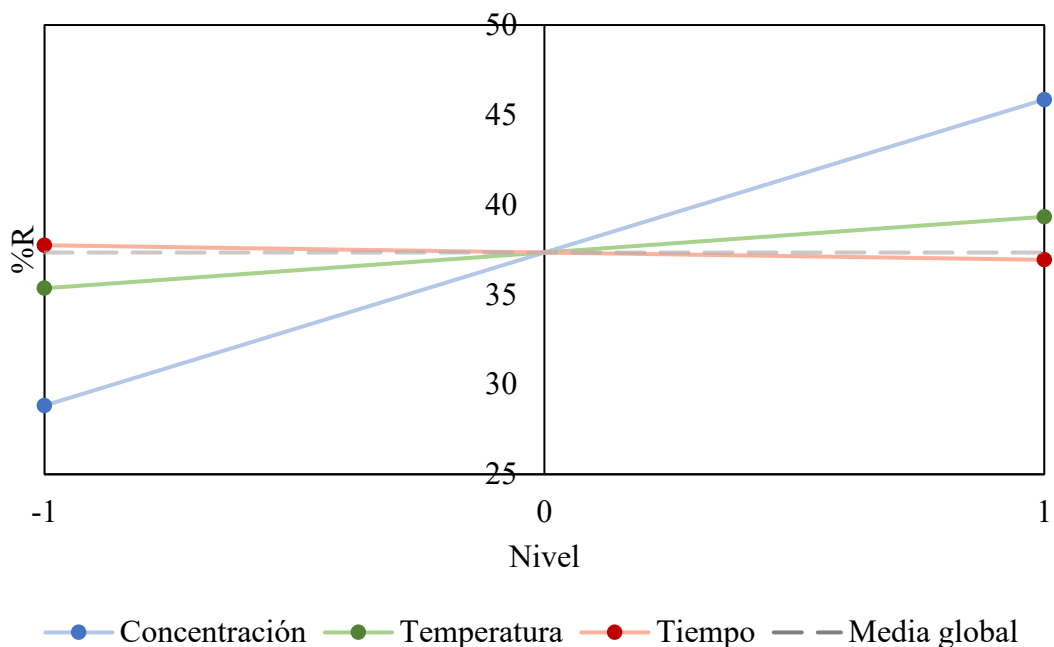
Diagrama de Pareto.



Adicionalmente, en la Figura 9 se puede observar la gráfica de efectos principales. En esta, se evidencia que la concentración del catalizador es la variable que mayor impacto tiene sobre la reducción de viscosidad, pues su pendiente es mayor, y presenta un incremento de 17 puntos porcentuales. Por otro lado, la temperatura también tiene un efecto positivo, aunque no tan significativo, en la reducción de viscosidad, pues presenta un incremento de 4 puntos porcentuales entre niveles. Por último, la variable del tiempo presenta una pendiente negativa de carácter despreciable, con una variación de 0,8 puntos porcentuales entre niveles. Esto sugiere que la variable independiente no ejerce una influencia significativa sobre la variable de respuesta.

Figura 9.

Gráfica de efectos principales.



Aunque las variables de tiempo y temperatura tienen un efecto positivo sobre la reducción de viscosidad, su magnitud es menor en comparación con la concentración del catalizador en los resultados obtenidos, siendo el tiempo la variable de menor impacto entre las tres evaluadas. Dado el bajo impacto del tiempo de reacción, se eligen 66 h como condición de referencia, y 270 °C por ser la temperatura que presenta mayores reducciones de viscosidad. A partir de esto se selecciona un conjunto representativo de muestras para los análisis subsiguientes conformado por: el crudo virgen, una prueba realizada en ausencia de catalizador bajo dichas condiciones (denominada “blanco” y mostrada en la Figura 6), el experimento 2 (2000 ppm, 270 °C, 66 h) y el experimento 5 (1000 ppm, 270 °C, 66 h), seleccionados por compartir las condiciones de tiempo y temperatura mencionados anteriormente, y diferir únicamente en la concentración del catalizador.

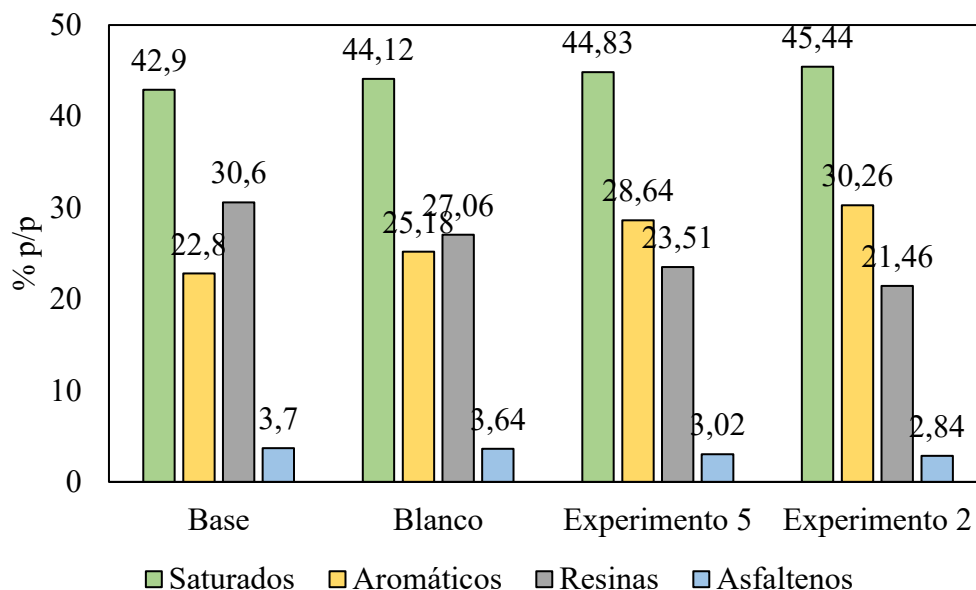
4.4 Composición SARA

La Figura 10 presenta la composición SARA de las cuatro muestras evaluadas: el crudo virgen (base), el experimento “blanco” y los experimentos representativos seleccionados: 1000 ppm (experimento 5) y 2000 ppm (experimento 2).

A primera vista, se observa un incremento progresivo de los aromáticos y una reducción de las resinas, acompañado de un pequeño incremento en los saturados, y una reducción de los asfaltenos, en donde estos últimos disminuyeron de 3,7% en el crudo virgen a 2,84% en el crudo resultante del experimento 2. De forma similar, las resinas se redujeron 9,4 puntos porcentuales entre las mismas muestras. Estas reducciones corresponden a rupturas de enlaces $C - S$ y $C - O$ presentes en las estructuras poliaromáticas de resinas y asfaltenos, favorecidas por la acción catalítica del ión metálico del oleato de hierro (III) (Y.-R. Li et al., 2018; Muraza & Galadima, 2015).

Figura 10.

Composición SARA para cada muestra representativa.



Los saturados y los aromáticos aumentaron 2,54 y 7,46 puntos porcentuales respectivamente, entre el crudo base y el experimento 2. Estos resultados son coherentes con los reportados para catalizadores de hierro en procesos de acuatermolisis, pues este tipo de catalizadores promueven cambios principalmente en las resinas debido a procesos de pirolisis, oxigenación y reacciones de apertura de anillo aromático (Félix et al., 2023; Wang et al., 2010).

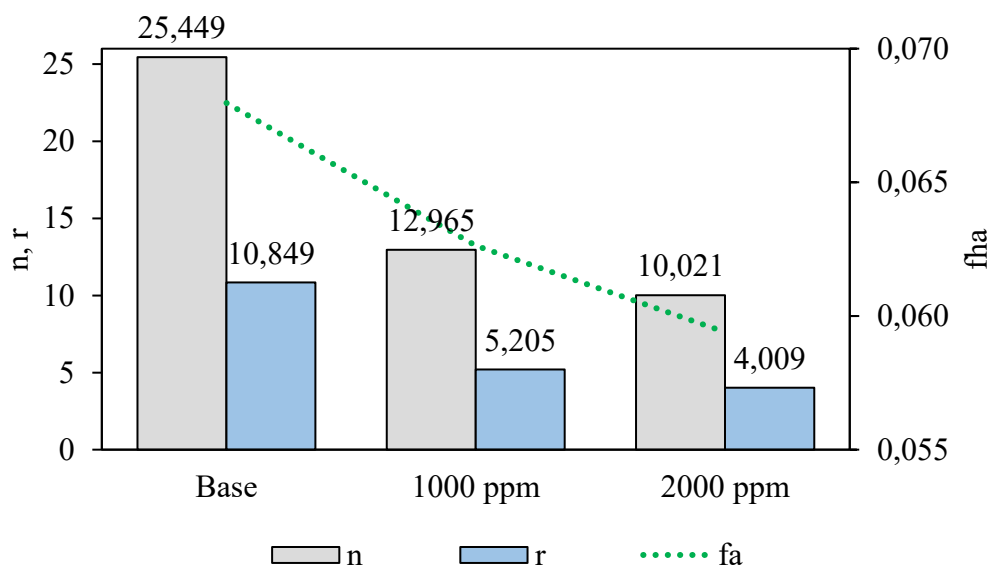
Finalmente, el experimento blanco muestra cambios moderados en la composición SARA respecto al crudo virgen, con una reducción de resinas del 11,6% y de asfaltenos del 1,6%, confirmando que la acuatermolisis no catalítica produce transformaciones limitadas en la composición del crudo bajo las condiciones evaluadas, y que la presencia del oleato de hierro (III) es determinante para obtener cambios composicionales significativos.

4.5 Resonancia Magnética Nuclear

La Figura 11 presenta los parámetros estructurales calculados a partir de los espectros de RMN de ^1H para el crudo virgen, y los experimentos 2 y 5 respectivamente a partir de las ecuaciones 4, 5 y 6. En esta, se puede observar que los parámetros disminuyen progresivamente a medida que aumenta la concentración del catalizador. Esto refleja una simplificación estructural del crudo como consecuencia del proceso de acuatermolisis catalítica.

Figura 11.

Parámetros moleculares obtenidos a partir del espectro de RMN ^1H del crudo virgen (base), experimento a 1000 ppm, y experimento a 2000 ppm.



El parámetro n (longitud promedio de cadenas alifáticas) se redujo de 25,44 en el crudo virgen a 10,02 en el experimento con 2000 ppm. Esto indica una ruptura de cadenas alifáticas largas (generalmente presentes en resinas o asfaltenos), favorecidas por la actividad catalítica del

oleato de hierro (III) sobre los enlaces $C - S$ y $C - O$ (Y.-R. Li et al., 2018; Muraza & Galadima, 2015). Simultáneamente, el parámetro r (grado de ramificación) disminuyó de 10,85 en el crudo virgen a 4,0 en el experimento de 2000 ppm. Esta disminución simultánea de ambos factores sugiere que los fragmentos resultantes de las rupturas de las cadenas alifáticas son principalmente lineales, o que los carbonos presentes en ramificaciones se liberaron como gases ligeros de bajo peso molecular.

Por otro lado, el parámetro fha también presenta una reducción de 0,068 a 0,059 desde el crudo base hasta la prueba con 2000 ppm de catalizador. Aunque este resultado parece ser coherente con las observaciones reportadas por Wang et al. (2010), donde los catalizadores de hierro promueven reacciones de apertura de anillo aromático, el aumento de la fracción aromática en la composición SARA indica que esto no implica una reducción en el número de estructuras aromáticas, sino un aumento relativo de los hidrógenos alifáticos generado por la ruptura de cadenas largas presentes en resinas y asfaltenos durante la reacción catalítica.

En general, estos tres parámetros describen un crudo estructuralmente más simple luego del tratamiento: con cadenas más cortas y menor ramificación, lo que es consistente con las reducciones de viscosidad observadas, y la reducción en las fracciones de resinas y asfaltenos observadas en el análisis de composición SARA.

En términos generales, el oleato de hierro (III) fue sintetizado exitosamente con un rendimiento promedio del 74,51%, y su caracterización por FT-IR y XPS confirmó la formación de un complejo metálico centrado en el hierro y la presencia de Fe^{3+} (Fe $2p_{3/2}$ a ~ 711 eV), sin residuos de cloruro. Adicionalmente, mediante el diseño experimental factorial 2^3 , se identificó que la concentración del catalizador fue la variable de mayor impacto en la reducción de la

viscosidad, seguido de la temperatura, mientras que el tiempo de reacción presentó un efecto despreciable. La mayor reducción alcanzada fue del 49,4% bajo las condiciones del nivel +1. Fijando el tiempo de reacción en su nivel mínimo con el fin de optimizar el proceso, se observaron reducciones de 33,8% y 46,4% para concentraciones de 1000 y 2000 ppm respectivamente. Estas reducciones son coherentes con los análisis SARA, que evidencian que la acción catalítica del Fe^{3+} promovió la ruptura de enlaces $C - S$ y $C - O$ en las fracciones pesadas, observando reducciones en resinas y asfaltenos, además de un incremento en los saturados y aromáticos. A su vez, estos cambios de composición son coherentes con los resultados de RMN ^1H , donde los parámetros moleculares muestran una reducción de la longitud de cadenas alifáticas, grado de ramificación y fracción de hidrógenos aromáticos, lo que describe un crudo estructuralmente más simple y de menor viscosidad.

5 Conclusiones

El oleato de hierro (III) fue sintetizado exitosamente mediante una metodología de dos etapas: la neutralización del ácido oleico con hidróxido de sodio para obtener oleato de sodio, seguida de una reacción de intercambio iónico con cloruro férrico, obteniendo un rendimiento promedio del 74,51%. La caracterización por FT-IR confirmó la formación del complejo metálico a partir de la diferencia de frecuencia $\Delta=118\text{ cm}^{-1}$ entre las vibraciones asimétricas y simétricas del grupo carboxilato, indicativa de una coordinación por interacciones iónicas. Los análisis de XPS corroboraron la presencia de Fe^{3+} a través de la posición del pico Fe 2p_{3/2} a ~711 eV y la ausencia de señales de cloro, confirmando la pureza del producto sintetizado.

El proceso de acuatermólisis catalítica con oleato de hierro (III) redujo la viscosidad del crudo pesado colombiano hasta un 49,4% bajo las condiciones más favorables evaluadas (2000 ppm, 270 °C, 100 h). Entre las variables del diseño experimental, la concentración del catalizador fue la de mayor impacto sobre la reducción de viscosidad, seguida de la temperatura y el tiempo de reacción respectivamente. Debido al bajo impacto que tuvo el tiempo de reacción en la reducción de la viscosidad, se determina que el tiempo óptimo es de 66 h, pues es energética y económicamente más viable.

El análisis de composición SARA evidenció una reducción de 9,4 puntos porcentuales en resinas y de 0,86 puntos porcentuales en asfaltenos entre el crudo virgen y el experimento a 2000 ppm, acompañada de un incremento en las fracciones de saturados y aromáticos. Estos resultados son coherentes con la ruptura de enlaces $C-S$ y $C-O$ en las estructuras poliaromáticas de las fracciones pesadas, favorecida por la acción catalítica del ión Fe^{3+} .

Los parámetros estructurales obtenidos por RMN de ^1H mostraron una reducción progresiva de la longitud promedio de cadenas alifáticas (n), el grado de ramificación (r) y la fracción de hidrógenos aromáticos (fha) con el aumento en la concentración del catalizador, describiendo un crudo estructuralmente más simple luego del tratamiento catalítico, consistente con los resultados de viscosidad y composición SARA.

En conjunto, los resultados obtenidos demuestran que el oleato de hierro (III) actúa eficientemente como catalizador en el proceso de acuatermolisis de crudos pesados colombianos, integrando en un mismo compuesto la actividad catalítica del ión Fe^{3+} y la afinidad con la fase oleosa conferida por el ligando oleato. La coherencia entre los resultados de viscosidad, composición SARA y parámetros estructurales por RMN ofrece una descripción clara del mecanismo de mejoramiento: la ruptura de enlaces $\text{C} - \text{S}$ y $\text{C} - \text{O}$ en fracciones pesadas conduce a una simplificación estructural del crudo que se manifiesta como una reducción de viscosidad. Esto posiciona al oleato de hierro (III), sintetizable a partir de materias primas disponibles localmente como el aceite de palma colombiano, como un candidato viable para aplicaciones de recobro mejorado en las cuencas de crudos pesados del país, aunque su escalabilidad y viabilidad económica requieren evaluación en condiciones de yacimiento.

6 Recomendaciones

Teniendo en cuenta futuras investigaciones relacionadas a la temática manejada en este documento, los autores recomiendan tener en cuenta las siguientes premisas:

Realizar análisis elemental de azufre sobre el crudo tratado y los gases generados durante el proceso, con el fin de cuantificar la ruptura de enlaces $C - S$ y complementar los resultados de composición SARA obtenidos en este trabajo.

Evaluar el efecto del oleato de hierro (III) a condiciones de yacimiento preferencialmente usando pruebas de desplazamiento, incluyendo presiones más altas y la presencia de gases disueltos, con el fin de extrapolar los resultados obtenidos a escala de laboratorio hacia condiciones de aplicación real en campo.

Estudiar la estabilidad del catalizador bajo las condiciones de reacción evaluadas, así como su posible recuperación y reutilización, con el fin de evaluar la viabilidad económica del proceso a escala industrial.

Referencias bibliográficas

- Ali, S. M. F., & Thomas, S. (1996). The Promise And Problems of Enhanced Oil Recovery Methods. *Journal of Canadian Petroleum Technology*, 35(07). <https://doi.org/10.2118/96-07-07>
- Biesinger, M. C., Payne, B. P., Grosvenor, A. P., Lau, L. W. M., Gerson, A. R., & Smart, R. St. C. (2011). Resolving surface chemical states in XPS analysis of first row transition metals, oxides and hydroxides: Cr, Mn, Fe, Co and Ni. *Applied Surface Science*, 257(7), 2717–2730. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2010.10.051>
- Chenakin, S., & Kruse, N. (2020). XPS characterization of transition metal oxalates. *Applied Surface Science*, 515, 146041. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2020.146041>
- Félix, G., Tirado, A., Varfolomeev, M. A., Al-muntaser, A., Suwaid, M., Yuan, C., & Ancheyta, J. (2023). Chemical and structural changes of resins during the catalytic and non-catalytic aquathermolysis of heavy crude oils. *Geoenergy Science and Engineering*, 230, 212242. <https://doi.org/10.1016/j.geoen.2023.212242>
- Franco, C. A., Medina, O. E., Galeano-Caro, D., Salinas, L. M., Alzate, L. G., Molina, D., Rendón, G. J., Obregón, C. C., Lopera, S. H., Cortes, F. B., & Franco, C. A. (2025). Enhancing heavy crude oil mobility at reservoir conditions by nanofluid injection in wells with previous steam stimulation cycles: Experimental evaluation and field trial implementation. *Journal of Molecular Liquids*, 424, 127024. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2025.127024>
- Galukhin, A. V., Erokhin, A. A., Osin, Y. N., & Nurgaliev, D. K. (2015). Catalytic Aquathermolysis of Heavy Oil with Iron Tris(acetylacetonate): Changes of Heavy Oil

- Composition and *in Situ* Formation of Magnetic Nanoparticles. *Energy & Fuels*, 29(8), 4768–4773. <https://doi.org/10.1021/acs.energyfuels.5b00587>
- Ganat, T. A.-A. O. (2020). Unconventional Petroleum Reservoirs. In *Fundamentals of Reservoir Rock Properties* (pp. 115–129). Springer International Publishing. https://doi.org/10.1007/978-3-030-28140-3_8
- Gao, C., Xiong, R., Guo, J., Kiyingi, W., Song, H., Wang, L., Zhang, W., & Chen, X. (2025). A review of chemical viscosity reducers for heavy oil: Advances and application strategies. *Fuel Processing Technology*, 269, 108185. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2025.108185>
- Gomaa, S., Salem, K. G., & El-hoshoudy, A. N. (2024). Enhanced heavy and extra heavy oil recovery: Current status and new trends. *Petroleum*, 10(3), 399–410. <https://doi.org/10.1016/j.petlm.2023.10.001>
- Grosvenor, A. P., Kobe, B. A., Biesinger, M. C., & McIntyre, N. S. (2004). Investigation of multiplet splitting of Fe 2p XPS spectra and bonding in iron compounds. *Surface and Interface Analysis*, 36(12), 1564–1574. <https://doi.org/10.1002/sia.1984>
- Guo, K., Li, H., & Yu, Z. (2016). In-situ heavy and extra-heavy oil recovery: A review. *Fuel*, 185, 886–902. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2016.08.047>
- Hadad, C. M., Rablen, P. R., & Wiberg, K. B. (1998). *C–O and C–S Bonds: Stability, Bond Dissociation Energies, and Resonance Stabilization* (Vol. 63, Number 24). <https://doi.org/10.1021/jo972180>
- Hyne, J. (1986). *Aquathermolysis: a synopsis of work on the chemical reaction between water (steam) and heavy oil sands during simulated steam stimulation.*

- Jaseer, E. A., Musa, A., Al Otaibi, B. M., Aldossary, M. R., Tanimu, A., Maity, N., Barman, S., Al-Jendan, S. A., & Aitani, A. (2025). Homogeneous Catalysis in Aquathermolysis for Heavy Oil Upgrading: A Critical Review of Advances, Challenges, and Perspectives. *Energy & Fuels*, 39(17), 7941–7966. <https://doi.org/10.1021/acs.energyfuels.5c00263>
- León, P. (2019). *Efecto del uso de catalizadores sobre la recuperación mejorada de crudos pesados en procesos de inyección de vapor*. Universidad Industrial de Santander.
- León, P. A., Bottía, H., Molina V., D., Martínez Vertel, J. J., Muñoz, S. F., & León, A.-Y. (2022). Catalytic upgrading evaluation under steam injection conditions with spectroscopy 1H-NMR. *Petroleum Science and Technology*, 40(13), 1622–1639. <https://doi.org/10.1080/10916466.2022.2025834>
- Li, C., Huang, W., Zhou, C., & Chen, Y. (2019). Advances on the transition-metal based catalysts for aquathermolysis upgrading of heavy crude oil. *Fuel*, 257, 115779. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2019.115779>
- Li, Y.-R., Li, Q. Y., Wang, X. D., Yu, L. G., & Yang, J. J. (2018). Aquathermolysis of heavy crude oil with ferric oleate catalyst. *Petroleum Science*, 15(3), 613–624. <https://doi.org/10.1007/s12182-018-0246-x>
- Magritek. (2018). *Characterizing Fatty Acids with advanced multinuclear NMR methods*. Magritek.
- Maity, S. K., Ancheyta, J., & Marroquín, G. (2010). Catalytic Aquathermolysis Used for Viscosity Reduction of Heavy Crude Oils: A Review. *Energy & Fuels*, 24(5), 2809–2816. <https://doi.org/10.1021/ef100230k>

- Mavlanov, U., Atajanov, S., Nuriddinov, S., Salimovich, S. S., Bozorov, S., Czaja, T. P., & Khakimov, B. (2026). Validation of benchtop NMR-based quantification of saturated, monounsaturated, and polyunsaturated fatty acids in edible oils. *Journal of Food Composition and Analysis*, *150*, 108897. <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2026.108897>
- Mohammadi, M. H., Kulakhmetovna, Y. A., & Joia, R. (2024). An Overview of Oil Recovery Techniques: From Primary to Enhanced Oil Recovery Methods. *Journal for Research in Applied Sciences and Biotechnology*, *3*(1), 291–301. <https://doi.org/10.55544/jrasb.3.1.48>
- Mojica, J. (2010). *Overview of the Oil and Gas Basins of Colombia*.
- Muraza, O., & Galadima, A. (2015). Aquathermolysis of heavy oil: A review and perspective on catalyst development. *Fuel*, *157*, 219–231. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2015.04.065>
- Núñez-Méndez, K. S., Salas-Chia, L. M., Molina V, D., Muñoz, S. F., León, P. A., & León, A. Y. (2021). Effect of the Catalytic Aquathermolysis Process on the Physicochemical Properties of a Colombian Crude Oil. *Energy & Fuels*, *35*(6), 5231–5240. <https://doi.org/10.1021/acs.energyfuels.0c04142>
- Oñate-Gutiérrez, J. A., Ramírez-Pradilla, J. S., Pinzón, J. R., Combariza, M. Y., & Blanco-Tirado, C. (2020). Asphaltene Structure Modifiers as a Novel Approach for Viscosity Reduction in Heavy Crude Oils. *Energy & Fuels*, *34*(5), 5251–5257. <https://doi.org/10.1021/acs.energyfuels.9b03577>
- Palchoudhury, S., An, W., Xu, Y., Qin, Y., Zhang, Z., Chopra, N., Holler, R. A., Turner, C. H., & Bao, Y. (2011). Synthesis and Growth Mechanism of Iron Oxide Nanowhiskers. *Nano Letters*, *11*(3), 1141–1146. <https://doi.org/10.1021/nl200136j>

- Pang, X., Shao, X., Li, M., Hu, T., Chen, Z., Zhang, K., Jiang, F., Chen, J., Chen, D., Peng, J., Pang, B., & Wang, W. (2021). Correlation and difference between conventional and unconventional reservoirs and their unified genetic classification. *Gondwana Research*, *97*, 73–100. <https://doi.org/10.1016/j.gr.2021.04.011>
- Sanabria, J., Peña, D., Molina, D., Jiménez, M., Cabarcas, M., & León, A. (2025). Effect of Thermo-catalytic Process on the Viscosity, Composition of a Colombian Heavy Crude Oil and the Corrosion on API N-80 Steel. *Chemical Engineering Transactions*, 843–844.
- Seidy-Esfahlan, M., Tabatabaei-Nezhad, S. A., & Khodapanah, E. (2024). Comprehensive review of enhanced oil recovery strategies for heavy oil and bitumen reservoirs in various countries: Global perspectives, challenges, and solutions. *Heliyon*, *10*(18), e37826. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e37826>
- Thangaraj, B., & Lee, Y.-K. (2024). Recent progress in catalytic aquathermolysis of heavy oils. *Fuel*, *372*, 132089. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2024.132089>
- Tian, Q., Liu, Z., Liu, W., Liu, Y., Lan, X., & Xu, X. (2026). Study on Synergistic Viscosity Reduction Mechanism and Product Characteristics of Co-Aquathermolysis of Corn Stalk and Furfural Extraction Oil. *Materials*, *19*(2), 428. <https://doi.org/10.3390/ma19020428>
- Tirado, A., Félix, G., Trejo, F., Varfolomeev, M. A., Yuan, C., Nurgaliev, D. K., Sámano, V., & Ancheyta, J. (2023). Properties of Heavy and Extra-Heavy Crude Oils. In *Catalytic In-Situ Upgrading of Heavy and Extra-Heavy Crude Oils* (pp. 1–38). Wiley. <https://doi.org/10.1002/9781119871507.ch1>

- Ullrich, A., Rahman, M. M., Azhar, A., Kühn, M., & Albrecht, M. (2022). Synthesis of iron oxide nanoparticles by decomposition of iron-oleate: influence of the heating rate on the particle size. *Journal of Nanoparticle Research*, 24(9), 183. <https://doi.org/10.1007/s11051-022-05554-9>
- Wang, Y., Chen, Y., He, J., Li, P., & Yang, C. (2010). Mechanism of Catalytic Aquathermolysis: Influences on Heavy Oil by Two Types of Efficient Catalytic Ions: Fe³⁺ and Mo⁶⁺. *Energy & Fuels*, 24(3), 1502–1510. <https://doi.org/10.1021/ef901339k>
- Wu, X. F., & Chen, G. Q. (2019). Global overview of crude oil use: From source to sink through inter-regional trade. *Energy Policy*, 128, 476–486. <https://doi.org/10.1016/j.enpol.2019.01.022>