

Evaluación De La Aplicación De Nanopartículas De Óxido De Grafeno Sobre La
Tensión Interfacial De Un Crudo Pesado De Un Campo Colombiano.

Carlos Jose Medina Leguia, Andrés Camilo Estrada Fernández

Trabajo de grado para optar por el título de Ingeniero de Petróleos

Director

Jimena Lizeth Gómez Delgado
Msc. Ingeniería de Petróleos y Gas

Codirector

John Jairo Rodríguez Molina
Ingeniero de Petróleos

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

Bucaramanga

2023

Dedicatoria

*A Dios, a él le debo todo lo que tengo y todo lo que soy
por regalarme sabiduría, entendimiento y fortaleza día a día
gracias a Dios por el privilegio de lograr este objetivo.*

*A mis padres Aníbal y Fabiola, por el apoyo incondicional y sus enseñanzas
por traerme al mundo, motivarme y guiarme en el camino
por la admiración y aprecio que siento
gracias por confiar en mí.*

*A mis hermanos Aníbal y Andrea con quienes he compartido alegrías y tristezas
mis mejores amigos, añoramos recuerdos de la infancia
y viviremos nuestros sueños de adultos.*

Andrés Camilo Estrada Fernández

Dedicatoria

*Por innumerables peticiones cumplidas,
es momento de dar gracias a Dios padre, quien ha estado allí
bridándome el regalo más grande que se puede recibir,
la vida.*

*A mis padres Carlos y Nedis por su apoyo incondicional
por ser el respaldo que tanto necesitaba en momentos de incertidumbre
por enseñarme a través del ejemplo y el dialogo el buen actuar,
forjar mi carácter, personalidad, sentirme orgulloso de mis orígenes
y por siempre velar lo mejor para mí, aunque no lo entendiese en su momento,
gracias.*

*A Simba y Nova por ser esa puerta de escape a otro mundo,
cuando las esqirlas de los días difíciles amenazaban con hacer estragos en mi vida
por siempre escuchar y regresarme la calma en momentos densos sin pronunciar una
palabra.*

Carlos Jose Medina Leguia

Agradecimientos

A los autores les gustaría expresar sus agradecimientos a la Universidad Industrial de Santander por abrir sus puertas a ese conocimiento que permite construir un mejor mañana, en especial a la Escuela de Ingeniería de Petróleos, incluyendo a sus docentes y personas que allí laboran, por cada una de las pautas y consejos dentro y fuera de las aulas de clases.

A nuestra directora, la MSc. Jimena Lizeth Gómez Delgado y a nuestro codirector, Ing. John Jairo Rodríguez Molina, por su calidez en cada explicación y consejo desde inicio hasta fin en la investigación. Gracias por siempre escuchar nuestras dudas y responderlas de manera clara y amable hasta mermar la incertidumbre, nos sentimos afortunados de haber tenido la oportunidad de trabajar con ustedes.

A los ingenieros, químicos, técnicos y tecnólogos del Laboratorio de Análisis Petrofísico y Daño a la Formación, del Parque Tecnológico de Guatiguará y a todas las personas que trabajan en él, por hacernos sentir parte de su familia desde el primer día y estar dispuestos ayudar en todo momento, ha sido un placer trabajar de la mano con personas de semejante calidad humana.

Contenido

	Pág.
Contenido.....	5
Lista de Tablas	8
Lista de Figuras.....	9
Lista de Apéndices.....	10
Introducción	14
1.Objetivos	17
1.1.Objetivo General.....	17
1.2.Objetivos específicos	17
2.Marco Teórico.....	18
2.1Recuperación mejorada.....	18
2.1.1Definición	18
2.1.2Métodos químicos.....	20
2.2Surfactantes o tensoactivos	21
2.2.1Definición	21
2.2.2Clasificación de los surfactantes	22
2.3Tensión interfacial	23

2.3.1Definición	23
2.3.2Métodos y técnicas de medición de tensión interfacial	25
2.4Mojabilidad	29
2.4.1Definición	29
2.4.2Métodos y técnicas de determinación de mojabilidad	31
2.5Nanotecnología	35
2.5.1Definición	35
2.5.2Nanopartículas y nanomateriales	36
2.6Nanotecnología en la ingeniería del petróleo.....	39
2.6.1Aplicaciones en la industria petrolera.....	39
2.6.2Aplicaciones en procesos de recuperación mejorada.....	39
2.7Óxido de grafeno.....	40
2.7.1Grafeno	40
2.7.2Óxido de grafeno (GO)	41
2.7.3Propiedades y características del óxido de grafeno	42
3Diseño experimental y metodología	43

3.1Diseño de experimentos.....	43
3.2Metodología.....	46
3.2.1Materiales y equipos	46
4Resultados.....	50
4.1Preparación del crudo	51
4.2Selección de la concentración de nanopartículas, salinidad y pH	51
4.3Síntesis y caracterización del óxido de grafeno.....	53
4.3.1Síntesis del óxido de grafeno.....	53
4.3.2Caracterización del óxido de grafeno	56
4.4Diseño experimental	57
4.5Medición de tensión interfacial.....	60
5Análisis de resultados	63
5.1Análisis estadístico.....	63
6Conclusiones.....	69
7Recomendaciones	70
Referencias bibliográficas.....	71

Lista de Tablas

	Pág.
Tabla 1. Índices de Amott.....	34
Tabla 2. Índices de mojabilidad.....	34
Tabla 3. Métodos de síntesis de nanopartículas.....	37
Tabla 4. Análisis SARA crudo Casabe.....	46
Tabla 5. Análisis fisicoquímico salmuera Casabe 1467.....	47
Tabla 6. Composición salmuera Casabe 1467.....	47
Tabla 7. Miligramos requeridos en sales para preparación de salmueras.....	51
Tabla 8. Volúmenes de salmuera para preparar disoluciones.....	52
Tabla 9. Factores experimentales.....	58
Tabla 10. Diseño experimental.....	59
Tabla 11. Resultados experimentales.....	62
Tabla 12. Análisis de varianza ANOVA.....	64
Tabla 13. Medias poblacionales de los factores experimentales.....	67
Tabla 14. Formulaciones recomendadas.....	67

Lista de Figuras

	Pág.
Figura 1. Surfactante en interfase agua-aceite.	22
Figura 2. Deformación de burbujas a diferentes fuerzas de rotación.	26
Figura 3. Deformación de la gota con el principio de la gota giratoria.	27
Figura 4. Geometría de la gota en el método gota colgante.	28
Figura 5. Ilustración de la mojabilidad.	30
Figura 6. Esquema de medición de ángulo de contacto.	31
Figura 7. Método de ángulo de contacto.	32
Figura 8. Celdas de Amott.	33
Figura 9. Clasificación de nanomateriales.	38
Figura 10. Estructura del grafito y el grafeno.	41
Figura 11. Gráfica para determinación de CMC del SDS.	48
Figura 12. Espectrofotómetro DR6000.	49
Figura 13. Refractómetro RFM960.	49
Figura 14. Equipo DSA25E Krüss.	50
Figura 15. Síntesis del óxido de grafeno.	55
Figura 16. Espectro FTIR GO.	56
Figura 17. Espectro Raman GO.	57
Figura 18. IFT a pH=8, [Nanos]=900ppm y TDS=900ppm.	60
Figura 19. Diagrama de Pareto.	65
Figura 20. Superficie de respuesta estimada IFT.	66

Lista de Apéndices

	Pág.
Apéndice A. Estabilidad de las soluciones.	79
Apéndice B. Pruebas de tensión interfacial (<i>IFT</i>).....	82

Glosario

Concentración micelar crítica (CMC): Punto en el que se alcanza la concentración de surfactante que satura la interfaz fluido-fluido, por lo tanto, a partir de esta concentración no se observa disminución en la tensión interfacial.

Modelo de Young-Laplace: Relaciona la curvatura de una interfase con la diferencia de presión entre la fases internas y externas de esta, en un estado estacionario se considera que las presiones de ambas fases son iguales.

Mojabilidad: Indica la tendencia de un fluido inmisible a adherirse a la superficie solida en presencia de otro fluido, si la superficie es mojada por un fluido el ángulo de contacto entre una gota del fluido y la roca será menor a 90° , en caso contrario será mayor a 90° y si la mojabilidad es mixta será cercano a 90° .

Permeabilidades relativas: Es la relación entre la permeabilidad efectiva de un fluido y la permeabilidad absoluta de la roca. La permeabilidad efectiva es la capacidad de un fluido de fluir en presencia de otros fluidos, la permeabilidad absoluta es la capacidad de un fluido de fluir cuando la roca esta 100% saturada de este o en presencia mínima (irreducible o connata) de otros fluidos.

Presión capilar: Es la diferencia de presiones entre dos fluidos inmiscibles en un medio poroso, la presión capilar es fundamental en la distribución de los fluidos en el yacimiento y se ve influenciada por las saturaciones de los fluidos, la tensión interfacial entre los fluidos, el radio de poro y de garganta de poro.

Resumen

Título: Evaluación de la aplicación de nanopartículas de óxido de grafeno sobre la tensión interfacial de un crudo pesado de un campo colombiano.*

Autor: Carlos José Medina Leguia, Andrés Camilo Estrada Fernández.**

Palabras clave: Tensión interfacial, óxido de grafeno, nanopartículas.

Descripción:

Los métodos de recobro químico como la inyección de surfactantes, polímeros y ASP, pueden verse beneficiados de la implementación de nanopartículas debido al tamaño de estas pueden interferir en procesos a pequeña escala (relevantes en los CEOR) y traducirse a una mayor recuperación. Dentro de las nanopartículas el óxido de grafeno posee un gran potencial porque tiene excelentes propiedades, inclusive pueden ser funcionalizables, las nanopartículas representan una oportunidad para vencer limitaciones que puedan tener los métodos químicos en su aplicabilidad como los diferentes tipos de degradación. En consecuencia, se busca evaluar el comportamiento de la tensión interfacial con la aplicación de nanopartículas de óxido de grafeno en un crudo pesado en comparación con un surfactante comercial, para la ejecución de los experimentos se utiliza el método de la gota colgante. Los resultados indican que las nanopartículas pueden reducir en un 60% la tensión interfacial, no alcanzando los niveles de 10^{-1} como sucede con el surfactante dodecil sulfato sódico (*SDS*), sin embargo, los resultados son satisfactorios y se lograron identificar la influencia de los parámetros propios de las soluciones basadas en nanopartículas como el pH, concentración de nanopartículas y salinidad, gracias a el análisis estadístico de las pruebas experimentales, brindando información de utilidad para posteriores investigaciones.

* Trabajo de Grado para optar el título de Ingeniero de Petróleos

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería de Petróleos. Ingeniería de Petróleos. Director: Jimena Lizeth Gómez Delgado. Msc. Ingeniería de Petróleos y Gas. Codirector: John Jairo Rodríguez Molina. Ingeniero de Petróleos

Abstract

Title: Evaluation of the application of graphene oxide nanoparticles on the interfacial tension of a heavy crude oil from a Colombian field.*

Author: Carlos José Medina Leguia, Andrés Camilo Estrada Fernández.**

Keywords: Interfacial tension, graphene oxide, nanoparticles.

Description:

Chemical recovery methods such as surfactant injection, polymers, and ASP, can benefit from the implementation of nanoparticles because their size can interfere in small scale processes (relevant in CEOR) and translate into higher recovery. Among the nanoparticles, graphene oxide has a great potential because it has excellent properties and can even be functionalized. Nanoparticles represent an opportunity to overcome limitations that chemical methods may have in their applicability, such as the different types of degradation. Consequently, we seek to evaluate the behavior of the interfacial tension with the application of graphene oxide nanoparticles in a heavy crude oil in comparison with a commercial surfactant, for the execution of the experiments the hanging drop method is used. The results indicate that the nanoparticles can reduce the interfacial tension by 60%, not reaching levels of 10^{-1} as with the sodium dodecyl sulfate surfactant (SDS), however, the results are satisfactory and the influence of the parameters of the solutions based on nanoparticles such as pH, concentration of nanoparticles and salinity were identified, thanks to the statistical analysis of the experimental tests, providing useful information for further research.

* Degree work to qualify for the title of Petroleum Engineer

** Faculty of Physical-Chemical Engineering. School of Petroleum Engineering. Petroleum Engineering. Director: Jimena Lizeth Gómez Delgado. Msc. Petroleum & Gas Engineering. Codirector: John Jairo Rodríguez Molina. Petroleum Engineering

Introducción

En Colombia la poca o tardía implementación de los métodos de recobro mejorado representa un problema para el incremento de reservas y factor de recobro, este último es del 19% (Castro García & Daza Ibagué, 2022) y se encuentra distante al 35% que promedian mundialmente el resto de los países con producción de hidrocarburo. Cabe mencionar además que desde 2019 la producción nacional de crudo a caído de 886MBPD a 735MBPD en 2021 (BP, 2021). El escenario puede asociarse a diferentes causas como, el comportamiento natural de la energía en los yacimientos, eventos de salud pública como lo vivido con el COVID-19 y, en ocasiones, se suman asuntos diplomáticos como diferencias entre naciones o la incertidumbre frente a contratos exploratorios a futuro, etc.

Análogamente, la demanda en recursos energéticos va en aumento, es cierto que existen energías alternativas que de un modo u otro intentan contribuir a la resolución de dicho requerimiento con esfuerzos que son apenas notables energéticamente. Dado que la responsabilidad recae en la industria Oil & Gas, para Colombia se vuelve todo un reto aumentar el factor de recobro y reabastecer las reservas, en miras a asumir lo anteriormente planteado es necesario buscar nuevas tecnologías que puedan ser implementadas tanto en campos maduros, campos poco desarrollados o campos con difíciles condiciones de producción (Caballero & González, 2018).

En recobro mejorado se han hecho esfuerzos dispersos de nanotecnología que comienzan a mostrarse como alternativas realistas para disminuir los costos e incrementar la eficiencia de los mecanismos que actúan para mejorar el barrido de petróleo. Es por esto por lo que la

nanotecnología tiene el potencial para transformar los mecanismos y procesos de EOR (Caballero & González, 2018, p. 21). En el contexto actual es importante avanzar en la ejecución de dichos proyectos, dando prioridad en las primeras etapas a estudios de laboratorio que proporcionen información sobre el comportamiento, desempeño y limitaciones que se puedan presentar en su desarrollo. En el caso particular de los métodos de recobro químicos (CEOR), se han observado afectaciones por la variación en condiciones de temperatura, salinidad y degradación, por lo tanto, es trascendental situar en Colombia y bajo condiciones propias de sus yacimientos, estudios de laboratorio. Es por esto por lo que, con miras a superar dichas barreras se ha planteado la aplicación de materiales alternativos como las nanopartículas de óxido de grafeno (GO) que, por sus propiedades, han resultado ser útiles frente a las limitaciones a las que se enfrentan los métodos tradicionales (Mishra & Pathania, 2018).

En consonancia con lo anterior, se prevé que, a futuro con la implementación de métodos de recobro en Colombia, incluyendo (además de métodos más tradicionales): métodos químicos, microbiológicos y derivados de la nanotecnología, se pueda incrementar las reservas a largo plazo en 5000MBbls (Colciencias et al., 2017). Para esto es importante tener presente que en las etapas básicas de un proyecto de recobro (evaluación técnica, diseño, pruebas (simulación en laboratorio), piloto (campo), seguimiento y masificación), justamente las pruebas de laboratorio son de vital importancia ya que hacen las veces de puente entre la validación conceptual y el desarrollo de tecnologías o ingeniería.

En ese orden de ideas en la presente investigación, se busca evaluar la aplicación de nanopartículas de óxido de grafeno sobre la tensión interfacial mediante pruebas de laboratorio y analizar la viabilidad de que las nanopartículas promuevan la disminución de la tensión interfacial

como mecanismo de recuperación de crudo remanente en un campo colombiano, así mismo, se busca contribuir a la comunidad científica en materia de nanotecnología aplicada a la industria de los hidrocarburos y recobro mejorado.

1. Objetivos

1.1 Objetivo General

Evaluar experimentalmente el efecto de la aplicación de nanopartículas de óxido de grafeno en la tensión interfacial en un crudo de un campo colombiano.

1.2 Objetivos específicos

1. Realizar un diseño experimental donde se evalúen los cambios en la salinidad, pH y concentración de óxido de grafeno sobre la tensión interfacial de un crudo pesado.
2. Ejecutar el diseño experimental mediante mediciones de tensión interfacial con el método de gota sessile en el equipo DSA25E KRUSS.
3. Realizar un análisis estadístico de los resultados obtenidos mediante el software Statgraphics.

2. Marco Teórico

Para abordar el problema de investigación se debe contar con un sistema de coherente de conceptos que brinden un contexto, como lo son: la recuperación mejorada, nanotecnología, óxido de grafeno y métodos existentes para las pruebas experimentales.

2.1 Recuperación mejorada

2.1.1 *Definición*

En la mayoría de los yacimientos de petróleo, hasta el 50% del aceite original in-situ no puede ser recuperado por técnicas de recuperación primaria (flujo natural) y secundaria (inyección de agua o gas). Es por esto por lo que se utiliza la recuperación mejorada de petróleo (EOR) para cambiar algunas de sus características que conllevan a aumentar la recuperación final produciendo una porción de aceite que solía ser irrecuperable (Caballero & González, 2018, p. 50).

En particular (Sandersen, 2012) indica que el objetivo de los métodos EOR es desplazar o alterar la movilidad del petróleo remanente en yacimiento; para esto es necesario vencer las fuerzas capilares y las fuerzas viscosas que facilitan la retención del petróleo remanente en los poros del yacimiento quedando atrapado tras operaciones de recuperación primaria y secundaria durante largos periodos de tiempo. Por tal motivo, se busca en los EOR recuperar la mayor cantidad de petróleo posible mediante la inyección de fluidos y energía que normalmente no estarían en el yacimiento, estos procesos se logran mediante (Trdine, 2012):

- Potenciar la energía natural del yacimiento

- Interactuar con el sistema roca/petróleo para crear condiciones favorables para la recuperación de petróleo residual

Para la recuperación de crudo residual se incluyen, entre otros, los siguientes mecanismos (Trdine, 2012):

- Reducción de la tensión interfacial entre el fluido desplazante y el petróleo
- Aumentar el número capilar
- Reducir las fuerzas capilares
- Aumentar la viscosidad del agua de impulsión
- Proporcionar un control de la movilidad
- Hinchamiento del aceite
- Reducción de la viscosidad del petróleo
- Alteración de la mojabilidad de la roca del yacimiento

Otro rasgo de los procesos de recobro es el incremento de la eficiencia de desplazamiento, la cual consta de un componente microscópico y uno macroscópico. La eficiencia de desplazamiento microscópica puede incrementarse mediante la reducción de las fuerzas capilares o tensión interfacial entre el fluido desplazante y el petróleo o mediante la reducción de la viscosidad del crudo como se plantea anteriormente. La eficiencia de desplazamiento macroscópica o volumétrica se refiere a la eficacia de un fluido de desplazamiento para barrer volúmenes de crudo hacia los pozos productores, vertical y arealmente (Trdine, 2012).

2.1.2 Métodos químicos

La aplicación de este método EOR se hizo popular en la década de 1980 debido al aumento de los precios del petróleo y al avance tecnológico que permite comprender su mecanismo. Los métodos de recobro químico (CEOR) aumentan la recuperación de hidrocarburo inyectando agua acompañada de agentes químicos que alteran las interacciones fluido-fluido y roca-fluido para desplazar el petróleo (Gbadamosi et al., 2019, p. 2). Como señala (Druetta et al., 2019), estos métodos actúan sobre uno o varios factores como: la movilidad reflejada en el aumento de la viscosidad del fluido inyectado (utilizando soluciones poliméricas viscosas), mojabilidad de la roca con el fin de facilitar la permeabilidad al petróleo y disminución de la tensión interfacial (*IFT*) entre los fluidos presentes (añadiendo tensoactivos y/o soluciones alcalinas a la fase desplazante), como resultado mejora el desplazamiento de petróleo al tiempo que disminuye la saturación de aceite residual.

Entre los *CEOR* se encuentran:

- Inyección de polímeros
- Inyección de surfactantes
- Inyección de soluciones alcalinas
- Tratamientos ASP (Álcali-Surfactante-Polímero)

2.2 Surfactantes o tensoactivos

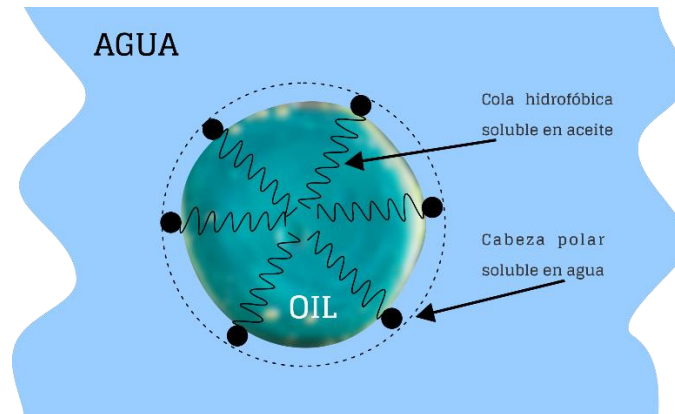
2.2.1 *Definición*

“Surfactante es una palabra derivada del término agente superficial activo que describe a las sustancias con la capacidad de alterar la energía libre superficial o interfacial existente entre dos fases inmiscibles al estar presente en bajas concentraciones en un sistema interfacial líquido-líquido, líquido-sólido, sólido-sólido o superficial gas-líquido y gas-sólido” (Botett et al., 2017, p.24).

(Druetta et al., 2019) Señala que los surfactantes son compuestos orgánicos diseñados con la facilidad de ser solubles en agua y aceite al ser de origen anfifílico contando con una parte hidrofóbica (soluble en aceite) compuesta generalmente por una cadena de hidrocarburos (grupo hidrófobo o cola) y una parte hidrofílica (soluble en agua) o polar (cabeza) como se observa en la Figura 1. Estos compuestos se ubican en la interfase líquido-líquido solubilizándose para ayudar a la reducción de la energía interfacial o adsorbiéndose en la superficie sólida para el caso de una interfaz líquido-sólido alterando la mojabilidad de la roca (haciendo a esta más hidrofílica o hidrofóbica) según los requerimientos.

Figura 1.

Surfactante en interfase agua-aceite.



Nota. Adaptado de An overview of chemical enhanced oil recovery: recent advances and prospects (p. 178), por Gbadamosi et al., 2019, International Nano Letters.

2.2.2 Clasificación de los surfactantes

Los surfactantes se clasifican según la naturaleza iónica de la cabeza en aniónicos, catiónicos, no iónicos y anfóteros. Los tensioactivos aniónicos presentan baja adsorción en las areniscas por lo que son los más usados, al contrario, ocurre con los catiónicos los cuales se utilizan en rocas carbonatadas para cambiar la mojabilidad, los no iónicos se utilizan como co-surfactantes, es decir, se añaden para aumentar la eficacia de los surfactantes ya sea mejorando la solubilidad en aceite en sistemas de micro emulsiones o mejorando el comportamiento de fases. Los surfactantes anfóteros contienen grupos activos juntos como aniónicos-no aniónicos, iónicos-catiónicos, catiónicos-no aniónicos. El objetivo de un tensioactivo es conseguir una tensión interfacial baja a concentraciones y tasa de adsorción aceptables (Druetta et al.,2019).

2.3 Tensión interfacial

2.3.1 Definición

Es una propiedad de la interfaz entre dos fases inmiscibles. Cuando ambas fases son líquidas se denomina tensión interfacial, cuando una de las fases es el aire se denomina tensión superficial. La tensión interfacial es la energía de Gibbs por unidad de área de interfaz a temperatura y presión fijas. La tensión interfacial se produce porque una molécula cerca de una interfaz tiene interacciones moleculares diferentes de una molécula equivalente dentro del fluido estándar (Schlumberger, s.f).

Termodinámicamente, el exceso de energía libre en la interfase se produce por un desbalance de fuerzas actuando sobre las moléculas de cada fase, como consecuencia de su diferencia de densidades. En ingeniería de petróleos se busca reducir la tensión interfacial entre el crudo y la fase acuosa del yacimiento, ya que esto permite aumentar el número capilar. (Myers, 2006).

$$N_c = \frac{\mu \times U}{\sigma} \quad (1)$$

Donde en la ecuación 1, el número capilar (N_c) se ve afectado por la viscosidad (μ) del fluido de desplazamiento, la velocidad (U) Darcy de desplazamiento, σ es la tensión interfacial (IFT) entre el fluido desplazante y el fluido desplazado (Gbadamosi et al., 2019).

Hay que mencionar, además que el número capilar (N_c) está inversamente relacionado con la saturación de petróleo residual y directamente relacionado con la recuperación de petróleo. En consecuencia, un número capilar más alto se traducirá en una mayor recuperación de petróleo.

Ahora bien, el aumento del N_c puede lograrse aumentando la viscosidad del fluido de desplazamiento (μ), aumentando la velocidad del fluido de inyección (U), aunque los aumentos anteriormente mencionados en la práctica tienen limitaciones mecánicas por el diseño de bombas para suministrar el fluido y sobrepasar la presión de fractura del yacimiento, por lo tanto, se busca reducir la *IFT* ya que en la práctica este método puede usarse para aumentar el N_c en 1000 veces (Gbadamosi et al., 2019).

En medios porosos el petróleo, gas y agua coexisten como fluidos distintos a causa de la inmiscibilidad de un fluido con otro, además la fuerza de atracción entre las moléculas de cada fluido es diferente. En la interfaz o límite de dos fluidos inmiscibles, se desarrolla una película muy fina del orden de 10^{-7} mm. En los poros de una roca, la tensión interfacial y la tensión superficial afecta las características del flujo de fluidos en los siguientes términos (Satter & Iqbal, 2016):

- Tasa de flujo de fluidos en medios porosos
- Presión de las fases individuales del fluido
- Preferencia de un fluido a fluir

Los efectos de la tensión interfacial y tensión superficial se reflejan en el rendimiento del yacimiento, así mismo, afecta otras propiedades dinámicas de la roca como la mojabilidad, presión capilar y permeabilidades relativas (Satter & Iqbal, 2016). Por otro lado, la unidad normalmente empleada es dina/cm que es equivalente al mN/m y el comportamiento de la tensión interfacial se ve influenciado por la presión, temperatura, salinidad, características del crudo y presencia de surfactantes (Quintana Suárez, 2022).

2.3.2 Métodos y técnicas de medición de tensión interfacial

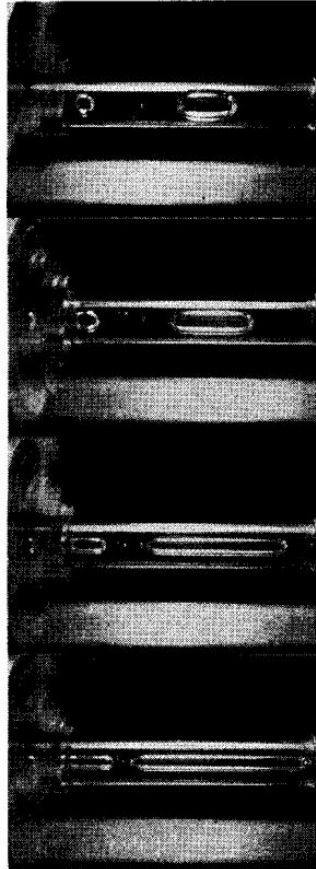
2.3.2.1. Tensiómetro de gota giratoria.

Este instrumento es especial para la medición de tensión interfacial con la aplicación de surfactantes o tensioactivos ya que puede realizar mediciones por debajo de 10^{-2} mN/m. Un tubo que contiene una gota de la fase menos densa inmersa en la fase más densa gira a lo largo de su eje a gran velocidad, la tensión interfacial es función de la geometría de la gota deformada, las densidades y la velocidad de rotación (Schlumberger, s.f).

Las dos fases por investigar se colocan en un recipiente cerrado que gira a una velocidad conocida alrededor de un eje horizontal. Bajo la influencia de las fuerzas de rotación y de tensión superficial, la fase más ligera adoptará la forma de equilibrio de una burbuja alargada a lo largo del eje de rotación como se observa en la Figura 2. Si la longitud de la burbuja es mayor que el radio, la forma de la burbuja puede aproximarse a la de un cilindro circular con extremos semiesféricos (Vonnegut, 1942).

Figura 2.

Deformación de burbujas a diferentes fuerzas de rotación.



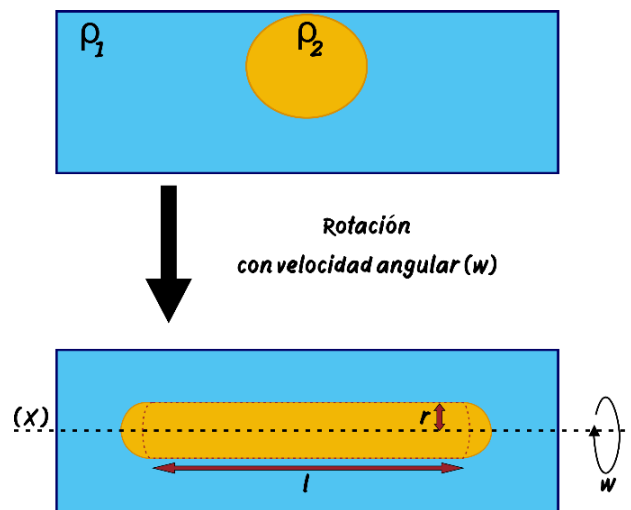
Nota. Adaptado de Rotating bubble method for the determination of surface and interfacial tensions (p. 6), por Vonnegut, B. (1942), Review of scientific instruments, 13(1), 6-9.

Debido a la rotación producida alrededor del eje horizontal (X) del capilar de medición y la aceleración centrífuga (ω^2 [donde ω es la velocidad de rotación]) los líquidos se separan según su densidad, es decir, el líquido más denso será empujado fuera del centro, mientras que el líquido menos denso formará una gota en el eje de rotación. Dicho alargamiento depende de la tensión interfacial entre los líquidos, por lo tanto, una tensión interfacial más baja dará como

resultado una forma más alargada de la gota, mientras que una tensión interfacial más alta dará como resultado una gota más centrada. Mientras aumenta la velocidad de rotación, la gota se volverá plana debido a las fuerzas más fuertes aplicadas por el líquido más denso de tal forma que, la gota se deforma cilíndricamente y su área interfacial aumenta como se observa en la Figura 3. La tensión interfacial contrarresta este aumento de área y, por lo tanto, se determina analizando la forma de la gota en equilibrio (Dataphysics, s.f).

Figura 3.

Deformación de la gota con el principio de la gota giratoria.



Nota. Adaptado de Determination of Low Interfacial Tensions with the DataPhysics Instruments Spinning Drop Video Tensiometer (p. 1), por Dataphysics (s.f), DataPhysics Instruments GmbH.

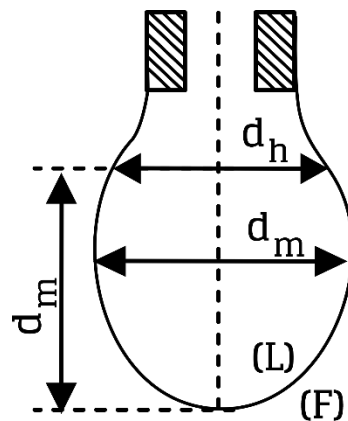
2.3.2.2. Método de gota colgante.

En el Método de la Gota Pendiente como se muestra en la Figura 4, consiste en una gota de líquido que se deja suspendida en el extremo de un tubo capilar. Se determina la tensión a partir

de la elongación vertical (deformación) que provoca la fuerza de gravedad (de SALAGER, 2005), dicho de otro modo, la tensión se determina con iteraciones derivadas de la ecuación de Young-Laplace que equilibra las fuerzas gravitacionales con la tensión interfacial que soporta a la gota, todo a partir de la geometría de esta misma, el método es útil para tensiones intermedias y puede presentar problemas experimentales por la estabilidad de la gota y la mojabilidad del tubo capilar (Quintana Suárez, 2022).

Figura 4.

Geometría de la gota en el método gota colgante



Nota. Adaptado de Protocolo para Definir el Cálculo de la Tensión Interfacial por Medio del Angulo de Contacto y la Circunferencia de las Gotas Sésiles y Colgantes (p. 38), por Quintana Suárez, 2022, Universidad Industrial de Santander.

Una vez formada la gota, esta es fotografiada y las dimensiones medidas, para calcular la tensión Interfacial utilizando la Ecuación 2; donde $(\Delta\rho)$ es la diferencia de densidades entre la gota y el medio en que está inmersa, (g) es la constante gravitacional, (d_g^2) es el máximo diámetro

ecuatorial de la gota y (H) un factor de corrección de forma adimensional (API RP-42, s.f).

$$\sigma = \frac{(\Delta\rho) \times g \times d_g^2}{H} \quad (2)$$

2.4 Mojabilidad

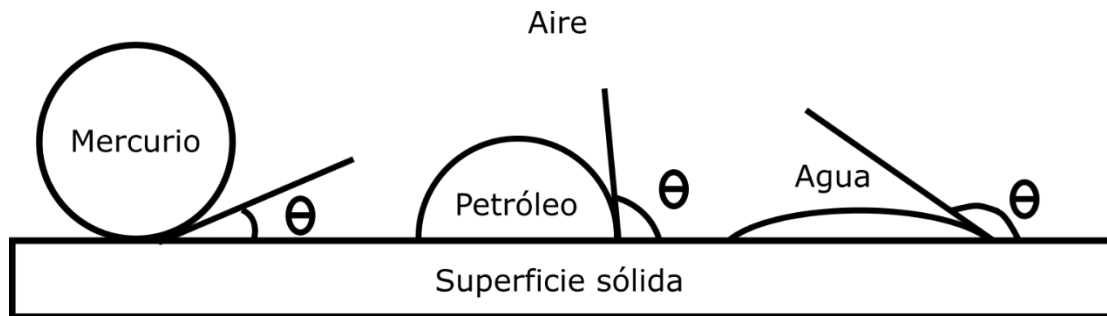
2.4.1 Definición

Según (Paris de Ferrer, 2009) la mojabilidad es la tendencia de un fluido a adherirse a una superficie sólida en presencia de otro inmisible, tratando de ocupar la mayor área de contacto posible. Este concepto se ilustra en la Figura 5, donde se presenta una superficie sólida en la que se han colocado pequeñas gotas de tres líquidos.

Por tanto, la forma geométrica del fluido variara según la preferencia de la roca o material, es decir, si la superficie no es a fin al fluido en contacto, este presenta una forma geométrica esférica y entre mayor sea la predilección para mojar por el fluido, este puede verse como una semi-esfera o inclusive perder su forma geométrica para esparcirse sobre la superficie.

Figura 5.

Ilustración de la mojabilidad.



Nota. Adaptado de Fundamentos de ingeniería de yacimientos (p. 268), por Paris de Ferrer, M. (2009), Ediciones Astro Data.

Otro rasgo de la mojabilidad es la interacción entre la roca y los fluidos que se almacenan o fluyen a través de sus poros, determinando la forma en que los fluidos se desplazan en el proceso dinámico de producción. La preferencia puede ser mojada al agua, al aceite o mixta. Sobre la mojabilidad se pueden destacar los siguientes puntos (Satter & Iqbal, 2016):

- La mojabilidad es función de la tensión interfacial entre los fluidos en los poros, así mismo, de la tensión entre los fluidos y los poros.
- La mojabilidad esta influenciada por la mineralogía de la matriz de la roca y la composición de los fluidos en esta.
- Puede verse alterada cuando el agua inyectada entra en contacto con ciertos compuestos químicos.
- Para desplazar crudo es más favorable que la roca sea mojada por agua.

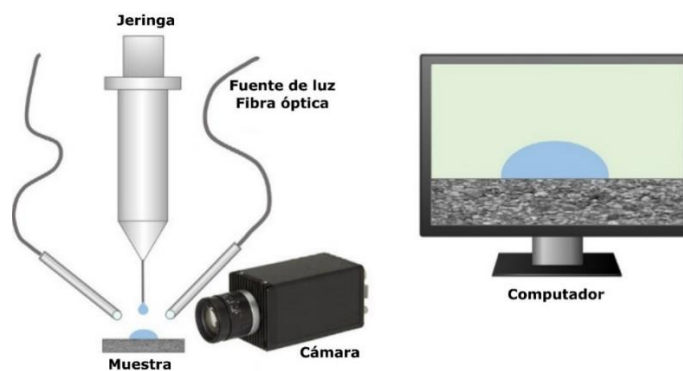
2.4.2 Métodos y técnicas de determinación de mojabilidad

2.4.2.1. Ángulo de contacto.

El ángulo de contacto se determina mediante el método de la gota sessile o sessile modificado los cuales varían levemente, ya que, para el método sessile se utiliza un cristal mineral pulido y plano que se monta en una celda compuesta totalmente por materiales inertes para evitar la contaminación. Por su parte, el método de gota sessile modificado utiliza dos cristales minerales planos y pulidos, montados paralelamente, generalmente dicho cristal es de cuarzo o calcita limpia con el fin de simular las areniscas o los carbonatos, dejando reposar en una salmuera de formación simulada (Abdallah et al., 2007, p. 10). Luego, se deja reposar una gota de petróleo crudo puesta en contacto con la superficie. Cabe resaltar que la mojabilidad de las arcillas no se puede examinar utilizando este método (León et al., 2009, p. 32). En la figura 6 se observa un esquema típico de equipo un analizador de forma de gota.

Figura 6.

Esquema de medición de ángulo de contacto

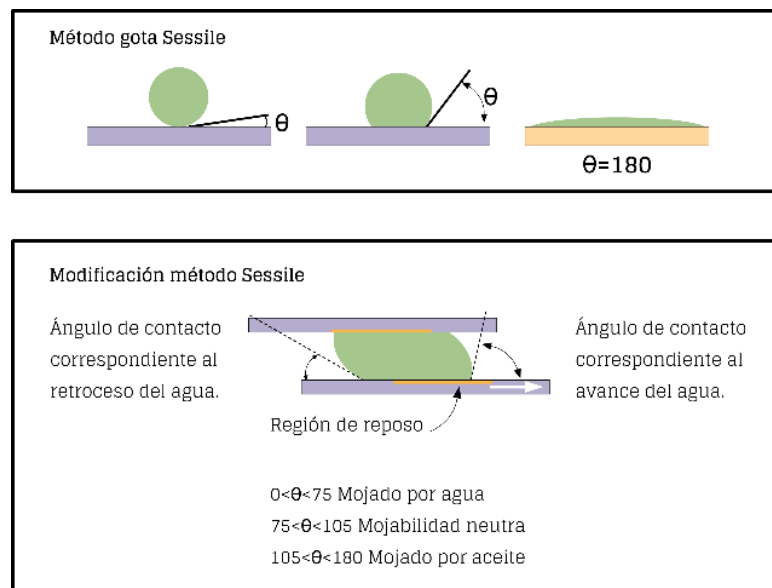


Nota. Adaptado de Core Analysis A Best Practice Guide (p.317), por McPhee et al., 2015, Elsevier.

El ángulo de contacto medido a través del agua (fase más densa). Cuando es menor que 90° , se dice que la superficie es preferencialmente mojada por agua, y cuando es mayor a 90° , se dice que la superficie es preferencialmente mojada por aceite. Si es exactamente 90° , ningún tipo de fluido moja preferencialmente el sólido, el ángulo de contacto medido a través del aceite cuando está entre 0° y 60° o 75° , el sistema se define como mojado por agua. Cuando esta entre 180° y 105° o 120° , el sistema se define como mojado por aceite. En la mitad del rango de los ángulos de contacto, el sistema está mojado neutralmente o es de mojabilidad intermedia (León et al., 2009, p. 32). En la Figura 7 se puede observar la medición del ángulo de contacto.

Figura 7.

Método de ángulo de contacto.



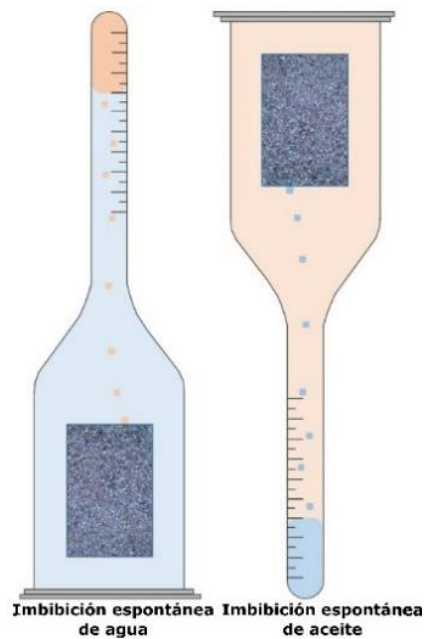
Nota. Adaptado De Comparación De Técnicas Cualitativas Y Cuantitativas Para La Determinación De La Mojabilidad Del Campo Colorado, Formación Mugrosa [Recurso Electrónico] (p. 32), Por León Pabón Et Al., 2009, UIS.

2.4.2.2. Índice de mojabilidad de Amott.

El método de Amott, también conocido como Amott-Harvey combina la imbibición (en celda de Amott) y el desplazamiento forzado (mediante bombeo o centrifuga) para determinar el índice de mojabilidad de un núcleo.

Figura 8.

Celdas de Amott



Nota. Adaptado de Core Analysis A Best Practice Guide (p.326), por McPhee et al., 2015, Elsevier.

En la Figura 8. Se observa la celda de Amott para imbibición, en el proceso de imbibición de agua se desplaza aceite de forma natural o espontánea, mientras que en el proceso de imbibición de aceite se desplaza agua de forma espontánea. En la Tabla 1 se encuentran los índices de Amott, con sus respectivas ecuaciones.

Tabla 1.

Índices de Amott.

I	Índice de mojabilidad Amott Harvey	$I = I_w - I_o$
I_o	Índice de mojabilidad al aceite	$I_o = \frac{V_{wnat}}{V_{wnat} + V_{wfor}}$
I_w	Índice de mojabilidad al agua	$I_w = \frac{V_{onat}}{V_{onat} + V_{ofor}}$
V_{onat}	Volumen de aceite recuperado por desplazamiento natural o espontaneo	
V_{wnat}	Volumen de agua recuperado por desplazamiento natural o espontaneo	
V_{onat}	Volumen de agua recuperado por desplazamiento forzado	
V_{ofor}	Volumen de agua recuperado por desplazamiento forzado	

La mojabilidad de una roca según los valores resultantes de los métodos de Amott y ángulo de contacto se contemplan en la Tabla 2.

Tabla 2.

Índices de mojabilidad

Índice	Tendencia		
	Mojada al agua	Mojabilidad neutra	Mojada al aceite*
I _w	+	0	0
I _o	0	0	+
I	0.3 a 1.0	-0.3 a 0.3	-0.3 a -1
Ángulo de contacto Mínimo	0	60-75°	105-120°
Ángulo de contacto Máximo	60-75°	105-120°	180

Nota. Adaptado de Core Analysis A Best Practice Guide (p.329-330), por McPhee et al., 2015, Elsevier.

2.5 Nanotecnología

2.5.1 Definición

La Organización Internacional de normalización (ISO, 2018) define la nanotecnología como la comprensión y el control de la materia y los procesos a nanoescala, típicamente, pero no exclusivamente, por debajo de 100 nanómetros en una o más dimensiones. Análogamente, la nanotecnología permite utilizar las propiedades de los materiales a nanoescala que difieren de las propiedades de los átomos individuales, las moléculas y la materia a granel, para crear materiales, dispositivos y sistemas mejorados que exploten estas nuevas propiedades.

Para una mejor comprensión de la nanotecnología se delimita una escala nanométrica que abarca un rango específico, de 1nm a 100nm ($1\text{nm} = 1 \times 10^{-9}\text{m}$) y se definen los nanomateriales como aquel material que posee al menos una de sus dimensiones externas en escala nanométrica, o que contiene una estructura interna o superficial en dicha escala. Conviene subrayar que los nanomateriales pueden presentar diferentes formas, ya sean nanopartículas, nanohojas, etc. Las nanopartículas son aquellas cuyas 3 dimensiones externas se encuentran en escala nanométrica; por su parte las nanohojas tienen 1 de sus dimensiones en escala nanométrica y 2 en mayor proporción (Lövestam et al., 2010; ISO, 2015).

La nanotecnología en términos de ingeniería se ocupa de la fabricación y el uso de dispositivos tan pequeños que la unidad de medida se encuentra en la escala anteriormente mencionada (nanómetro). Según (Fletcher & Davis, 2010) es posible definir la nanotecnología, en términos de ingeniería, como el “control directo de materiales y dispositivos en la escala molecular y atómica”.

Conviene destacar que una de las principales ideas para apuntar a la aplicación de la nanotecnología en el ámbito de la ingeniería, son las características de los materiales al tener propiedades físicas diferentes de las que poseen normalmente a escala macro. De modo que como lo indica (Thomas et al., 2014, p. 9) se podrían combinar las ventajas de los materiales tradicionales con los nanomateriales con el fin de crear nuevas generaciones de productos mejorados que pueden integrarse en sistemas complejos, siendo aprovechado por las industrias en la resolución problemas técnicos.

2.5.2 *Nanopartículas y nanomateriales*

Las nanopartículas llevan el prefijo “nano” del griego “muy pequeño”, su tamaño les otorga excelentes propiedades eléctricas, ópticas, magnéticas y físicas como áreas superficiales significativas. Las propiedades pueden ser optimizadas mediante la elaboración de nanomateriales, gracias a diferentes configuraciones estructurales resultado de métodos de síntesis de materiales (Tabla 3) (Salem et al., 2022).

Como se menciona en líneas anteriores, los nanomateriales destacan por su composición, propiedades, recalcando la característica de que al menos una de sus dimensiones que lo componen se encuentra en escala nanométrica. En la actualidad se intentan avanzar en su aplicación, en industrias como la energía, construcción, los materiales, la medicina, etc.

Según (Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el trabajo, 2015) los nanomateriales se pueden encontrar en el medio ambiente en forma natural o como un subproducto no intencionado que se deriva de un proceso industrial, conocidos como nanomateriales accidentales o partículas ultrafinas. Cuando estos nanomateriales son creados de forma intencional para realizar

una tarea específica, se pueden diseñar con propiedades (mecánicas, eléctricas, ópticas) diferentes e inclusive superiores a las del material en tamaño no nano.

Tabla 3.

Métodos de síntesis de nanopartículas

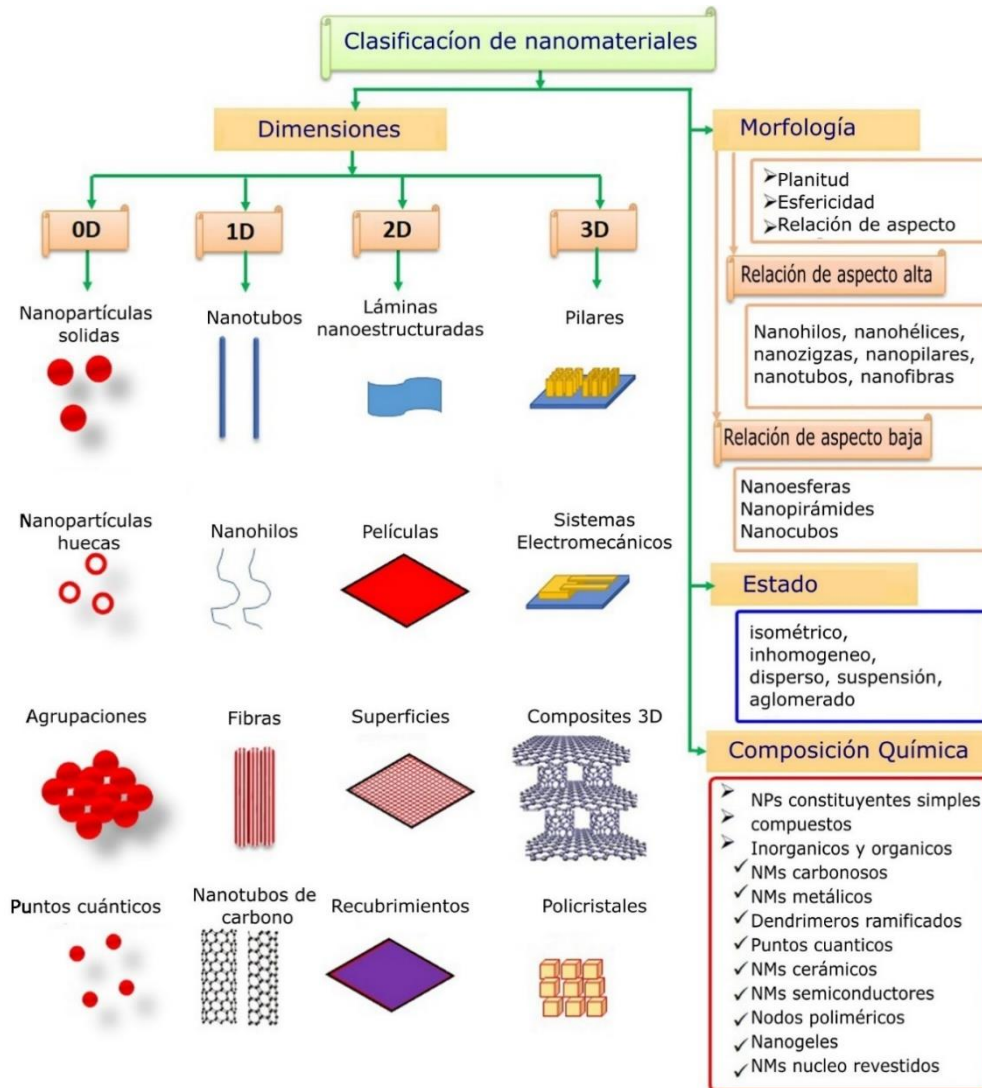
Métodos de síntesis de nanopartículas	Métodos físicos	Litografía en fase gaseosa
		Litografía por haz de electrones
		Molienda de polvo
		Ablación por pulsos de laser
		Aerosol
	Métodos químicos	Coprecipitación
		Sonoquímica
		Descomposición térmica
		Micro emulsión
		Hidrotérmico
		Deposición electroquímica
	Métodos biológicos	Hongos
		Algas
		Bacterias
		Levaduras
Plantas		

Nota. Adaptado de A comprehensive review of nanomaterials: Types, synthesis, characterization, and applications (p. 6), por Salem, S. S., Hammad, E. N., Mohamed, A. A., & El-Dougdoug, W, 2022, Biointerface Res. Appl. Chem, 13(1), 41.

Los nanomateriales se pueden clasificar según sus dimensiones, morfología, estado y composición química, en la figura 9. Se desglosa la clasificación de los nanomateriales:

Figura 9.

Clasificación de nanomateriales



Nota. Adaptado de Nanomaterials: Classification, properties, and environmental toxicities por Tawfik A. Saleh (p. 4), 2020, Environmental Technology & Innovation.

2.6 Nanotecnología en la ingeniería del petróleo

2.6.1 *Aplicaciones en la industria petrolera*

Algunos ejemplos de la aplicación de nanotecnología en la industria petrolera son: nanosensores para medir con precisión las condiciones de los yacimientos, nano catalizadores para mejorar la refinación del petróleo y procesos petroquímicos, nano membranas para una mejor separación de petróleo, gas y agua y la eliminación de impurezas del petróleo y aguas residuales.

En perforación la aplicación de nanotecnología ha tenido usos en la mejora del lodo de perforación, en beneficio de las propiedades reológicas y de la torta de lodo (filtrado y compactación) en esta área se ha usado nano sílices. En el tratamiento de aguas residuales se ha utilizado nanomateriales por su gran área superficial, como la nano fibra de celulosa para la adsorción de contaminantes orgánicos y metales pesados. En la purificación del petróleo y gas, se usan membranas entrecruzadas con nano fibras de celulosa y poliamideamina-epiclorhidrina (PAE) en el caso del petróleo y membranas con diferentes nano composites enlazados con sílice/polidimetil siloxano (PDMS) para la purificación del gas. En catálisis para refinamiento se ha implementado nano catalizadores de carbono, ayudando a reducir la viscosidad de crudos pesados en presencia de calor generado por microondas, los principales retos son la síntesis y estabilidad de nano catalizadores metálicos. Como anticorrosivo se ha implementado composites de GO y poliestireno, al igual que óxido de silicio (Peng et al., 2018).

2.6.2 *Aplicaciones en procesos de recuperación mejorada*

Los métodos de recobro que más se asocian a nanotecnología son los métodos químicos, en estos existen avances en la alteración de la mojabilidad con nanopartículas funcionalizadas de

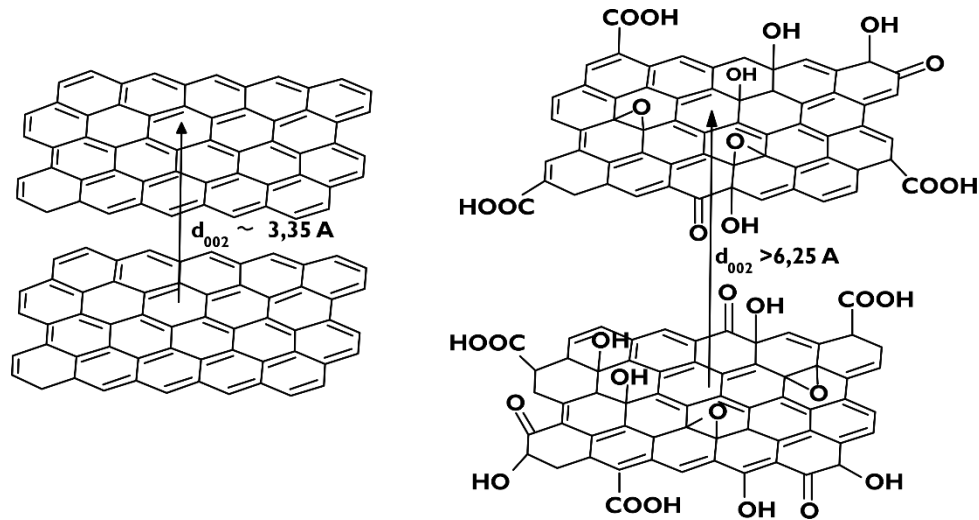
sílice y disminución de la tensión interfacial mediante simulación de dinámica molecular (Miranda et al., 2012), al igual que nanopartículas de óxido de grafeno modificado (Jafarbeigi et al., 2021). En cuanto a la inyección de polímeros se ha investigado la aplicación de nanopartículas de sílice para mejorar el comportamiento reológico de las soluciones poliméricas (Maghzi et al., 2014).

En la inyección de espuma se ha evaluado mediante la inundación de micro modelos con una preparación de espumas de nitrógeno, surfactantes aniónicos y nanopartículas de óxido de sílice, observándose mayor tolerancia a la temperatura y recuperación de aceite (Sun et al., 2014).

2.7 Óxido de grafeno

2.7.1 Grafeno

“El grafeno es una estructura bidimensional de carbono, con capas simples de carbonos con hibridación sp^2 acomodados en anillos de seis miembros. Tiene el aspecto de un enrejado de átomos de carbono unidos por enlaces σ , además, cada átomo de carbono en la malla tiene un orbital π que contribuye en la deslocalización electrónica. La principal diferencia entre el grafito y el grafeno es la separación laminar de las capas del enrejado, se puede considerar el grafeno como una capa unitaria del arreglo multilaminar que constituye el grafito. La ruptura de las capas es reflejada en el incremento del espacio interlineal desde 3,35 Å para el grafito y más de 6,25 Å para el GO” (Contreras Ortiz, 2021, p. 32).

Figura 10.*Estructura del grafito y el grafeno*

Nota. Adaptado de síntesis y caracterización de óxido de grafeno funcionalizado para la remediación de aguas de producción de la industria petrolera (p. 32), por Contreras Ortiz, 2022, Universidad Industrial de Santander. La principal diferencia entre el grafito y el grafeno (izquierda y derecha de la figura 10, respectivamente) es la separación laminar de las capas de enrejado, así mismo, el grafeno se puede considerar una capa unitaria del arreglo que constituye al grafito.

2.7.2 Óxido de grafeno (GO)

El óxido de grafeno es un compuesto obtenido del óxido de grafito, que a su vez proviene del grafito, para su obtención se realiza un proceso que consta de distintas etapas: exfoliación del grafito, oxidación del grafito exfoliado, purificación del grafito oxidado, y finalmente, conversión del óxido de grafito a óxido de grafeno (Contreras Ortiz, 2021). Existen métodos como el de Brodie, Staudenmaier, Hummers y modificaciones de estos. El más popular es el método de Hummers, en

primer lugar, este sustituye el KClO_3 por KMnO_4 como agente de oxidación, por lo que se elimina la producción de gases tóxicos y se acorta el tiempo de oxidación, además, es fácil exfoliar el producto restante en agua. (Cao & Zhang, 2015)

El uso y avance de nano biotecnología con nanomateriales basados en el grafeno está creciendo rápidamente y presentan un gran potencial en obtención de imágenes, terapia fototérmica, inhibición bacteriana, administración de fármacos y desarrollo de biosensores. Sin embargo, es fundamental que los nanomateriales no sean tóxicos, dispersables en agua y biocompatibles. Las investigaciones más interesantes en biomedicina estudian el óxido de grafeno funcional como plataforma de administración de fármacos para el tratamiento de células cancerosas. En el campo ambiental las nanohojas de grafeno GNS se estudia para su uso en purificación, desinfección, descontaminación, reutilización, recuperación y desalinización del agua, a través de la técnica de adsorción, las nanohojas de óxido de grafeno GONS, con grupos funcionales orgánicos y óxidos metálicos presentan mayor eficiencia en la adsorción de contaminantes en sistemas acuosos. Para el monitoreo de problemas ambientales y de salud son prometedoras nanoestructuras híbridas basadas en óxido de grafeno y óxidos metálicos en la fabricación de sensores sensibles, pequeños, de bajo costo y consumo energético. (Mishra & Pathania, 2018)

2.7.3 Propiedades y características del óxido de grafeno

Debido a sus propiedades electrónicas y mecánicas, como la alta conductividad térmica el grafeno tiene una amplia gama de aplicaciones, como material de almacenamiento de energía, supercondensador, resonador, célula solar, electrónica, sensor, etc. Adicionalmente la funcionalización del grafeno o incrustación de grupos funcionales ayuda a potenciar propiedades

como la solubilidad, dispersabilidad y estabilidad química además de ampliar la aplicación a campos como baterías, sensores, supercondensadores, películas conductoras, nanotecnología, etc. (Mishra & Pathania, 2018)

El grafeno puede usarse como material de soporte en sistemas catalíticos heterogéneos debido a que presenta propiedades como una estructura bidimensional, alta porosidad y área superficial, excelentes propiedades electrónicas y estabilidad mecánica y térmica. En supercondensadores las configuraciones bidimensionales (2D) del grafeno son idóneas para condensadores de película fina por su excelente conductividad, actividad electroquímica y estabilidad, así mismo, las estructuras tridimensionales (3D) del grafeno, funcionalizadas con óxidos metálicos, nanopartículas metálicas y polímeros conductores son idóneas para supercondensadores debido a su estructura funcional de baja densidad, alta porosidad, gran área superficial, conductividad eléctrica y estabilidad estructural. (Mishra & Pathania, 2018)

3 Diseño experimental y metodología

3.1 Diseño de experimentos

Considerando el caso de un ingeniero que desea conocer cuál de las variables de un proceso tiene mayor impacto en el producto final, el ingeniero puede proceder de distintas formas (Gutiérrez & De La Vara, 20012):

- Prueba y error: seleccionar aleatoriamente diferentes combinaciones de las variables cada vez que desee realizar un experimento, rara vez obtendrá información de utilidad con este método.
- Experimentación de un factor a la vez: mantener todos los factores constantes excepto uno, lo cual es ineficaz si existe interacción entre los factores.
- Utilizar un experimento diseñado estadísticamente: establecer una secuencia de experimentos que permita obtener la máxima información sobre los factores y sus interacciones en el menor número de experimentos posible.

El diseño de experimentos es la forma más eficaz de hacer pruebas, consiste en determinar cuáles pruebas y de qué manera se deben realizar para obtener datos, que al ser analizados proporcionen evidencias objetivas útiles para responder los interrogantes planteados. El diseño de experimentos (DDE) es un conjunto de técnicas activas, es decir, manipula el proceso en busca de mejoras.

Para entender en qué consisten los distintos diseños experimentales es necesario tener en cuenta distintos conceptos:

- Factores experimentales: variables que pueden tener influencia sobre la respuesta en los experimentos, son manipulables. Cuando no se pueden controlar se denominan factores de ruido.
- Respuesta: respuesta de una variable dependiente de los cambios en los factores experimentales.

- Niveles: valor, categoría o clase de los factores experimentales, también se conocen como poblaciones.
- Arreglos: está constituido por la combinación de niveles concretos de cada uno de los factores experimentales.
- Factor de bloque: conjuntos de experimentos en los que se nulifica o se toma en cuenta, de forma adecuada, factores que puedan afectar la respuesta, los experimentos que se agrupan en un bloque deben resultar más homogéneos que el conjunto total de datos.
- Ejecuciones: número total de experimentos.

Teniendo en cuenta las distintas definiciones, los diseños experimentales se pueden clasificar según su finalidad o requerimientos en:

- Diseños categóricos: Los diseños categóricos se centran en la comparación de niveles de los factores categóricos, es decir, factores con un número finito de niveles que pueden no tener un orden lógico (Statpoint Technologies, 2020) p.ej. género, nacionalidad, etnia.
- Diseños de mezclas: Los diseños de mezclas se aplican cuando los factores experimentales son componentes de una mezcla, puesto que las proporciones deben sumar una cantidad fija, generalmente un 100%, los factores no varían independientemente, además, la respuesta depende de dichas proporciones (Statpoint Technologies, 2020).
- Diseños factoriales: Los diseños factoriales se utilizan para evaluar los efectos de los distintos factores, cada factor tiene un rango de cobertura y número de niveles propio, en estos diseños se realizan todas las combinaciones posibles entre los distintos niveles de cada factor experimental, por lo cual, los diseños factoriales son útiles para estudiar la interacción entre factores. Para nombrar diseños factoriales se utiliza p.ej. la notación

“diseño factorial 3^2 ” en caso de presentarse un modelo con dos factores experimentales, cada uno con tres niveles.

- Diseños de superficie de respuesta: Los diseños de superficie respuesta se utilizan para generar corridas adicionales a los experimentos, usualmente cuando se tienen niveles bajos y altos para los factores se añaden puntos intermedios, que no siempre son la media entre el nivel bajo y alto (Statpoint Technologies, 2020).
- Arreglos interno y externo: Estos diseños se emplean cuando las respuestas son relativamente insensibles a factores de ruido (incontrolables), el experimento consiste en un conjunto de arreglos donde se varían los factores controlables y otro conjunto donde se varían los factores de ruido (Statgraphics Centurion XVII User Manual, 2014).

3.2 Metodología

3.2.1 Materiales y equipos

3.2.1.1. Crudo. El crudo usado para los experimentos es el Casabe 1467, un crudo pesado de la formación Mugrosa del campo Casabe, la gravedad del crudo es de 19.35°API y la composición SARA es la siguiente:

Tabla 4.

Análisis SARA crudo Casabe

ID muestra	Fracción [%p/p]				
	Saturados	Aromáticos	Resinas	Asfáltenos	Volátiles
Crudo	39,1	25,8	21,2	11,9	2,0

3.2.1.2. Salmuera. Se empleo la salmuera Casabe 1467, en las tablas 5 y 6 se observa respectivamente su análisis fisicoquímico y composición:

Tabla 5.*Análisis fisicoquímico salmuera Casabe 1467*

MUESTRA	pH	T	Cl ⁻	HCO ₃ ⁻	CO ₃ ⁼	SO ₄ ⁼
		(°C)	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L
Casabe 1467	7,37	19,4	4301	366	0	4

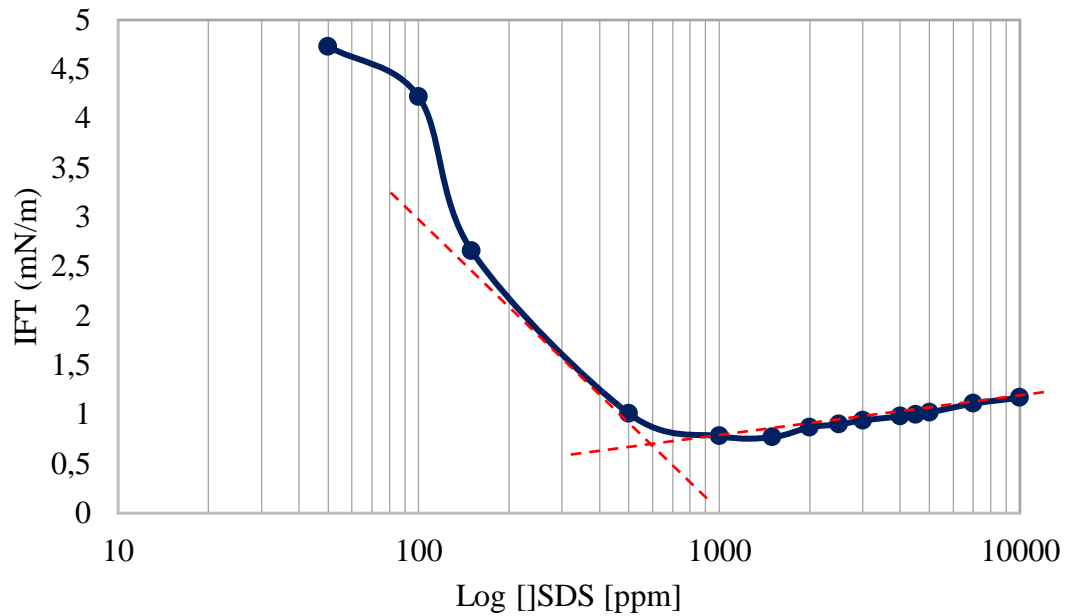
Tabla 6.*Composición salmuera Casabe 1467*

Muestra	NaCl	KCl	MgCl ₂ *6H ₂ O	CaCl ₂ *2H ₂ O	SrCl ₂ *6H ₂ O	BaCl ₂
	g/L	g/L	g/L	g/L	g/L	g/L
Casabe 1467	0,521	0,003	0,098	0,037	0,002	0,002

3.2.1.3 Surfactante dodecil sulfato sódico (SDS). El SDS (C₁₂H₂₅OSO₃⁻Na⁺) es uno de los surfactantes aniónicos más utilizados para fines de investigación bioquímica y adsorción en interfaces emulsionadas o micro emulsionadas (Bhattarai et al., 2014). En el presente proyecto se determinó que la concentración micelar critica CMC del SDS con el equipo DSA25E Krüss, el resultado fue de 650 ppm como se evidencia en la Figura 11, a esta concentración la *IFT* observada será un punto de comparación para las tensiones obtenidas con la aplicación de nanopartículas.

Figura 11.

Gráfica para determinación de CMC del SDS



3.2.1.4 Espectrofotómetro Hach DR6000. Ubicado en el parque tecnológico de Guatiguará en el laboratorio 106 del edificio de investigaciones, el equipo ofrece escaneo de longitud de onda de alta velocidad en el espectro visible y UV, se empleó para realizar la prueba de adsorción del GO a 630nm, con resultado de 3,869.

Figura 12.

Espectrofotómetro DR6000



Nota. Tomado de Espectrofotómetro DR6000, por Hach (s.f), Hach Colombia.

3.2.1.5 Refractómetro RFM960. Ubicado en el parque tecnológico de Guatiguará en el laboratorio 106 del edificio de investigaciones, el equipo destaca por la fácil verificación, utilización y limpieza, se empleó para la medición del índice de refracción IR del GO el cual fue de 1,333

Figura 13.

Refractómetro RFM960



Nota. Tomado de Digital Refractometer, RFM960 (Bellingham + Stanley) por Avantor (s.f).

3.2.1.6 Equipo DSA25E Krüss. Equipo perteneciente del Centro de Investigaciones de Catálisis (CICAT) y empleado para la medición de *IFT* en los experimentos, el equipo además de tensiones interfaciales (hasta 2000mN/m con una resolución de 0,01mN/m) puede medir ángulo de contacto con diferentes métodos, debido a su versatilidad, así como, herramientas de dosificación y componentes ópticos de calidad.

Figura 14.

Equipo DSA25E Krüss



Nota. Modificado de Drop Shape Analyzer DSA25E por Krüss (s.f). Krüss Scientific

4 Resultados

En esta sección se describe la preparación de los materiales, diseño experimental y el procedimiento de las mediciones de tensiones interfaciales.

4.1 Preparación del crudo

El crudo casabe 1467 se deshidrato por centrifugado para obtener un indicio del contenido de agua, se observó un alto contenido consecuentemente, se procedió a deshidratar el crudo mediante ultrasonido en periodos largos de tiempo constantemente, con un uso considerable del ultrasonido se pasó el crudo a centrifuga para terminar el proceso de deshidratación en varias ocasiones para alcanzar un porcentaje mínimo de agua, el BSW final fue del 0,7%.

4.2 Selección de la concentración de nanopartículas, salinidad y pH

Se elaboró una serie de formulaciones con diferentes concentraciones de Calcio y solidos totales disueltos con el fin de implementarse en el diseño experimental, en el proceso se calcularon los miligramos de las sales $\text{CaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ y NaCl :

Tabla 7.

Miligramos requeridos en sales para preparación de salmueras

Ca⁺⁺	TDS	NaCl	CaCl₂*H₂O
ppm	ppm	mg	mg
80	900	440,2	1230
80	600	440,2	780
80	300	440,2	330
60	900	330,1	1260
60	600	330,1	810
60	300	330,1	360
40	900	220,1	1290
40	600	220,1	840
40	300	220,1	390

Se observó que el calcio causa precipitación de GO en las soluciones, lo cual se comprobó con pruebas de compatibilidad con soluciones de 900 ppm de $\text{CaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ con 100, 500 y 1000

ppm de GO. Este comportamiento se asocia con la potencial zeta y la estabilidad de las suspensiones coloidales, al añadir calcio se afecta el valor del potencial zeta del óxido de grafeno (-44,1 mV) y por lo tanto las fuerzas electrostáticas entre partículas, finalmente se decidió no añadir calcio en las formulaciones, debido a que incluso en concentraciones bajas de GO se observó incompatibilidad con el calcio.

Se construyó una curva de salinidad para seleccionar los valores adecuados para el diseño, se estableció un valor constante para la concentración de GO de 200ppm y diferentes valores de salinidad, se preparó 25 mL de cada formulación:

Tabla 8.

Volúmenes de salmuera para preparar disoluciones

Concentración Salmuera ppm	Volumen Salmuera cc
100	0,0443
200	0,0887
300	0,1330
400	0,1774
500	0,2217
600	0,2661
700	0,3104
800	0,3547
900	0,3991
1000	0,4434

Al observar la estabilidad de las soluciones, se decide trabajar con un límite de 900 ppm ya que a partir de 1000 ppm se presentan precipitados de óxido de grafeno (Anexo A), se trabajaron valores equidistantes de 300, 600 y 900 ppm. La concentración de nanopartículas de GO máxima

se estableció en 900 ppm de igual manera para evitar soluciones inestables y además en concentraciones mayores no sería atractivo a mayor escala en términos económicos, se usaron las mismas concentraciones equidistantes.

Se prepararon las disoluciones y todas presentaron estabilidad aun después de 3 meses de observación periódica (Anexo A). También es importante el pH, ya que se considera un factor relevante según mencionan algunos autores como (Jafarbeigi et al., 2021; Radnia et al., 2017) en la adsorción del óxido de grafeno, esto se debe a que a determinados valores de pH el GO se protona ocasionando que se precipite, mientras que a determinados valores causa un puente entre la superficie de la roca y el GO, permitiendo una mejor adsorción, la ionización se da en los grupos funcionales hidroxilos (-OH) y carbonilos (-C=O) los cuales hacen la superficie del GO más negativa a pHs básicos formando soluciones menos estables (Radnia et al., 2017). por ello se incluye en el modelo experimental valores de pH de 4, 6 y 8.

4.3 Síntesis y caracterización del óxido de grafeno

4.3.1 Síntesis del óxido de grafeno

La síntesis del óxido de grafeno se realizó mediante el método de Hummer modificado (Gómez, 2022). Siguiendo los pasos a continuación:

1. Tamizar grafito a 38 micras.
2. Tapar con vinipel y agitar en caso de no pasar el tamiz.
3. Obtener 2 gramos del grafito tamizado.
4. Se dispone de 120 mL de ácido sulfúrico por gramo, en total 240mL en un vaso de precipitado.

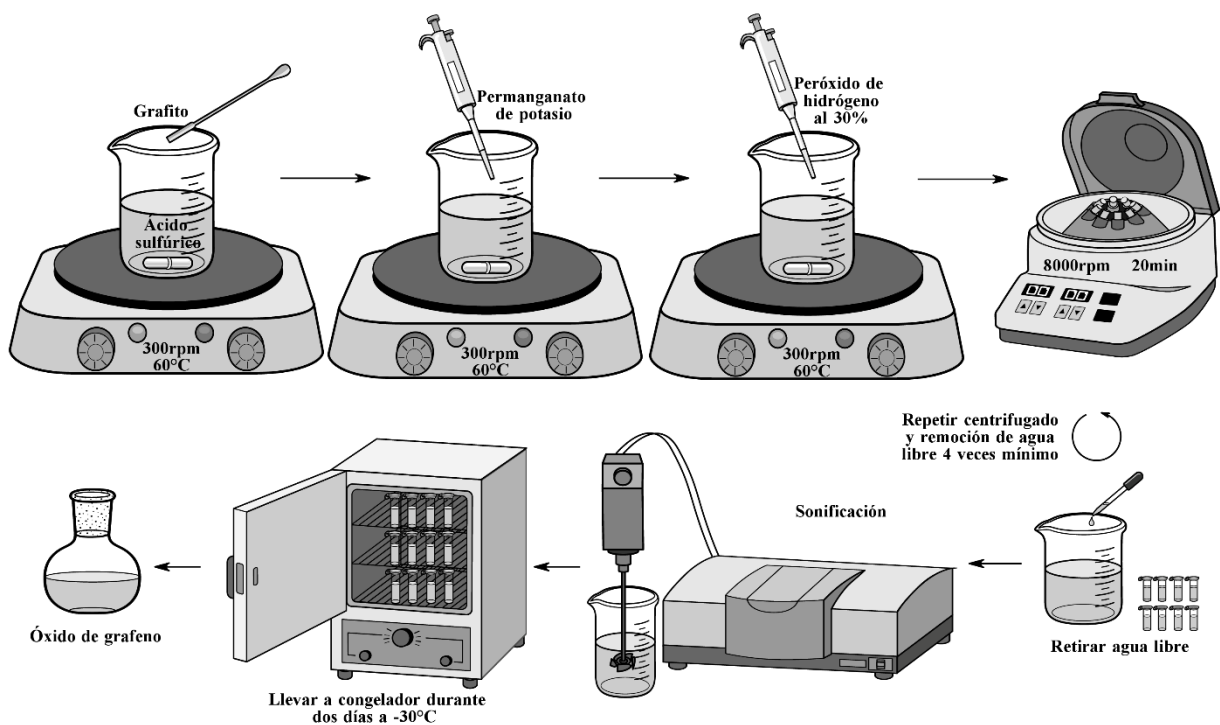
5. Se ubica el vaso de precipitado en una plancha de agitación y se añaden los 2 gramos de grafito.
6. Se homogeniza la solución con agitación magnética a 300 rpm durante 10 a 15 minutos.
7. Se lleva la muestra a 60°C, se verifica con termómetro dado las pérdidas de la plancha.
8. El termómetro se introduce en un shot con aceite para estabilizar la temperatura y no romperlo.
9. Cuando se estabilice la temperatura, se añade 6 gramos de permanganato de potasio por gramo de grafito, 12 gramos en total.
10. El permanganato se añade de a 0,5 gramos cada 6 minutos.
11. La agitación continua a 60°C durante 22 horas.
12. Pasado el tiempo se detiene el calentamiento y se preparan 5mL de peróxido de hidrogeno al 30%, se añade de a poco con un transfer (20-200 micras) hasta que el vórtice deje de efervescer, se afora con agua hasta los 500mL, se añade una parte antes y el resto después de añadir el peróxido, se detiene la agitación y se tapa el vaso con vinipel dejando un orificio para que los vapores salgan, y se deja la solución decantar durante 8 horas.
13. Se toman 6 tubos de centrifuga plásticos, lavados con agua destilada y agua tipo 1, se llenan hasta el 80% de su capacidad y se pesan con apoyo en un vaso de precipitado, los pesos deben ser iguales por ello se aforan con agua tipo 1 hasta conseguirlo.
14. Los tubos se llevan a centrifuga a 8000 rpm durante 20 minutos.
15. Se saca el agua libre de los tubos y se aforan con agua tipo 1 para centrifugar, se repite por lo menos 4 veces con el cuidado de no extraer producto al retirar el agua libre.
16. Se lavó 5 veces hasta obtener un pH de 5-6, se procede a sonificar

17. En la sonificación se usa un vaso de precipitado lavado con agua destilada y tipo 1, un baño de hielo que se cambia cada 20 minutos se busca que la boquilla de la sonda se ajuste al vaso.
18. Se toman tres tarros bien lavados y se anota el peso de cada uno, llenamos con 5 mL cada tarro y se tapan tipo árabe, se llevan al congelador a -50°C por dos días y se baja a -30°C para no romper los recipientes.

Luego de la liofilización la concentración fue de 2266 mg/L, el proceso de síntesis se resume en la Figura 15:

Figura 15.

Síntesis del óxido de grafeno.

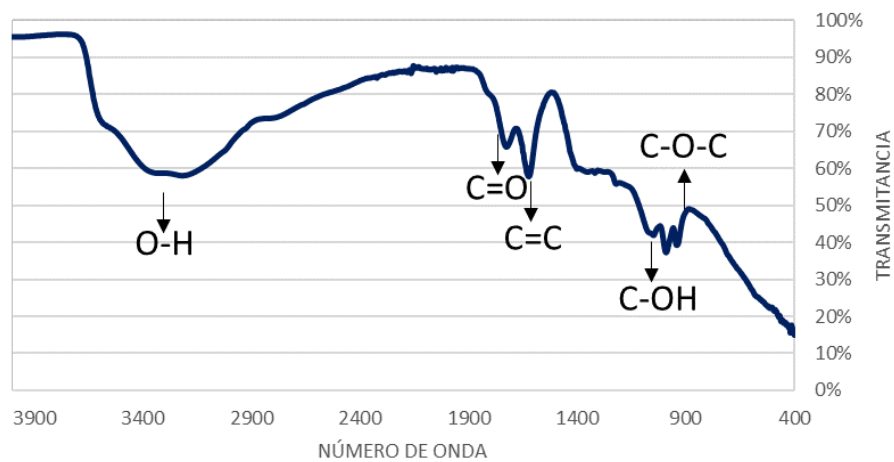


4.3.1 Caracterización del óxido de grafeno

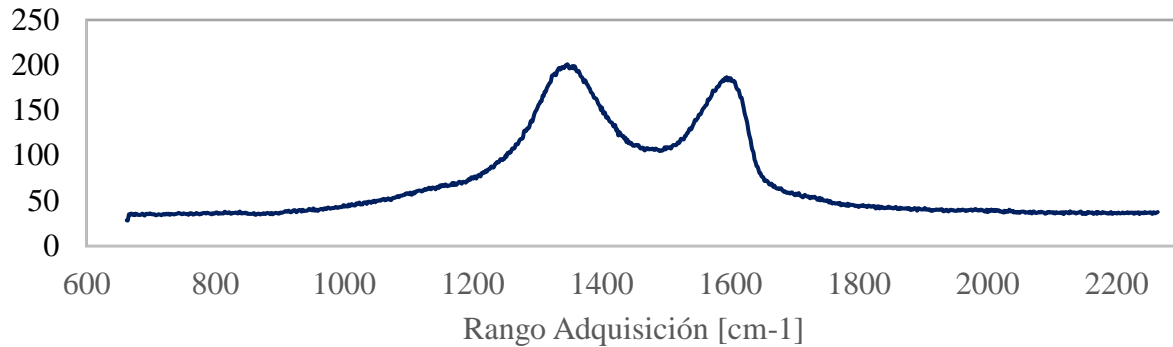
Para caracterizar el óxido de grafeno se observa el espectro infrarrojo en la Figura 16. Donde se identifica la respuesta típica de grupos funcionales característicos con presencia de oxígeno, los cuales se forman debido a la oxidación del grafito.

Figura 16.

Espectro FTIR GO



En el espectro Raman (Figura 17.) se reconocen la banda D con una señal de 1317 cm⁻¹ y la banda G con una de 1600 cm⁻¹, estas se interpretan respectivamente como singularidades de los grupos funcionales y vibraciones de los átomos con hibridación sp² del carbono.

Figura 17.*Espectro Raman GO*

4.4 Diseño experimental

Para obtener la información deseada de una serie de experimentos es necesario realizar un diseño experimental, con la finalidad de ejecutar un análisis de varianza (*ANOVA*), se opta por un diseño factorial a tres niveles 3^3 , así se trabaja con un nivel bajo, intermedio y alto para cada uno de los factores (pH, [] Nanos (GO) y *TDS* (sólidos totales disueltos)) y se tienen todas las combinaciones posibles entre los distintos niveles de cada factor en un bloque, en total el diseño está compuesto por 27 experimentos o arreglos. Los factores y el diseño del experimento a seguir se evidencian a continuación en las tablas 9 y 10 respectivamente:

Tabla 9.*Factores experimentales*

Factores	Unidades	Niveles		
		Bajo	Intermedio	Alto
pH	Adimensional	4	6	8
[]Nanos	ppm	300	600	900
TDS	ppm	300	600	900

Tabla 10.

Diseño experimental

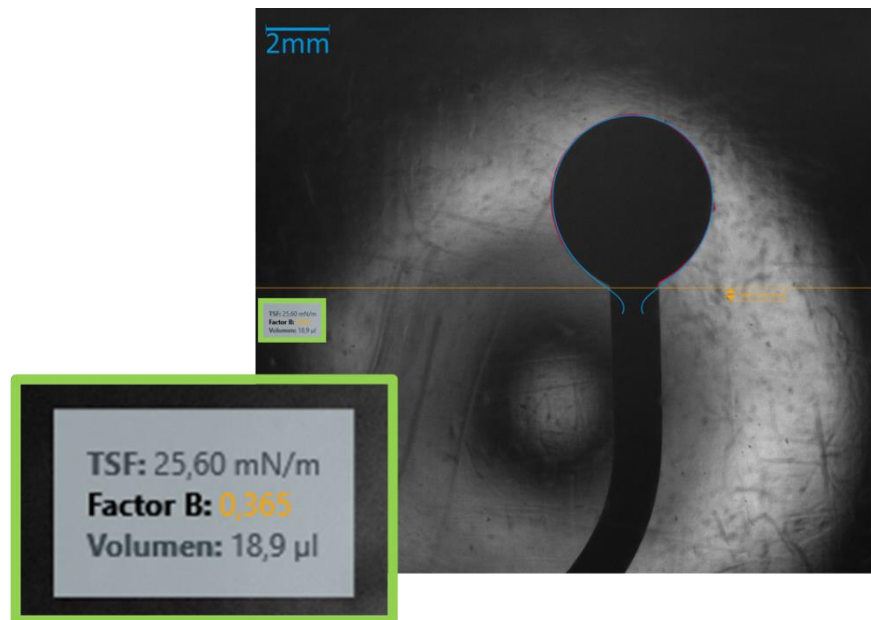
#	pH	[] Nanos ppm	TDS ppm
1	4	300	300
2	6	300	300
3	8	300	300
4	4	600	300
5	6	600	300
6	8	600	300
7	4	900	300
8	6	900	300
9	8	900	300
10	4	300	600
11	6	300	600
12	8	300	600
13	4	600	600
14	6	600	600
15	8	600	600
16	4	900	600
17	6	900	600
18	8	900	600
19	4	300	900
20	6	300	900
21	8	300	900
22	4	600	900
23	6	600	900
24	8	600	900
25	4	900	900
26	6	900	900
27	8	900	900

4.5 Medición de tensión interfacial

Para realizar las pruebas, se utilizó el equipo DSA25E Krüss, con el método de la gota colgante y ajuste de Young-Laplace para la tensión interfacial. el método consiste en dosificar crudo a través de una aguja (inversa o en forma de u por ser el crudo menos denso) de modo que se mantenga colgando de esta mientras está inmersa en un medio (en este caso las disoluciones formuladas). La geometría de la gota captada por una cámara de alta resolución y los cálculos realizados por el software Krüss Advance (capturas en Apéndice B) en base a esta determinan el valor de la tensión interfacial, así mismo el software facilita la dosificación del crudo para formar gotas.

Figura 18.

IFT a pH=8, []Nanos=900ppm y TDS=900ppm



En la Figura 18. Se observa la interfaz del software Advance de Krüss en una de las mediciones de tensión interfacial. Sin la aplicación de nanopartículas la tensión interfacial medida fue de 64,66 mN/m, en la Tabla 11 se encuentran las mediciones resultado de los experimentos.

Tabla 11.

Resultados experimentales

#	pH	□ Nanos	TDS	IFT	Disminución IFT
		ppm	ppm	mN/m	%
1	4	300	300	55,35	14%
2	6	300	300	61,69	5%
3	8	300	300	27,82	57%
4	4	600	300	29,08	55%
5	6	600	300	25,91	60%
6	8	600	300	22,68	65%
7	4	900	300	26,58	59%
8	6	900	300	23,49	64%
9	8	900	300	24,30	62%
10	4	300	600	36,34	44%
11	6	300	600	22,56	65%
12	8	300	600	32,87	49%
13	4	600	600	31,50	51%
14	6	600	600	28,18	56%
15	8	600	600	24,59	62%
16	4	900	600	50,47	22%
17	6	900	600	35,61	45%
18	8	900	600	22,12	66%
19	4	300	900	27,51	57%
20	6	300	900	38,85	40%
21	8	300	900	25,06	61%
22	4	600	900	26,04	60%
23	6	600	900	36,04	44%
24	8	600	900	26,00	60%
25	4	900	900	27,11	58%
26	6	900	900	22,60	65%
27	8	900	900	25,60	60%

5 Análisis de resultados

Ejecutada la parte experimental, se analizan los resultados en busca de relacionar la tensión interfacial con los factores experimentales.

5.1 Análisis estadístico

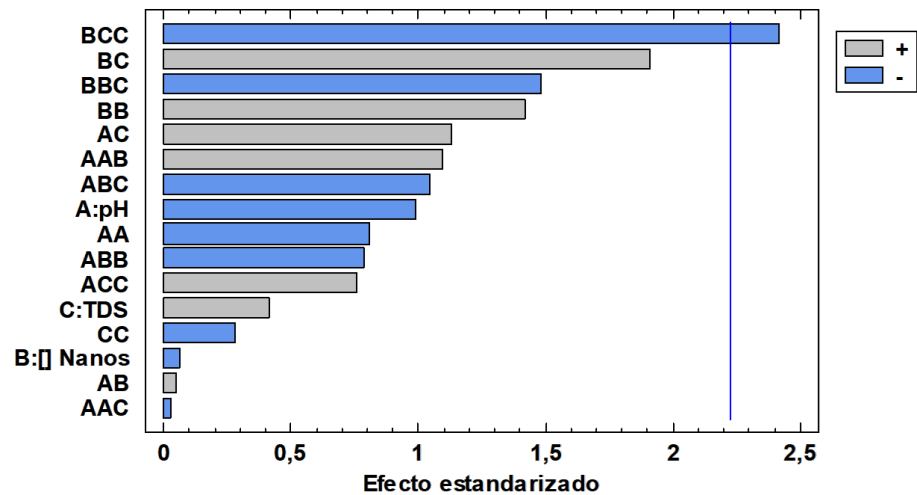
Las *IFT* obtenidas en los experimentos es la respuesta de las variaciones entre los distintos niveles de los factores, cada uno de estos factores realiza un aporte sobre los cambios que se evidencian en la tensión. En esta sección se busca formular arreglos óptimos para obtener valores bajos de tensión interfacial, por lo tanto, es importante establecer cuales factores tienen efectos estadísticamente significativos sobre la *IFT*.

El análisis de varianza (ANOVA) se realiza en el software Statgraphics, en el cual se ingresa el diseño experimental y el resultado de las mediciones de *IFT*, el ANOVA particiona la variabilidad de la tensión debido a los diferentes factores (pH, [] Nanos y *TDS*), se observa el estadístico “valor-P”, el cual, debe ser menor a 0,05 para considerar factores con efectos estadísticamente significativos con un nivel de confianza del 95%.

Tabla 12.*Análisis de varianza ANOVA*

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
A: pH	66,3921	1	66,3921	0,98	0,3453
B: [] Nanos	0,24964	1	0,24964	0,00	0,9528
C: TDS	11,7506	1	11,7506	0,17	0,6857
AA	44,1731	1	44,1731	0,65	0,4379
AB	0,143008	1	0,143008	0,00	0,9642
AC	86,457	1	86,457	1,28	0,2847
BB	136,613	1	136,613	2,02	0,1858
BC	246,432	1	246,432	3,64	0,0854
CC	5,20802	1	5,20802	0,08	0,7871
AAB	81,09	1	81,09	1,20	0,2993
AAC	0,046225	1	0,046225	0,00	0,9797
ABB	42,012	1	42,012	0,62	0,4490
ABC	73,872	1	73,872	1,09	0,3207
ACC	38,5434	1	38,5434	0,57	0,4678
BBC	149,328	1	149,328	2,21	0,1682
BCC	396,408	1	396,408	5,86	0,0360
Error total	676,691	10	67,6691		
Total (corr.)	2695,18	26			

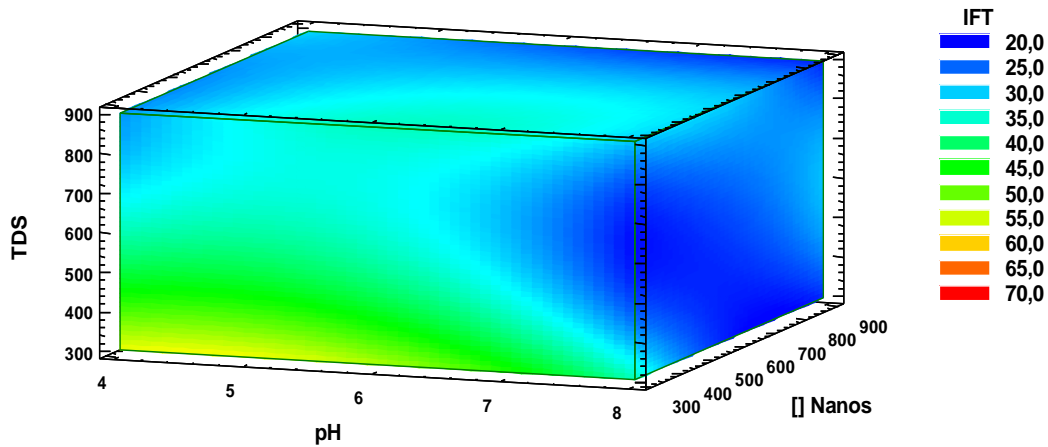
En la Tabla 12. Se observa que la interacción entre la concentración de nanopartículas (B) y los sólidos totales disueltos (C) tienen un efecto significativo sobre la tensión interfacial.

Figura 19.*Diagrama de Pareto*

El diagrama de Pareto (Figura 19) indica el efecto estandarizado de los factores así como la relación de proporción de estos con la tensión interfacial, en gris se observa una relación directa y en celeste una relación inversa, es decir que el pH y la concentración de nanopartículas tienen una relación inversa, mientras que los sólidos totales disueltos una relación directa con la *IFT*, no obstante, en este diagrama al igual que con el ANOVA se particiona la variabilidad de cada factor por separado, por lo que se recomienda observar el comportamiento de la *IFT* en una superficie de respuesta con todas las variables.

Figura 20.

Superficie de respuesta estimada IFT



En la superficie de respuesta (Figura 20) se observan los menores valores de *IFT* a medida que se incrementan el pH, concentración de nanopartículas y solidos totales disueltos, conforme a esta tendencia se recomienda trabajar con los valores más altos de pH, [] Nanos y *TDS*: 8, 900ppm y 900ppm respectivamente. Este análisis es de utilidad para la evaluación de la aplicación de nanopartículas para el recobro mejorado, principalmente al integrarse con análisis de la alteración a la mojabilidad (Gómez, 2022).

Tabla 13.*Medias poblacionales de los factores experimentales*

Nivel	Casos	Media	Error Est.	Límite Inferior	Límite Superior
MEDIA GLOBAL	27	30,9611			
pH					
4	9	34,4422	2,89924	27,7566	41,1279
6	9	32,77	2,89924	26,0843	39,4557
8	9	25,6711	2,89924	18,9854	32,3568
[] Nanos					
300	9	36,45	2,89924	29,7643	43,1357
600	9	27,78	2,89924	21,0943	34,4657
900	9	28,6533	2,89924	21,9677	35,339
TDS					
300	9	32,9889	2,89924	26,3032	39,6746
600	9	31,5822	2,89924	24,8966	38,2679
900	9	28,3122	2,89924	21,6266	34,9979

Al tabular las medias poblacionales de los diferentes factores experimentales en la Tabla 13, se puede observar, bajo que valores se obtiene el resultado más deseable, que corresponde a los valores más altos de pH y TDS; además del valor intermedio de concentración de nanopartículas (600 ppm) presenta en promedio los valores más bajos de tensión interfacial. Al tomar una formulación con estos valores el pH, [] Nanos y TDS son: 8, 600, 900.

Tabla 14.*Formulaciones recomendadas*

Formulaciones	Factores		
	pH	[]Nanos	TDS
1	8	900	900
2	8	900	600
3	8	600	900
4	8	900	300

En la Tabla 14. Se presentan las formulaciones recomendadas para estudios complementarios o posteriores, dichas formulaciones fueron seleccionadas por los siguientes motivos:

1. Tendencia observada en superficie de respuesta (Figura 20).
2. Menor valor de tensión interfacial en los experimentos (22,12mN/m) (Tabla 11).
3. Menores medias poblacionales en los factores (Tabla 13).
4. Relación de proporcionalidad con la tensión interfacial (Figura 19).

6 Conclusiones

- I. Se observa que la aplicación de nanopartículas tiene efecto sobre la tensión interfacial en un sistema agua-crudo, aunque no se logra la tensión interfacial alcanzada por el surfactante SDS ($\cong 1 \text{ mN/m}$), la disminución que se obtiene al aplicar las formulaciones con las nanopartículas de óxido de grafeno es considerable, $22,12 \text{ mN/m}$ en el experimento con menor *IFT* frente a la tensión de $64,66 \text{ mN/m}$ sin aplicar las formulaciones, además, la mayoría de las formulaciones mantuvieron la *IFT* por debajo de 30 mN/m lo que supone en general una reducción mayor al 50% de la tensión interfacial.
- II. Los nano fluidos de GO logran reducir la tensión interfacial, debido a que se adsorben en la interfase de los fluidos atrayendo simultáneamente las moléculas de agua e hidrocarburos, aumentando su miscibilidad, lo que implica la disminución de *IFT* observada.
- III. Los factores experimentales: pH, concentración de nanopartículas y solidos totales disueltos, influyeron sobre la tensión interfacial, además, la interacción entre nanopartículas y solidos totales disueltos fue estadísticamente significativa en la variación de la *IFT*.
- IV. La concentración de óxido de grafeno recomendada para posteriores pruebas de compatibilidad fluido-fluido y roca-fluido es de 900 ppm en condiciones de pH de 8, y *TDS* de 900 ppm .

7 Recomendaciones

- I. Se recomienda someter a los nano fluidos de óxido de grafeno a pruebas en donde se evalúen otros parámetros que afectan la tensión interfacial como lo son la presión y temperatura, y la inclusión de surfactantes.
- II. Se sugiere evaluar la aplicación de nanopartículas en la alteración de mojabilidad como mecanismo de recobro mediante pruebas de ángulo de contacto e índice de mojabilidad de Amott-Harvey, estas pruebas de laboratorio se encuentran en proceso de ejecución y son sumamente importantes ya que en estas se conforman sistemas roca-fluido a condiciones de yacimiento.
- III. Elaborar composites con GO y establecer una comparativa con nano fluidos base en la reducción de la tensión interfacial, alteración de la mojabilidad y en la degradación de soluciones poliméricas.

Referencias bibliográficas

- Abdallah, W., Buckley, J., Carnegie, A., Edwards, J., Herold, B., Fordham, E., ... & Ziauddin, M. (2007). Los fundamentos de la mojabilidad. Seminario Schlumberger sobre mojabilidad. Oilfield Review, 19, 48-67.
- ANH. (2022). Datos y estadísticas. Informe de operaciones y regalías. Obtenido de <https://www.anh.gov.co/es/operaciones-y-regal%C3%ADas/datos-y-estadisticas/>
- API RP-42 (s.f). Laboratory Testing of Surface-Active Agents for Well Stimulation. American Petroleum Institute.
- Avantor (s.f). Digital Refractometer, RFM960 (Bellingham + Stanley). Avantor delivered by VWR. <https://si.vwr.com/store/product/16965599/digital-refractometer-rfm960-bellingham-stanley>
- Bhattarai, Ajaya & Niraula, Tulasi & Chatterjee, Sujeet. (2014). Sodium dodecyl sulphate: A very useful surfactant for Scientific Invetigations. The Journal of Knowledge and Innovation. 2. 111-113.
- Bhushan, B. (2017). Introduction to nanotechnology. In Springer handbook of nanotechnology (pp. 1-19). Springer, Berlin, Heidelberg.
- Bosch, A. (Ed.). (s.f.). Estadística aplicada básica (Segunda ed.). (J. Comas, Trad.) Purdue University.

Botett Cervantes, Rondon Anton, M. J., Muñoz Navarro, S. F., & Universidad Industrial de Santander. Escuela de ingeniería Petróleos. Tesis. (2017). EVALUACION DEL EFECTO DE LA MOJABILIDAD SOBRE LA RETENCION DE SURFACTANTE A PARTIR DE DESPLAZAMIENTOS EN MEDIOS POROSOS [recurso electrónico]. UIS.

BP. (2021). Statistical Review of World Energy. 70.

C. R. Miranda, L. S. Lara, B. C. Tonetto, “Stability and Mobility of Functionalized Silica Nanoparticles for Enhanced Oil Recovery Applications,” SPE International Oilfield Nanotechnology Conference and Exhibition, Noordwijk, 12–14 June 2012.

Caballero Abril, González Camacho, M. C., Niz Velásquez, E., & Maya Toro, G. (2018). ESTADO DEL ARTE DE LAS APLICACIONES DE LA NANOTECNOLOGIA EN RECOBRO MEJORADO [recurso electrónico]. UIS.

Cao, N., & Zhang, Y. (2015). Study of Reduced Graphene Oxide Preparation by Hummers' Method and Related Characterization. (L. Wen Ji, Ed.) Hindawi Publishing Corporation (168125). DOI: <http://dx.doi.org/10.1155/2015/168125>

Castro García, R. H., & Daza Ibagué, J. A. (2022). TECNOLOGÍAS DE INYECCIÓN DE POLÍMERO HPAM: REVIEW COLOMBIA. Oil production. Obtenido de <http://oilproduction.net/reservorios/eor/item/3700-eorcolombia>

Colciencias, ANH, Ministerio de minas y energía (2017). Convocatoria para la ejecución de proyectos de I+D+i en recobro mejorado de hidrocarburos (EOR). Departamento administrativo de ciencia, tecnología e innovación.

- Contreras Ortiz, S. N. (2021). Síntesis y caracterización de óxido de grafeno funcionalizado para la remediación de aguas de producción de la industria petrolera. Bucaramanga, Santander, Colombia: Universidad Industrial de Santander.
- Dataphysics (s.f). Determination of Low Interfacial Tensions with the DataPhysics Instruments Spinning Drop Video Tensiometer. DataPhysics Instruments GmbH.
- de SALAGER, R. E. A. (2005). Tensión interfacial. Cuaderno FIRP S203-A. Universidad de los Andes, Merida-Venezuela. P, 4-5.
- Druetta, P., Raffa, P., & Picchioni, F. (2019). Chemical enhanced oil recovery and the role of chemical product design. *Applied energy*, 252, 113480.
- Fletcher, A. J., & Davis, J. P. (2010, April). How EOR can be transformed by nanotechnology. In *SPE improved oil recovery symposium*. OnePetro.
- Garmroudi, A., Kheirollahi, M., Mousavi, S. A., Fattahi, M., & Mahvelati, E. H. (2022). Effects of graphene oxide/TiO₂ nanocomposite, graphene oxide nanosheets and Cedar extraction solution on *IFT* reduction and ultimate oil recovery from a carbonate rock. *Petroleum*, 8(4), 476-482.
- Gbadamosi, A. O., Junin, R., Manan, M. A., Agi, A., & Yusuff, A. S. (2019). An overview of chemical enhanced oil recovery: recent advances and prospects. *International Nano Letters*, 9, 171-202.
- Gómez, J. (2022). Alteración de la humectabilidad de una roca arenisca por adsorción de óxido de grafeno (OG). ACIPET.

Gutiérrez, H., & De La Vara, R. (2008). *Análisis y diseño de experimentos*. México DF: McGraw-Hill Interamericana.

Hach. (s.f). Espectrofotómetro DR6000. Hach Colombia.
<https://co.hach.com/espectrofotometros/espectrofotometro-dr6000/family?productCategoryId=53559430928>.

Halliburton. (s.f.). Chemical Enhanced Oil Recovery (cEOR) Pilot Design. Obtenido de <https://www.halliburton.com/en/resources/chemical-enhanced-oil-recovery>

Hulla, J. E., Sahu, S. C., & Hayes, A. W. (2015). Nanotechnology: History and future. *Human & experimental toxicology*, 34(12), 1318-1321.

Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el trabajo. (2015). *Seguridad y salud en el trabajo con nanomateriales*.

Ipiña, S., & Durand, A. (2008). *Inferencia estadística y análisis de datos*. (M. M. Romo, Ed.) Madrid, España: Pearson Educación S.A.

ISO (International Organization for Standardization). (2008). *ISO/TS 27687: Nanotechnologies- Terminology and definitions for nano-objects-Nanoparticle, nanofibre and nanoplate*.

ISO (International Organization for Standardization). (2015). *ISO/TS 80004-2: Nanotechnologies – Vocabulary - Part 2: Nano-objects*.

- Jafarbeigi, E., Kamari, E., Salimi, F., & Mohammadidoust, A. (2020). Experimental study of the effects of a novel nanoparticle on enhanced oil recovery in carbonate porous media. ELSEVIER. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2020.107602>
- Jafarbeigi, E., Salimi, F., Kamari, E., & Mansouri, M. (2021). Effects of modified graphene oxide (GO) nanofluid on wettability and IFT changes: Experimental Study for EOR applications. (Y.-H. Sun, Ed.) KeAi. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.petsci.2021.12.022>
- Krüß (s.f). Drop Shape Analyzer DSA25E. Krüss Scientific
- Lau, H. C., Yu, M., & Nguyen, Q. P. (2016). Nanotechnology for oilfield applications: Challenges and impact. Journal of Petroleum Science and Engineering. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.petrol.2017.07.062>
- León Pabón, Buendía Lombana, H., Carrillo Moreno, L. F., Mejía Pilonieta, T. J., & Zapata, J. F. (2009). COMPARACIÓN DE TÉCNICAS CUALITATIVAS Y CUANTITATIVAS PARA LA DETERMINACIÓN DE LA MOJABILIDAD DEL CAMPO COLORADO, FORMACIÓN MUGROSA [recurso electrónico]. UIS.
- Lövestam, G., Rauscher, H., Roebben, G., Klüttgen, B. S., Gibson, N., Putaud, J. P., & Stamm, H. (2010). Considerations on a definition of nanomaterial for regulatory purposes. Joint Research Centre (JRC) Reference Reports, 80, 00-41.
- Maghzi, A., Kharrat, R., Mohebbi, A., & Ghazanfari, M. H. (2014). The impact of silica nanoparticles on the performance of polymer solution in presence of salts in polymer flooding for heavy oil recovery. Fuel, 123, 123-132.

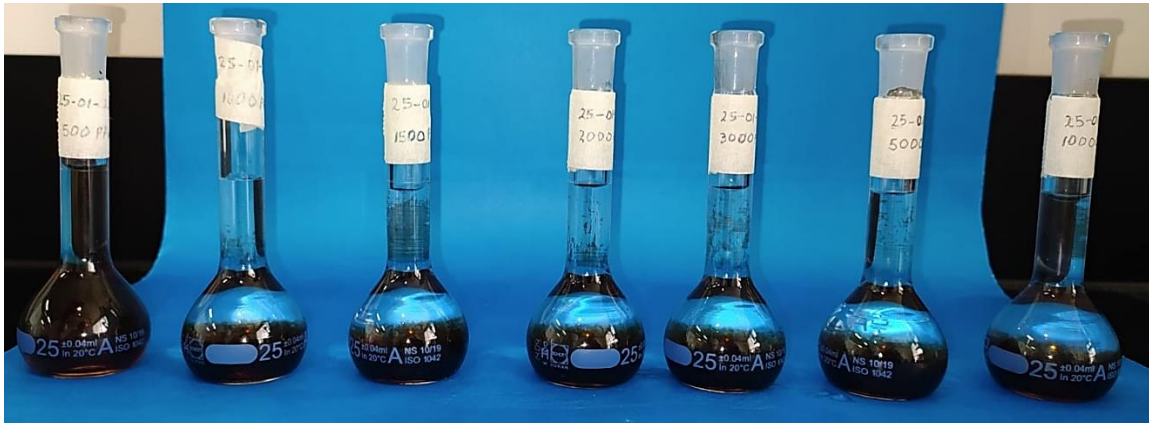
- Manrique Ventura, Espinosa, C., Ruiz G., S. M., Delgadillo Aya, C. L., & Díaz Guardia, V. M. (2020). Nuevas tecnologías de recobro químico y su aplicabilidad en yacimientos colombianos. Fuentes: El reventón energético, 18(2), 9–24. <https://doi.org/10.18273/revfue.v18n2-2020001>
- Minciencias. (2019). Convocatoria para adelantar nueva fase de ejecución de proyectos I+D+i en recobro mejorado de hidrocarburos. Propuestas de proyectos. Obtenido de <https://www.minciencias.gov.co/convocatorias/investigacion/convocatoria-para-adelantar-nueva-fase-ejecucion-proyectos-idi-en>
- Mishra, A. K., & Pathania, D. (2018). Graphene oxide: Advance in Research and Applications. Nova Science Publishers, Inc.
- Paris de Ferrer, M. (2009). Fundamentos de ingeniería de yacimientos. *Maracaibo: Ediciones Astro Data*.
- Peng, B., Tang, J., Luo, J., Wang, P., Ding, B., & Tam, K. C. (2018). Applications of nanotechnology in oil and gas industry: Progress and perspective. *The Canadian journal of chemical engineering*, 96(1), 91-100.
- Quintana Suárez, K. S. (2022). Protocolo para Definir el Cálculo de la Tensión Interfacial por Medio del Angulo de Contacto y la Circunferencia de las Gotas Sésiles y Colgantes. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander.
- Radnia, H., Solaimany Nazar, A. R. & Rashidi, A. (2017b, noviembre). Experimental assessment of graphene oxide adsorption onto sandstone reservoir rocks through response surface

- methodology. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 80, 34-45.
<https://doi.org/10.1016/j.jtice.2017.07.033>
- Salem, S. S., Hammad, E. N., Mohamed, A. A., & El-Dougdoug, W. (2022). A comprehensive review of nanomaterials: Types, synthesis, characterization, and applications. *Biointerface Res. Appl. Chem*, 13(1), 41.
- Sandersen, S. B. (2012). *Enhanced Oil Recovery with Surfactant Flooding*. Technical University of Denmark.
- Satter, A., & Iqbal, G. M. (2016). *Reservoir Engineering: The fundamentals, simulation, and management of conventional and unconventional recoveries*. Waltham, USA: ElSevier.
DOI: <https://doi.org/10.1016/C2013-0-13485-X>
- Schlumberger Energy Glossary. (s.f). interfacial tension. Schlumberger.
https://glossary.slb.com/en/terms/i/interfacial_tension.
- Schlumberger Energy Glossary. (s.f). spinning drop tensiometer. Schlumberger.
https://glossary.slb.com/en/terms/s/spinning-drop_tensiometer
- Statgraphics Centurion XVII User Manual. (2014). United States of America: Statpoint Technologies, Inc.
- Statgraphics Technologies, I. (2014). *Statgraphics Español: Análisis Estadístico Multivariante*.
Statgraphics Spanish: Multivariate Statistical Analysis. Obtenido de
<https://youtu.be/uqJjwOWZKxw>

- Statpoint Technologies, I. (Ed.). (2020). Documentación Statgraphics Centurion XIX.
- Sun, Q., Li, Z., Li, S., Jiang, L., Wang, J., & Wang, P. (2014). Utilization of surfactant-stabilized foam for enhanced oil recovery by adding nanoparticles. *Energy & Fuels*, 28(4), 2384-2394.
- Thomas, S., Rafiei, S., Maghsoodlou, S., & Afzali, A. (2014). *Foundations of nanotechnology, volume two: nanoelements formation and interaction*. CRC Press.
- Trdine, J. (2012). *Introduction to Enhanced Oil Recovery (EOR) Processes and Bioremediation of Oil-Contaminated Sites*. (L. Romero Zerón, V. Persen, & T. Smiljanic, Edits.) Rijeka, Croatia: InTech.
- Urrego, A. (17 de enero de 2022). Con los precios actuales del petróleo, el factor de recobro mejorado llegaría a 40%. *La república*. Obtenido de <https://www.larepublica.co/economia/con-los-precios-actuales-del-petroleo-el-factor-de-recobro-mejorado-llegaria-a-40-3286803>
- Vonnegut, B. (1942). Rotating bubble method for the determination of surface and interfacial tensions. *Review of scientific instruments*, 13(1), 6-9. Vonnegut, B. (1942). Rotating bubble method for the determination of surface and interfacial tensions. *Review of scientific instruments*, 13(1), 6-9.
- Zeppieri, S., Ramírez, Y., Molina, Y., & López, A. (2009). Estudio Experimental de la Tensión Interfacial Transitoria para Sistemas Alcanos-Agua-Triton X-100 empleando la Técnica de la Gota Emergente (Vol. 20(6)). Caracas, Venezuela. DOI: 10.1612/inf.tecnol.4119it.08

Apéndice A. Estabilidad de las soluciones.**Figura A1.**

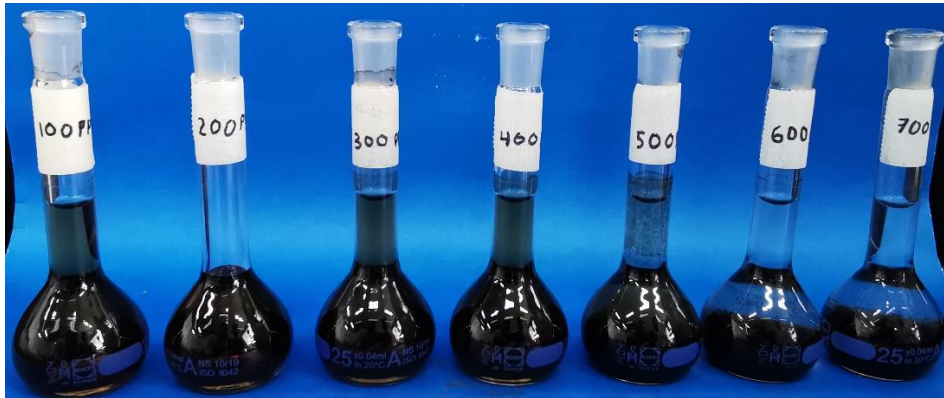
Estabilidad de las soluciones frente a variación en la salinidad



En la figura A1 se observan de izquierda a derecha disoluciones con 200 ppm de nano partículas de GO y 500, 1000, 1500, 2000, 3000, 5000, 10000 ppm de solidos totales disueltos (*TDS*), A partir de 1000 ppm de *TDS* se observan nano hojas de óxido de grafeno precipitadas al fondo de los recipientes, por lo que se preparan soluciones con menor *TDS* (Figura A2).

Figura A2.

Soluciones con menos de 1000 ppm de sólidos totales disueltos.

**Figura A3.**

Formulaciones 3 meses después de su preparación



En la figura A3 se observa un grupo de soluciones formuladas para realizar las pruebas de tensión interfacial, tras observar durante 3 meses no se observaron precipitados de nanopartículas de óxido de grafeno, de izquierda a derecha se observan las formulaciones:

1. Formulación #2: pH= 6, [] Nanos= 300 ppm y *TDS*= 300ppm
2. Formulación #8: pH= 6, [] Nanos= 900 ppm y *TDS*= 300ppm
3. Formulación #26: pH= 6, [] Nanos= 900 ppm y *TDS*= 900ppm
4. Formulación #7: pH= 4, [] Nanos= 900 ppm y *TDS*= 300ppm
5. Formulación #4: pH= 4, [] Nanos= 600 ppm y *TDS*= 300ppm

Apéndice B. Pruebas de tensión interfacial (IFT).

Figura B1.

$pH=4$, [] Nanos=300 ppm, TDS=300 ppm

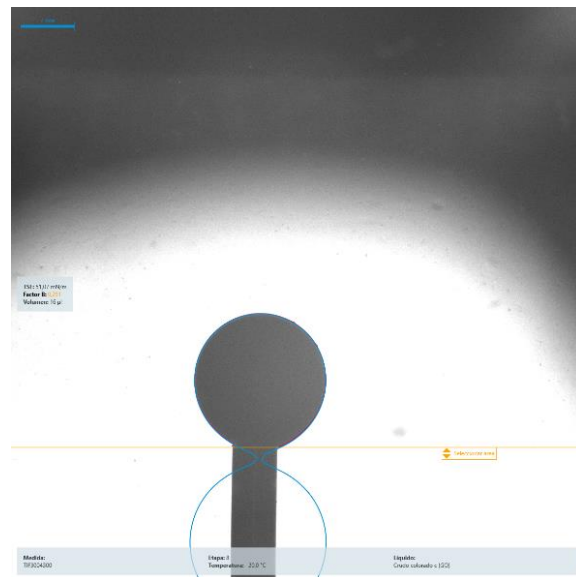


Figura B2.

$pH=6$, [] Nanos=300 ppm, TDS=300 ppm

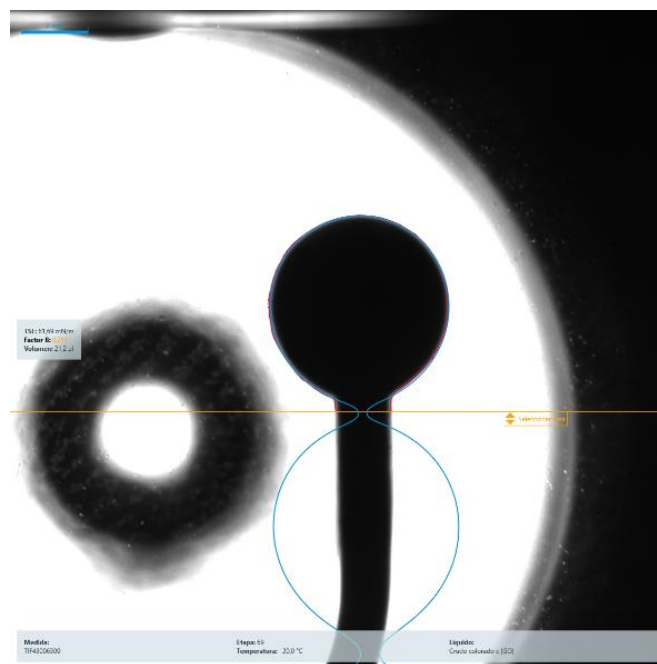


Figura B3.

pH=8, [] Nanos=300 ppm, TDS=300 ppm

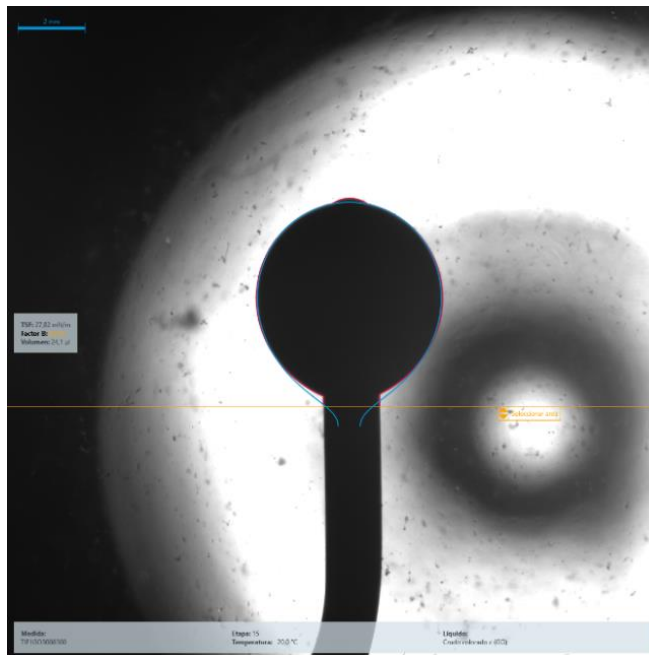


Figura B4.

pH=4, [] Nanos=600 ppm, TDS=300 ppm

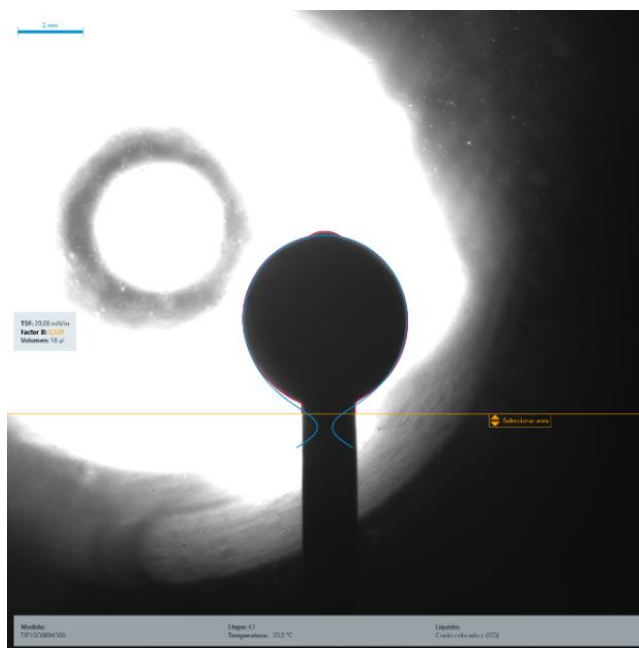


Figura B5.

pH=6, [] Nanos=600 ppm, TDS=300 ppm

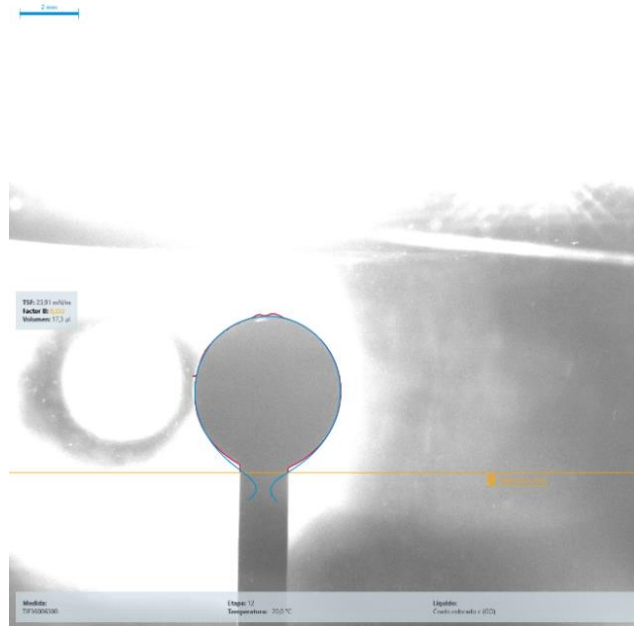


Figura B6.

pH=8, [] Nanos=600 ppm, TDS=300 ppm

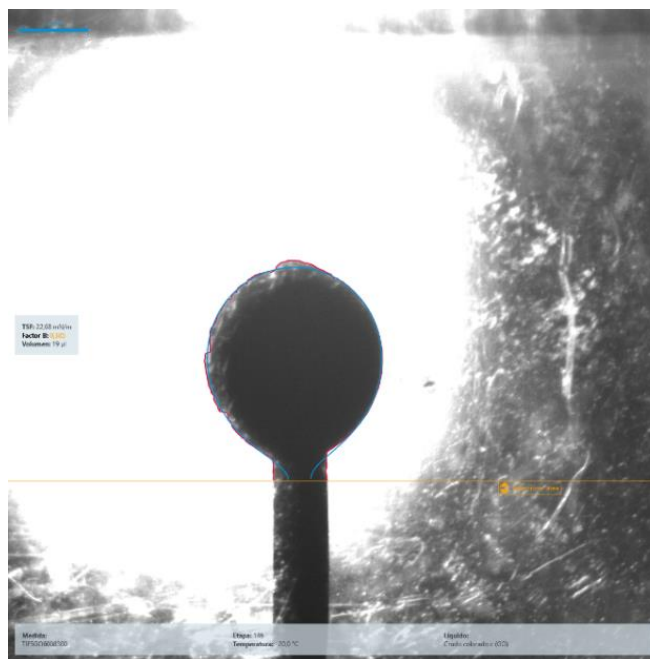


Figura B7.

pH=4, [] Nanos=900 ppm, TDS=300 ppm

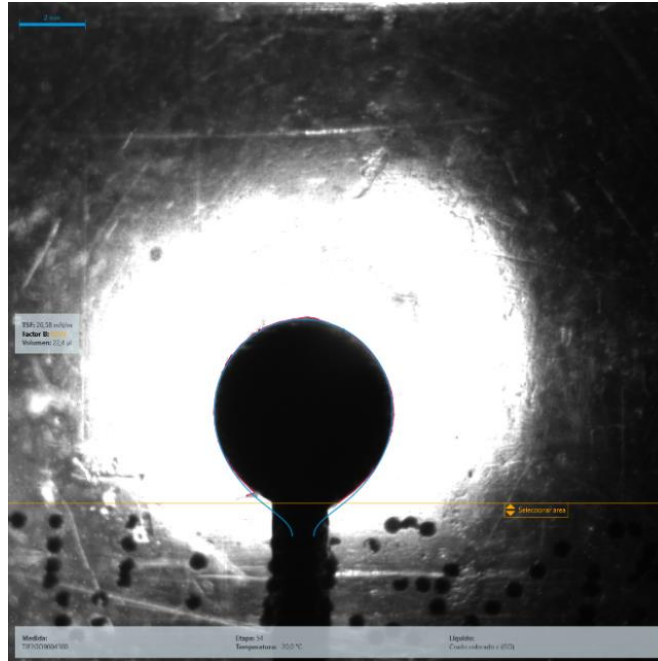


Figura B8.

pH=6, [] Nanos=900 ppm, TDS=300 ppm

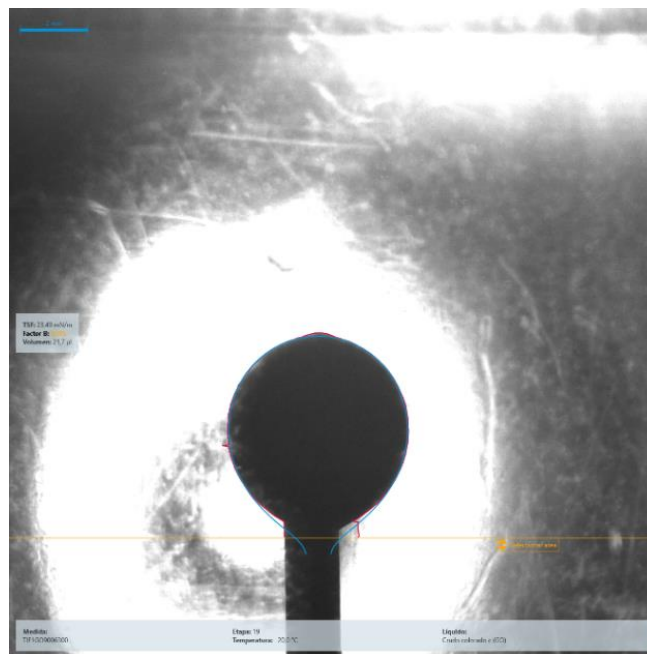


Figura B9.

pH=8, [] Nanos=900 ppm, TDS=300 ppm

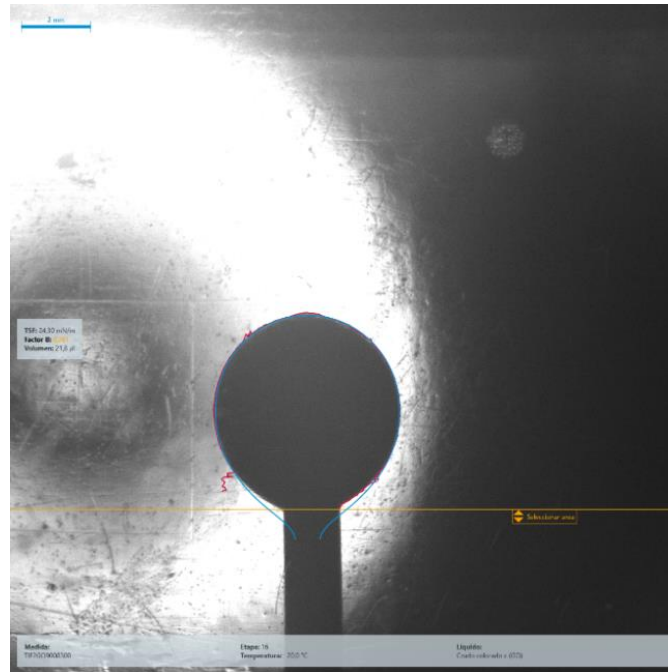


Figura B10.

pH=4, [] Nanos=300 ppm, TDS=600 ppm

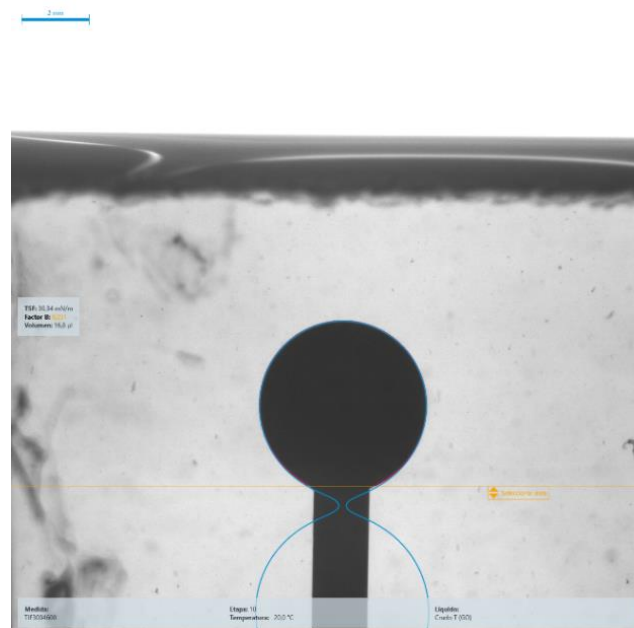


Figura B11.

pH=6, [] Nanos=300 ppm, TDS=600 ppm

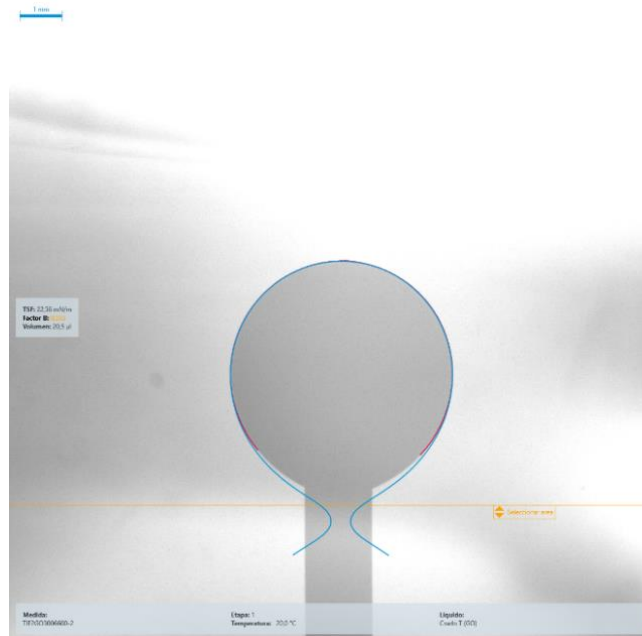


Figura B12.

pH=8, [] Nanos=300 ppm, TDS=600 ppm

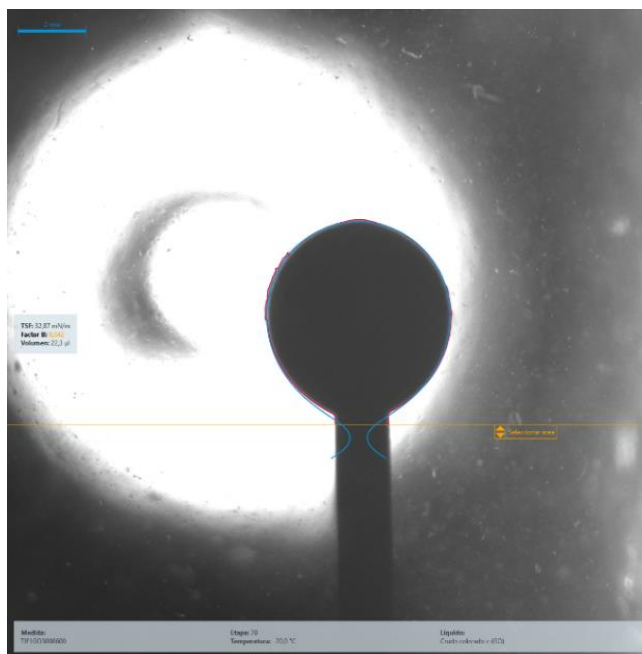


Figura B13.

pH=4, [] Nanos=600 ppm, TDS=600 ppm

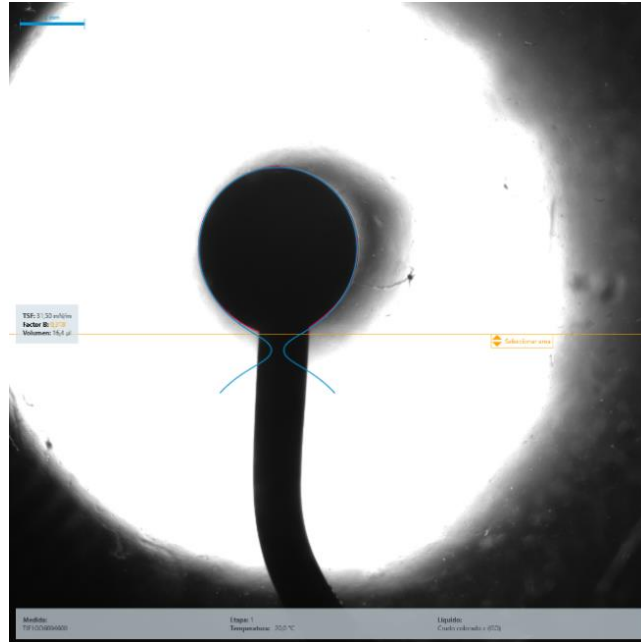


Figura B14.

pH=6, [] Nanos=600 ppm, TDS=600 ppm

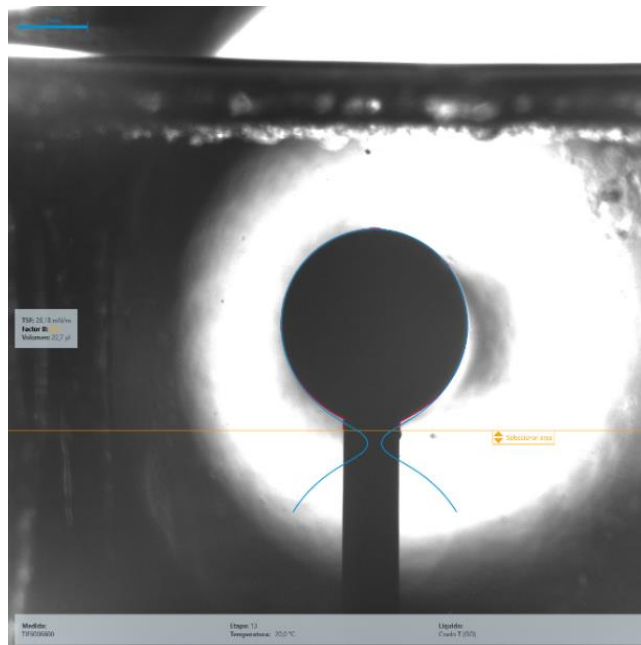


Figura B15.

pH=8, [] Nanos=600 ppm, TDS=600 ppm

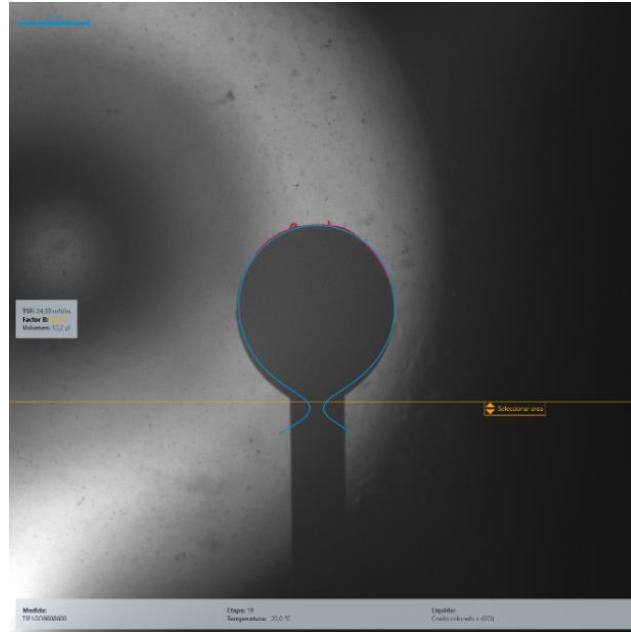


Figura B16.

pH=4, [] Nanos=900 ppm, TDS=600 ppm

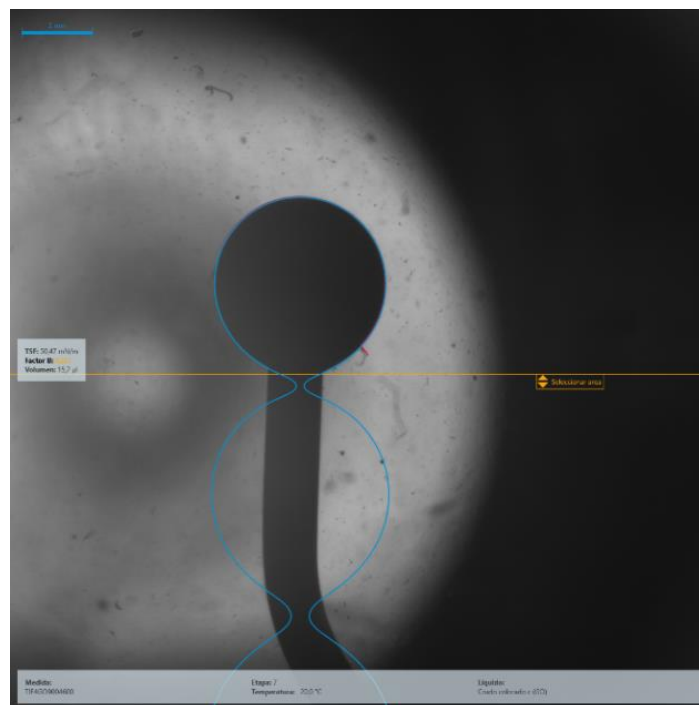


Figura B17.

pH=6, [] Nanos=900 ppm, TDS=600 ppm

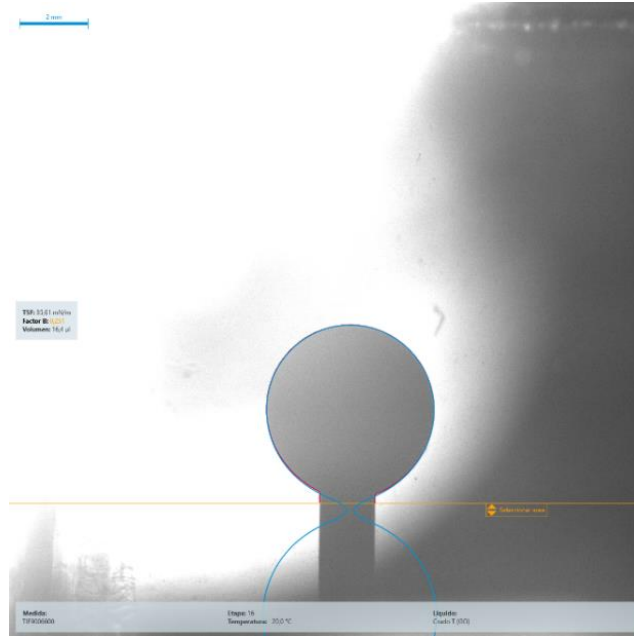


Figura B18.

pH=8, [] Nanos=900 ppm, TDS=600 ppm

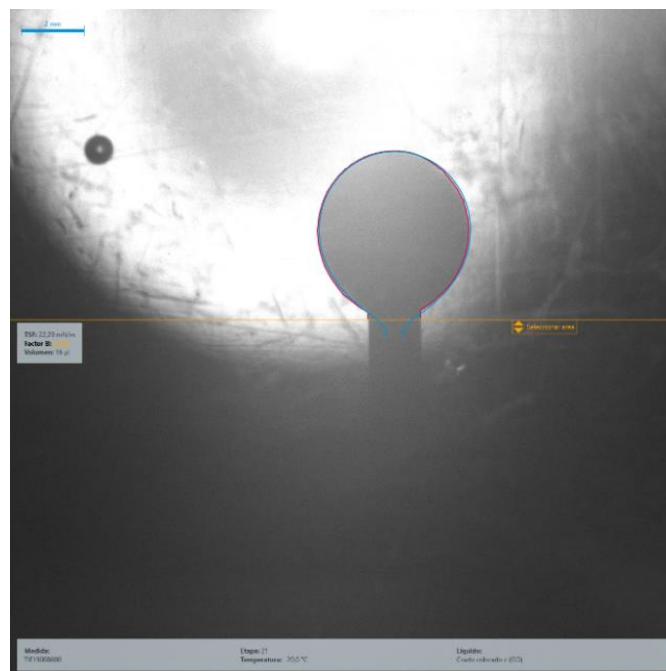


Figura B19.

pH=4, [] Nanos=300 ppm, TDS=900 ppm

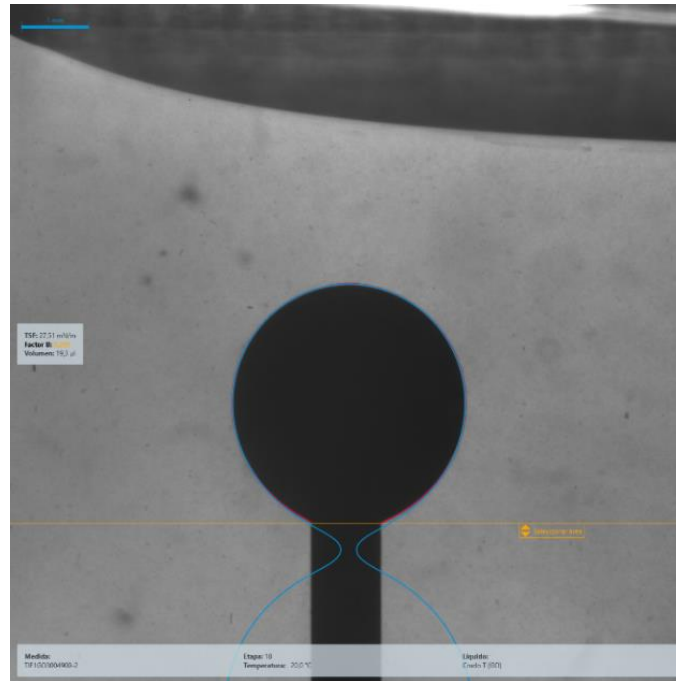


Figura B20.

pH=6, [] Nanos=300 ppm, TDS=900 ppm

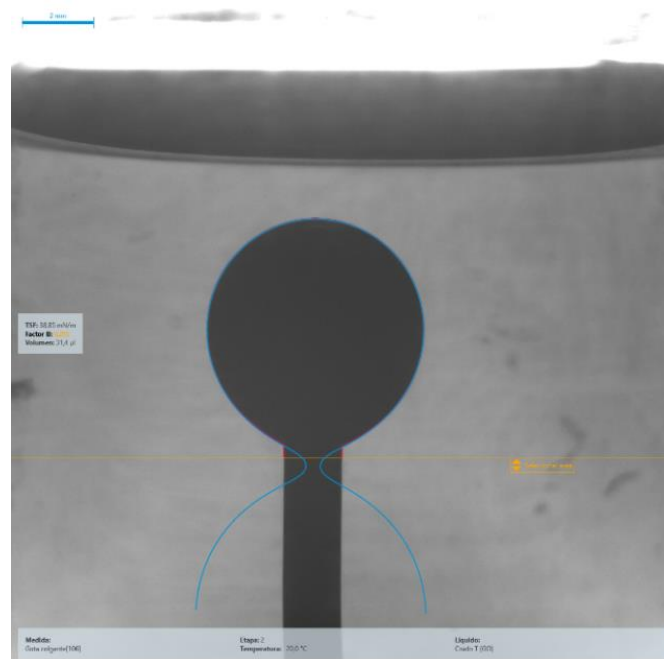


Figura B21.

pH=8, [] Nanos=300 ppm, TDS=900 ppm

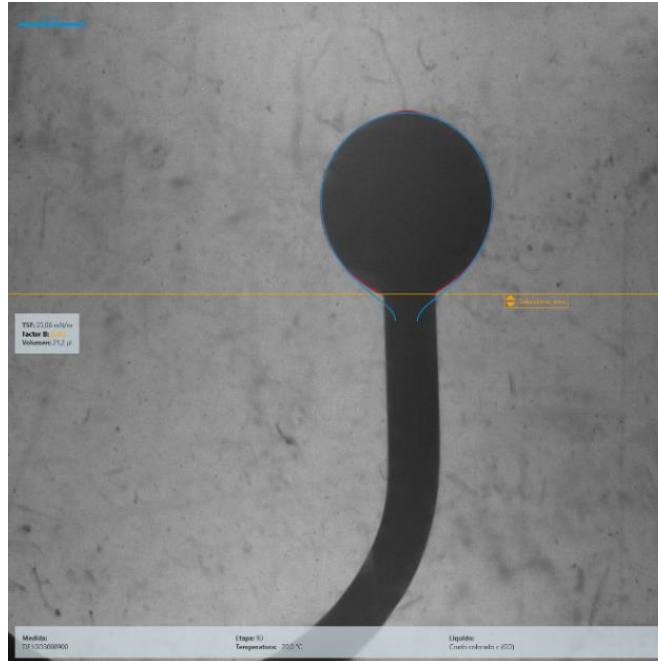


Figura B22.

pH=4, [] Nanos=600 ppm, TDS=900 ppm

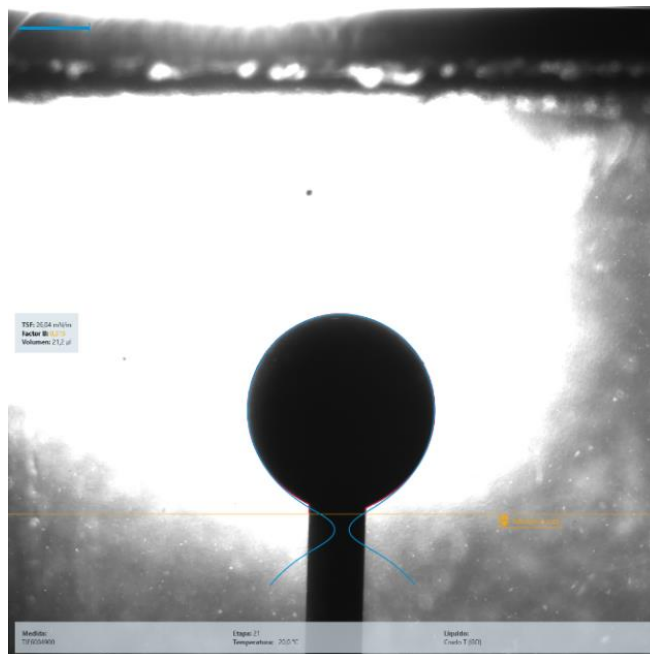


Figura B23.

pH=6, [] Nanos=600 ppm, TDS=900 ppm

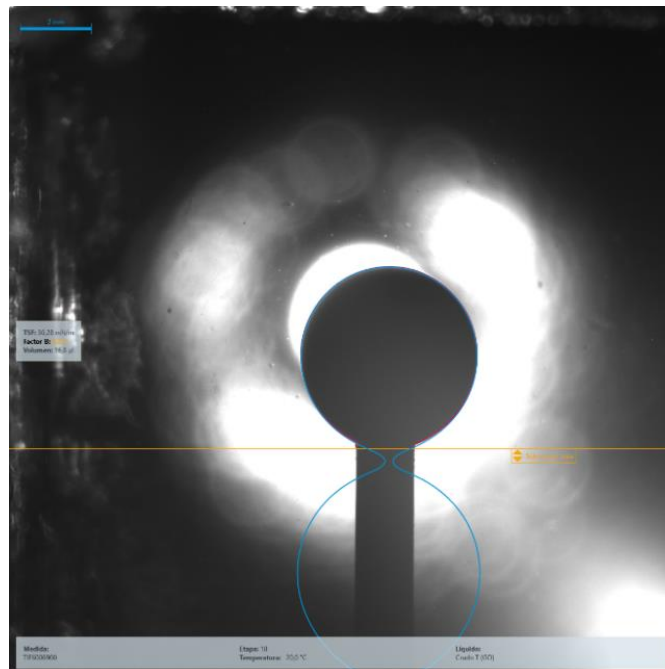


Figura B24.

pH=8, [] Nanos=600 ppm, TDS=900 ppm

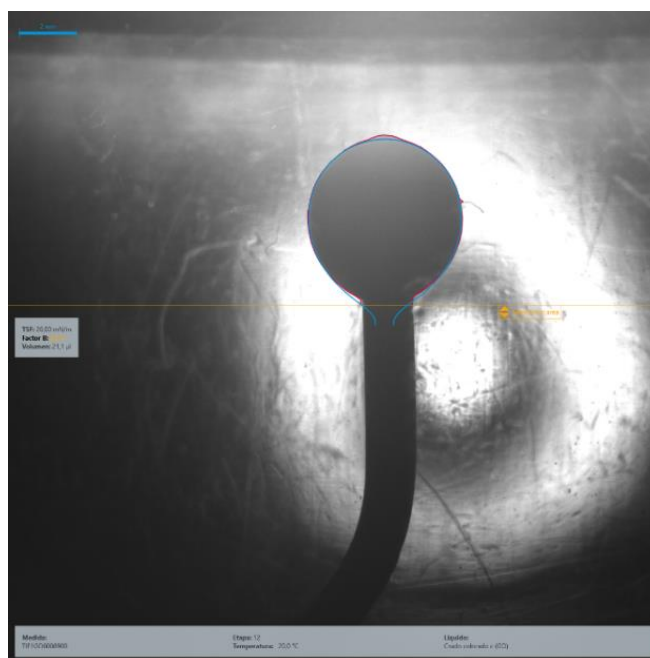


Figura B25.

pH=4, [] Nanos=900 ppm, TDS=900 ppm

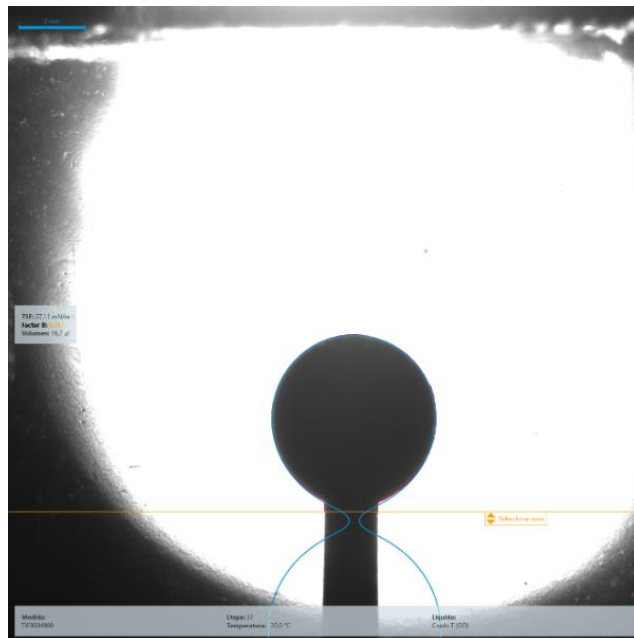


Figura B26.

pH=6, [] Nanos=900 ppm, TDS=900 ppm

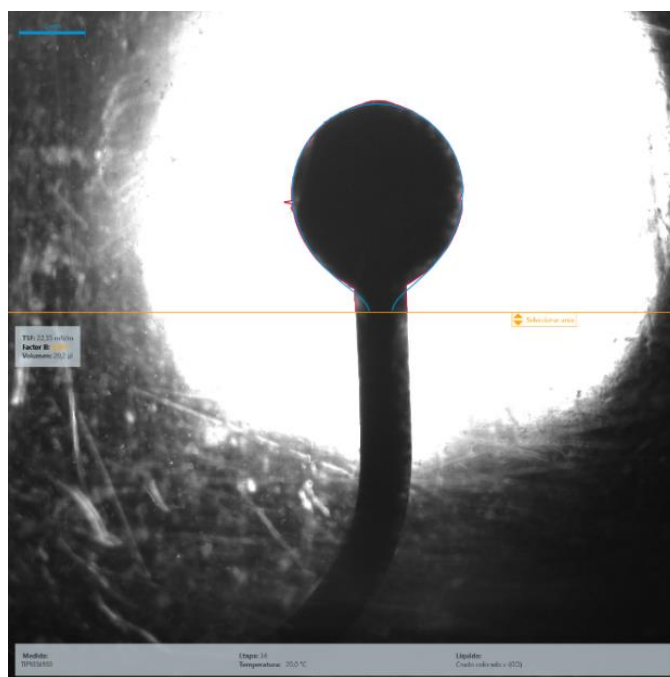


Figura B27.

pH=8, [] Nanos=900 ppm, TDS=900 ppm

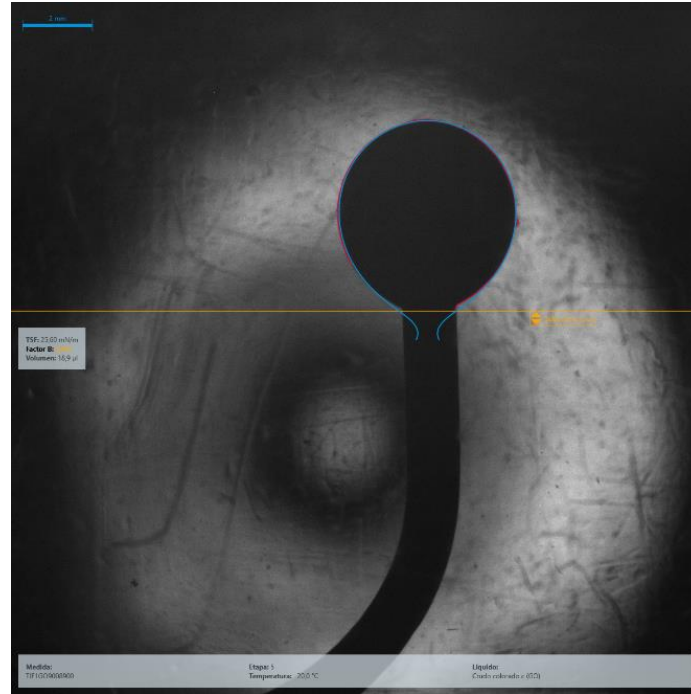


Figura B28.

Tensión interfacial de referencia

