

Evaluación de la alteración en las propiedades de un crudo pesado aplicando óxido de grafeno magnético y microondas.

Elcy Mariana Pérez Rodríguez

Trabajo de Grado para Optar el Título de Magister en Ingeniería de Materiales

Director

Enrique Mejía Ospino

PhD en Ciencias Químicas

Codirectores

Nicolas Santos Santos, Magíster en Ingeniería de Hidrocarburos.

Nelson Gutiérrez Niño, Magíster en Ingeniería de Materiales.

Universidad Industrial de Santander

Facultad de Ingenierías Físicoquímicas

Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales

Maestría en Ingeniería de Materiales

Bucaramanga

2026

Dedicatoria

A mi esposo y compañero de vida, por caminar a mi lado en cada etapa, por su apoyo incondicional, por ser mi refugio y por creer en mí incluso cuando yo misma dudé.

A mi hijo Nathanael, que aún no ha nacido, pero que desde ya ilumina mi camino y me da la fuerza necesaria para ser mejor cada día; este logro es para ti, eres profundamente amado y deseado, chiquito.

A mis padres, por ser mi ejemplo y mi motor constante, por su amor inagotable y por impulsarme siempre a seguir adelante.

Elcy Mariana Pérez Rodríguez

Agradecimientos

A Dios, por ser mi guía permanente y la luz que ha acompañado cada paso de mi camino.

A la Universidad Industrial de Santander, mi alma mater, y a todos sus docentes, por brindarme una formación sólida e integral y por acompañarme a lo largo de mi crecimiento académico y profesional.

A la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales, por sembrar en mí los conocimientos y fundamentos que hicieron posible el desarrollo de este trabajo y de mi formación como magíster.

Al Laboratorio de Espectroscopía Atómica y Molecular del Parque Tecnológico Guatiguará, mi querida familia LEAM, por abrirme siempre las puertas, por su apoyo constante y por caminar conmigo con paciencia incluso en los momentos más retadores; gracias por acompañarme año tras año y, especialmente, por soportar con cariño todos mis regaños.

A mi director, el Dr. Enrique Mejía, por su acompañamiento constante, su generosidad al compartir conocimiento y la confianza depositada en mí durante todo este proceso; su guía fue un pilar fundamental para que este trabajo pudiera materializarse.

A mi codirector, Nelson Gutiérrez, por su paciencia infinita, su orientación sincera y su perseverancia, que me sostuvieron en los momentos más exigentes y me permitieron llegar hasta el final de este camino.

Al Laboratorio de Espectroscopía (LE) del Parque Tecnológico Guatiguará, y en especial a la profesional Rocío Cepeda, por su valiosa colaboración y el apoyo brindado mediante el préstamo de equipos para la realización de los análisis de DLS, FTIR, ICP-OES y Raman.

Al Laboratorio de Microscopía (LabMIC) del Parque Tecnológico Guatiguará, especialmente a Carlos, por su disposición y apoyo en el uso del equipo para las mediciones de microscopía electrónica de barrido (SEM).

Al profesor Arlex, Valentina y Clara, por su valiosa colaboración en la realización de las pruebas de viscosidad en el reómetro comercial del Laboratorio del Grupo de Investigación en Fenómenos Interfaciales, Reología y Simulación de Transporte (FIRST).

Al Grupo de Investigación en Polímeros, por facilitar el uso del equipo TGA 5500 de TA Instruments, fundamental para la realización de los análisis termogravimétricos de los materiales.

Al Laboratorio de Rayos X, por la adquisición de los espectros de difracción de rayos X (DRX) que aportaron información clave a esta investigación.

Al Laboratorio Instrumental de Análisis Químico de la sede central de la UIS, por el préstamo del equipo de absorción atómica.

Al Grupo de Investigación en Tomografía (GIT), por la realización de las pruebas de desplazamiento y por el acompañamiento constante durante el desarrollo del proyecto.

Al proyecto “Evaluación del incremento del factor de recobro, mediante calentamiento electromagnético en presencia de nanofluidos ferromagnéticos en yacimientos de crudo pesado”, contrato No. 80740-413-2021 de Recobro Mejorado de Minciencias, por abrirme las puertas al conocimiento y brindarme la oportunidad de crecer personal y profesionalmente.

A Víctor Porras, mi mentor, apoyo incondicional, mi ejemplo como profesional y mi esposo admirable e inteligente; gracias por cada palabra de ánimo, cada trasnocho y cada corrección hecha con amor. ¡Tú me impulsas a crecer cada día Cari!

A mis padres, Beatriz Rodríguez y Raúl Pérez, por creer siempre en mí y por su amor incondicional.

A mi hermano, Danilo por su alegría constante y su forma tan luminosa de ver la vida, eres ejemplo de amor y nobleza.

A mi prima Paty Reyes, porque sabes cuánto te admiro; eres para mí un ejemplo de amor y entrega como mamá, como hija y como profesional.

A la profe Luzmila Galvis y a don Alberto, por su calidez humana, por sus palabras oportunas, su comprensión y su apoyo.

A los amigos que me deja el laboratorio: Rochi, Nelson, Leo, Camilo, Vanessa, Crhistian, Nathalie y Bottia, por compartir su conocimiento, inculcarme el rigor científico y darme siempre ánimos durante este camino.

Finalmente, A quienes estuvieron presentes con una palabra, un gesto o un impulso, y contribuyeron a que este logro fuera posible, gracias de corazón.

Tabla de Contenido

Introducción.....	17
1. Objetivos.....	20
2. Marco Teórico	21
2.1 Recobro mejorado.....	21
2.2 Calentamiento por radiación electromagnética en microondas (MW).....	23
2.3 Propiedades de los crudos pesados y extrapesados.	25
2.4 Nanopartículas magnéticas (Nps magnéticas).....	28
2.5 Óxido de grafeno (GO).....	32
2.6 Mecanismo esperado de acción GO–Fe ₃ O ₄ + microondas	34
3. Antecedentes.....	36
4. Metodología Experimental	39
4.1 Primera etapa: Síntesis de óxido de grafeno (GO) y óxido de grafeno magnético (GO@Fe ₃ O ₄).	40
4.1.1 Síntesis de GO.	40
4.1.2 Síntesis de GO@Fe ₃ O ₄	41
4.2 Segunda etapa: Caracterización de los nanomateriales obtenidos.....	43
4.2.1 Espectroscopia infrarroja (FTIR).....	43
4.2.2 Espectroscopia Raman.....	43
4.2.3 Análisis termogravimétrico (TGA).	44

4.2.4	Dispersión dinámica de la luz (DLS).	44
4.2.5	Microscopia electrónica de barrido (SEM).	45
4.2.6	Análisis por difracción de rayos X (DRX).	45
4.2.7	Espectrometría de emisión óptica con plasma acoplado inductivamente (ICP-OES).	46
4.3	Tercera etapa: Pruebas de Viscosidad en horno del sistema crudo-nanomaterial asistido por calentamiento electromagnético (MW):	46
4.3.1	Selección y caracterización de muestra de crudo.	46
4.3.2	Modificación del horno microondas.	48
4.3.3	Curva de calibración tiempo de caída Vs Viscosidad.	51
4.3.4	Medición de viscosidad del sistema crudo-nanomaterial asistido por calentamiento electromagnético.	53
4.3.5	Dispersión homogénea de nanomateriales en crudo.	54
4.3.6	Eficiencia térmica en función del tiempo de irradiación en crudo Jazmín modificado con nanomateriales.	57
4.4	Cuarta etapa: Pruebas de movilidad en sistema roca-fluido- nanomateriales asistido por calentamiento electromagnético.	58
4.4.1	Selección de muestras de roca.	58
4.4.2	Pruebas de movilidad en sistema roca-fluido- nanomateriales.	58
5.	Análisis y discusión de resultados.	66
5.1	Síntesis de GO.	66
5.2	Síntesis de GO@Fe ₃ O ₄ .	68
5.3	Caracterización de GO, Fe ₃ O ₄ y compositos de GO@ Fe ₃ O ₄ .	72

5.3.1	Espectroscopia infrarroja (FTIR):.....	72
5.3.2	Espectroscopia Raman:.....	75
5.3.3	Análisis termogravimétrico (TGA).	78
5.3.4	Dispersión dinámica de la luz (DLS).....	81
5.3.5	Microscopia electrónica de barrido (SEM).....	83
5.3.6	Análisis por difracción de rayos X (DRX).	88
5.3.7	Espectrometría de emisión óptica con plasma acoplado inductivamente (ICP-OES). 91	
5.4	Caracterización de la muestra de crudo.....	94
5.5	Curva de calibración tiempo de caída Vs Viscosidad.	97
5.6	Medición de viscosidad del sistema crudo- nanomateriales asistido por calentamiento electromagnético.....	108
5.7	Eficiencia térmica en función del tiempo de irradiación en crudo Jazmín modificado con nanomateriales.....	116
5.8	Recuperación y verificación de homogenización de nanomateriales en crudo.....	120
5.9	Selección de muestras de roca.....	123
5.10	Pruebas de movilidad sin calentamiento electromagnético.....	123
5.11	Pruebas de movilidad con calentamiento electromagnético.....	125
5.12	Extra: Desplazamiento en roca de nanofluido.....	130
6.	Conclusiones.....	132
7.	Recomendaciones.....	135

Referencias Bibliográficas.....	136
Anexo 1. Desplazamiento en roca de nanofluido	149
1.1 Materiales:	149
1.2 Metodología.....	152
1.3 Resultados.....	153

Lista de Tablas

	Pág.
Tabla 1 Clasificación de hidrocarburos de acuerdo con gravedad API. _____	26
Tabla 2 Cantidades empleadas en la síntesis de compositos GO@ Fe ₃ O ₄ _____	43
Tabla 3 Muestras calibración _____	51
Tabla 4 Peso de las esferas _____	52
Tabla 5 Muestras de estudio Viscosidad _____	53
Tabla 6 Variables del diseño experimental segundo objetivo _____	57
Tabla 7 Sistemas para pruebas de movilidad _____	59
Tabla 8 Valores para preparación de nanofluidos _____	65
Tabla 9 Variables del diseño experimental tercer objetivo _____	65
Tabla 10 Grupos funcionales de GO, Fe ₃ O ₄ y compositos de GO@ Fe ₃ O ₄ _____	73
Tabla 11 Parámetros estructurales obtenidos a partir del análisis Raman _____	77
Tabla 12 Resultados ICP-OES _____	91
Tabla 13 Características fisicoquímicas del crudo Jazmín _____	95
Tabla 14 Resultados Temperatura y tiempo de caída para CARACARA 22API _____	98
Tabla 15 Resultados Temperatura y tiempo de caída para YARIGUI 19 API _____	99
Tabla 16 Resultados Temperatura y tiempo de caída para la MIEL _____	99
Tabla 17 Resultados Temperatura y tiempo de caída para TECA 16.4 API _____	100
Tabla 18 Resultados Temperatura y tiempo de caída para JAZMÍN 11.3 API _____	100
Tabla 19 Resultados Temperatura y tiempo de caída para CASTILLA 8.6 API _____	101
Tabla 20 Datos Viscosidad Reómetro comercial para CARACARA 22API _____	102
Tabla 21 Datos Viscosidad Reómetro comercial para YARIGUI 19 API _____	102

Tabla 22 Datos Viscosidad Reómetro comercial para MIEL _____	103
Tabla 23 Datos Viscosidad Reómetro comercial para TECA 16.4 API _____	103
Tabla 24 Datos Viscosidad Reómetro comercial para JAZMÍN 11.3 API _____	103
Tabla 25 Datos Viscosidad Reómetro comercial para CASTILLA 8.6 API _____	104
Tabla 26 Ecuaciones a partir de gráficas del reómetro comercial _____	105
Tabla 27 Viscosidades determinadas por regresión en función de Temperatura _____	106
Tabla 28 Registro datos Medición crudo Jazmín _____	110
Tabla 29 Viscosidades de crudo Jazmín _____	111
Tabla 30 Resultado de ensayo de eficiencia térmica. _____	117
Tabla 31 cantidad usada y recuperada en experimento extra. _____	122
Tabla 32 Resultados de movilidad del crudo en sistemas sin calentamiento electromagnético.	123
Tabla 33 Resultados de movilidad del crudo en sistemas con calentamiento electromagnético	126
Tabla 34 características nanofluido magnético _____	149
Tabla 35 Análisis Físicoquímico del agua de formación campo Jazmín _____	150
Tabla 36 propiedades fisicoquímicas de la salmuera _____	150
Tabla 37 propiedades petrofísicas Roca Desplazamiento _____	151
Tabla 38 DRX Roca desplazamiento _____	151

Lista de Figuras

	Pág.
Figura 1 Mecanismos de recuperación de hidrocarburos _____	22
Figura 2 Esquema de calentamiento por antena de microondas. _____	25
Figura 3 Diferencia de API de dos crudos. _____	27
Figura 4 Modelo de momentos magnéticos según clasificación _____	31
Figura 5 Modelo estructural del GO. _____	33
Figura 6 Modelo conceptual calentamiento electromagnético en el crudo asistido con GO-Fe ₃ O ₄ _____	35
Figura 7 Flujo de trabajo Metodología experimental _____	39
Figura 8 síntesis de GO _____	41
Figura 9 Montaje Síntesis de GO@Fe ₃ O ₄ _____	42
Figura 10 Medición de API a crudo seleccionado. _____	47
Figura 11 modificación superior del horno microondas _____	49
Figura 12 Modificaciones externas a horno para prueba de viscosidad. _____	49
Figura 13 Marcas en el tubo _____	50
Figura 14 Flujo de trabajo para curva de calibración _____	52
Figura 15 Esferas usadas para el diseño experimental _____	53
Figura 16 Montaje homogenización nanomateriales en crudo _____	55
Figura 17 Ensayo sin calentamiento electromagnético _____	61
Figura 18 Ensayo con calentamiento electromagnético _____	61
Figura 19 Montaje de malla al interior de jeringas _____	63
Figura 20 Compactación de arena _____	63

Figura 21 Montaje en horno para pruebas de movilidad. _____	64
Figura 22 Presentaciones de GO _____	66
Figura 23 Estabilidad del GO a diferentes concentraciones _____	68
Figura 24 Presentación de GO@ Fe ₃ O ₄ _____	69
Figura 25 Formación de Np de GO@Fe ₃ O ₄ y respuesta a imán _____	70
Figura 26 Compositos GO@Fe ₃ O ₄ _____	71
Figura 27 Muestras para caracterización de GO, Fe ₃ O ₄ y compositos GO@Fe ₃ O ₄ _____	71
Figura 28 Espectros FTIR de GO, Fe ₃ O ₄ y compositos de GO@ Fe ₃ O ₄ _____	72
Figura 29 Espectros Raman de GO, Fe ₃ O ₄ y compositos de GO@Fe ₃ O ₄ _____	77
Figura 30 Curvas de TGA y DTG en función de la temperatura para GO, Fe ₃ O ₄ y compositos GO@ Fe ₃ O ₄ _____	79
Figura 31 Distribución de tamaño hidrodinámico por número (%), obtenidas mediante DLS, para GO, Fe ₃ O ₄ y compositos GO@Fe ₃ O ₄ (1:2, 1:4 y 1:6). _____	82
Figura 32 Micrografías SEM de GO, Fe ₃ O ₄ y GO@Fe ₃ O ₄ a diferentes magnificaciones. _____	84
Figura 33 Análisis EDS GO _____	86
Figura 34 Análisis EDS Fe ₃ O ₄ _____	86
Figura 35 Análisis EDS GO@ Fe ₃ O ₄ _____	87
Figura 36 Difractogramas de GO, Fe ₃ O ₄ y compositos GO@ Fe ₃ O ₄ _____	88
Figura 37 Estructura espinela inversa cúbica del Fe ₃ O ₄ _____	89
Figura 38 Curvas de viscosidad Vs temperatura de muestras de la calibración en reómetro comercial _____	105
Figura 39 Gráfica calibración viscosidad vs tiempo de caída _____	106

Figura 40 Gráfica de regresión para Viscosidad en función de la temperatura (reómetro comercial).	109
Figura 41 Comparación tiempos de caída	112
Figura 42 Tiempos de caída para muestras en presencia de MW	115
Figura 43 Montaje experimental de las muestras de crudo Jazmín modificadas con nanomateriales durante el ensayo de irradiación por microondas.	116
Figura 44 Eficiencia Térmica instantánea Tiempo irradiación Vs temperatura	117
Figura 45 Eficiencia Térmica pasados 3 minutos Tiempo irradiación Vs temperatura	118
Figura 46 Proceso lavado muestras de recuperación	121
Figura 47 (A)Volumen movilizado (B)Tiempo caída primera gota en ausencia de MW	124
Figura 48 (A)Volumen movilizado (B)Tiempo caída primera gota en presencia de MW	126
Figura 49 A la izquierda GO disperso en crudo y a la derecha Crudo	128
Figura 50 Sistema de permeabilidad relativa de Vinci Technologies	152
Figura 51 Efluentes resultantes prueba desplazamiento.	155
Figura 52 Contenido de hierro (Fe) en los efluentes	157
Figura 53 Comportamiento de la permeabilidad, caída de presión (ΔP). y tasa de inyección en función de los volúmenes porosos inyectados durante la prueba de coreflooding.	158
Figura 54 Resumen de resultados del coreflooding: permeabilidad, saturaciones irreducibles y residuales para los diferentes fluidos inyectados.	158

Resumen

Título: Evaluación de la alteración en las propiedades de un crudo pesado aplicando óxido de grafeno magnético y microondas.

Autor: Elcy Mariana Pérez Rodríguez

Palabras Clave: Crudo pesado, óxido de grafeno magnético, microondas, viscosidad, movilidad.

Descripción: La explotación de crudos pesados representa un reto técnico debido a su alta viscosidad y baja movilidad, condiciones que limitan su producción y el factor de recobro, especialmente en yacimientos maduros como los presentes en Colombia. En este contexto, esta tesis evalúa el efecto combinado del óxido de grafeno magnético (GO y GO@Fe₃O₄) y el calentamiento electromagnético por microondas sobre la viscosidad y la movilidad de un crudo pesado del campo Jazmín (12,2° API), empleando un equipo de cavidad modificado y ensayos en medios porosos.

La investigación se desarrolló mediante un enfoque experimental en cuatro etapas: (i) síntesis y caracterización de los nanomateriales, (ii) medición reológica del sistema crudo–nanomaterial mediante un viscosímetro de bola calibrado, (iii) evaluación de su comportamiento térmico bajo microondas, y (iv) análisis de movilidad en sistemas roca–fluido. El crudo presentó una viscosidad inicial de 39.902 mPa·s sin irradiación, la cual se redujo significativamente al aplicar microondas (8.434 mPa·s). La incorporación de nanomateriales potenció este efecto, destacándose el sistema GO + MW, que alcanzó 6.212 mPa·s (≈ 84 % de reducción), con una respuesta reológica reproducible y confiable respaldada por una calibración lineal ($R^2 = 0,99$) y desviaciones del 3% frente a un reómetro comercial.

En ensayos de movilidad en roca, se evidenció que sin microondas los nanomateriales no mejoran la movilización del crudo; en contraste, bajo irradiación electromagnética los tiempos de caída de la primera gota se redujeron en más del 99 %, y el volumen desplazado aumentó aproximadamente 20%. La impregnación de GO en la matriz porosa mostró el mejor desempeño, confirmando que la mejora en movilidad no depende únicamente del aumento de temperatura, sino de la sinergia entre microondas y la localización del nanomaterial en el sistema roca-fluido. Los hallazgos obtenidos demuestran que la combinación de nanomateriales y calentamiento electromagnético representa una alternativa prometedora para procesos de recobro mejorado de crudos pesados, con potencial aplicación en yacimientos de crudo pesado.

* Trabajo de Grado para optar al título de Maestría en Ingeniería de Materiales

** Facultad de Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales. Director: Enrique Mejía Ospino - PhD en Ciencias Químicas. Codirectores: Nicolas Santos Santos - Magíster en Ingeniería de Hidrocarburos y Nelson Gutiérrez Niño - Magíster en Ingeniería de Materiales.

Abstract

Title: Evaluation of the alteration of heavy crude oil properties using magnetic graphene oxide and microwaves.

Author: Elcy Mariana Pérez Rodríguez

Keywords: Heavy crude oil, magnetic graphene oxide, microwaves, viscosity, mobility.

Description: Heavy oil exploitation represents a technical challenge due to its high viscosity and low mobility, conditions that limit production and recovery factor, especially in mature reservoirs such as those found in Colombia. In this context, this thesis evaluates the combined effect of magnetic graphene oxide (GO and GO@Fe₃O₄) and microwave electromagnetic heating on the viscosity and mobility of a heavy crude oil from the Jazmín field (12.2° API), using a modified cavity equipment and porous media tests.

The research was conducted through an experimental approach in four stages: (i) synthesis and characterization of nanomaterials, (ii) rheological measurement of the crude oil–nanomaterial system using a calibrated falling-ball viscometer, (iii) evaluation of thermal behavior under microwave irradiation, and (iv) mobility analysis in rock–fluid systems. The crude oil exhibited an initial viscosity of 39,902 mPa·s without irradiation, which was significantly reduced after microwave application (8,434 mPa·s). The incorporation of nanomaterials enhanced this effect, with the GO + MW system showing the best performance, reaching 6,212 mPa·s (≈84% reduction), with reproducible and reliable rheological behavior supported by linear calibration ($R^2 = 0.99$) and deviations of 3% compared to a commercial rheometer.

Mobility tests in rock samples demonstrated that, without microwave irradiation, nanomaterials did not improve crude oil mobilization. In contrast, under electromagnetic irradiation, the first-drop fall times decreased by more than 99%, while the displaced volume increased by approximately 20%. GO impregnation within the porous matrix exhibited the best performance, confirming that mobility improvement does not depend solely on temperature increase, but rather on the synergy between microwaves and nanomaterial localization within the rock–fluid system. The obtained findings demonstrate that the combination of nanomaterials and electromagnetic heating represents a promising alternative for enhanced heavy oil recovery processes, with potential application in heavy oil reservoirs.

* Degree Work submitted in partial fulfillment of the requirements for the degree of Master in Materials Engineering.

** Faculty of Physicochemical Engineering. School of Metallurgical Engineering and Materials Science. Advisor: Enrique Mejía Ospino-PhD in Chemical Sciences. Co-advisors: Nicolas Santos Santos- Master in Hydrocarbon Engineering and Nelson Gutiérrez Niño- Master in Materials Engineering.

Introducción

En la actualidad, los procesos de extracción de hidrocarburos constituyen una problemática de alto interés político, económico, social y ambiental, particularmente en países cuya matriz energética depende de manera significativa de los combustibles fósiles. En Colombia, el envejecimiento de los campos productores y la creciente demanda energética hacen indispensable el desarrollo de estrategias que permitan incrementar la eficiencia de los procesos de producción. De acuerdo con (Ecopetrol, 2025), el factor de recobro promedio nacional se mantiene alrededor del 19 %, mientras que las reservas probadas alcanzan aproximadamente 1.893 millones de barriles equivalentes, de los cuales cerca del 70 % corresponden a crudos pesados y extrapesados. Esta situación evidencia la necesidad de implementar tecnologías que permitan mejorar la movilidad de estos crudos y aumentar su recuperación de manera técnica y económicamente viable.

A pesar de la aplicación de técnicas convencionales de recobro mejorado, tales como la inyección cíclica de vapor, la combustión in situ y el uso de polímeros, los resultados obtenidos en muchos yacimientos de crudo pesado han sido limitados, presentando además incrementos significativos en los costos operacionales y restricciones asociadas a pérdidas térmicas, degradación de materiales y condiciones geológicas adversas (Delgadillo et al, 2020). En este contexto, ha surgido un creciente interés por el desarrollo de tecnologías emergentes que permitan superar estas limitaciones, entre las cuales se destacan el uso de nanomateriales y la aplicación de radiación electromagnética como alternativas para mejorar la eficiencia de los procesos de extracción.

Los crudos pesados se caracterizan por presentar elevadas viscosidades, asociadas principalmente a la presencia de asfaltenos, compuestos de alto peso molecular que tienden a

agregarse, dificultando tanto la producción como el transporte del hidrocarburo (Mohammed et al, 2021; Oscar Baigorria, n.d.). En los últimos años, el óxido de grafeno funcionalizado con nanopartículas magnéticas ha adquirido relevancia debido a su capacidad para interactuar selectivamente con los asfaltenos, favorecer la ruptura de agregados y contribuir a la reducción de la viscosidad del crudo (Corredor-Marín et al, 2024). Los grupos funcionales oxigenados del óxido de grafeno permiten interacciones electrostáticas y actúan como sitios de nucleación para la formación de nanopartículas magnéticas, generando materiales híbridos con propiedades sinérgicas (Corredor-Marín et al, 2024). Adicionalmente, se ha demostrado que los materiales magnéticos presentan una respuesta eficiente frente a campos electromagnéticos, particularmente en el rango de las microondas, generando calentamiento rápido y localizado que contribuye a la disminución de la viscosidad del crudo (Pérez-Rodríguez et al, 2024; Roa Ardila et al, 2020).

A partir de este contexto, surge la siguiente pregunta de investigación: ¿La viscosidad y movilidad de un crudo pesado se ven afectadas si se aplica sobre el sistema energía electromagnética en presencia de óxido de grafeno con adición de nanopartículas magnéticas? En respuesta a este interrogante, el propósito de la presente investigación es evaluar el efecto del óxido de grafeno con nanopartículas ferromagnéticas sometido a radiación electromagnética en el rango de las microondas, analizando su comportamiento térmico y su impacto sobre la viscosidad y movilidad del crudo pesado. La hipótesis central plantea que la combinación del óxido de grafeno magnético y la radiación electromagnética permite generar un calentamiento eficiente y localizado, capaz de disminuir las alta viscosidad del crudo pesado y, por ende, mejorar su movilidad.

La fundamentación de este trabajo se sustenta en la necesidad de desarrollar estrategias innovadoras que permitan incrementar el factor de recobro en yacimientos de crudos pesados y reducir la dependencia de métodos térmicos convencionales de alto consumo energético. Desde el

punto de vista teórico, esta investigación contribuye al entendimiento de la interacción entre nanomateriales y campos electromagnéticos en sistemas complejos como el crudo pesado, aportando conocimiento sobre la modificación reológica inducida por nanomateriales modificados. En el ámbito tecnológico, los resultados obtenidos pueden constituir una alternativa viable para mejorar la movilidad del crudo en yacimientos maduros, favoreciendo procesos más eficientes y sostenibles. Desde una perspectiva social y económica, el desarrollo de métodos que optimicen la producción de crudos pesados puede contribuir a la seguridad energética del país, al aprovechamiento de recursos actualmente subexplotados y al fortalecimiento de la competitividad de la industria petrolera.

El enfoque metodológico adoptado en esta investigación es de tipo experimental. Este se basa en la síntesis y caracterización de nanomateriales óxido de grafeno y óxido de grafeno funcionalizado con materiales magnéticos mediante técnicas espectroscópicas, microscópicas, térmicas y estructurales, seguido de la evaluación de su respuesta térmica bajo irradiación electromagnética, su efecto sobre la viscosidad y movilidad del crudo en sistemas roca–fluido, empleando montajes experimentales bajo condiciones controladas de laboratorio.

El documento se estructura de la siguiente manera: el Capítulo 1 presenta los objetivos de la investigación. El Capítulo 2 desarrolla el marco teórico El Capítulo 3 expone los antecedentes relacionados con la aplicación de microondas y nanomateriales en la reducción de viscosidad y mejora de movilidad de crudos pesados. El Capítulo 4 describe detalladamente la metodología experimental empleada, incluyendo la síntesis, caracterización de los nanomateriales y las pruebas de viscosidad y movilidad. El Capítulo 5 presenta el análisis y discusión de los resultados obtenidos. Finalmente, se exponen las conclusiones y recomendaciones derivadas del estudio.

1. Objetivos

1.1 Objetivo General

Aplicar óxido de grafeno magnético y radiación electromagnética en el rango de las microondas para estimar los efectos en la viscosidad y movilidad de un crudo pesado.

1.2 Objetivos Específicos

Sintetizar y caracterizar óxido de grafeno con adición de nanopartículas magnéticas de alta absorción de energía electromagnética.

Evaluar el comportamiento de la viscosidad en un crudo pesado en presencia del óxido de grafeno magnético, cuando se incide radiación electromagnética en el rango de las microondas mediante un equipo de cavidad modificado.

Evaluar preliminarmente el comportamiento de la viscosidad y movilidad de un crudo pesado en presencia de óxido de grafeno magnético y microondas en muestras de roca.

2. Marco Teórico

2.1 Recobro mejorado.

El recobro mejorado es entendido como los métodos o técnicas en donde se añaden energía y/o materiales externos al yacimiento, con el fin de controlar la mojabilidad, la tensión interfacial o propiedades del fluido como viscosidad y movilidad. Esto con el fin de establecer gradientes de presión necesarios para vencer las fuerzas que retienen el hidrocarburo y desplazar el crudo residual de manera controlada hacia un pozo productor (Ali et al, 2019; Kandiel et al, 2025; Ogolo et al, 2012).

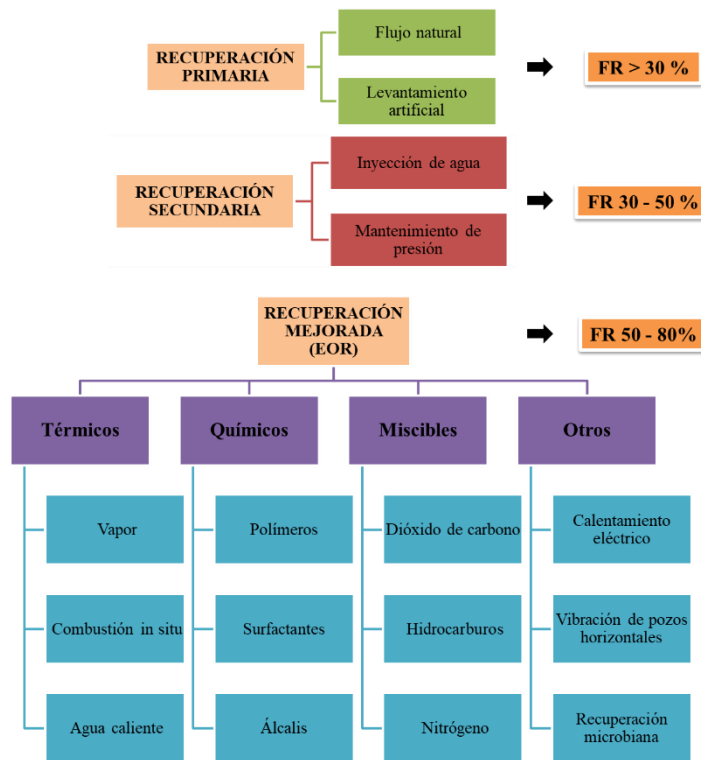
En la *Figura 1* se observa un esquema de los métodos de recuperación de hidrocarburos, estos se pueden clasificar en tres grandes grupos, la recuperación convencional, la recuperación secundaria y la recuperación mejorada (EOR) (Okassa et al, 2010). Los métodos EOR que serán el énfasis de esta investigación se pueden clasificar en cuatro categorías: métodos de recuperación por químicos, miscibles, térmicos y otros como: el calentamiento eléctrico las vibraciones en pozos horizontales , la recuperación microbiana, etc (Karimov & Toktarbay, 2024).

Sin embargo, los métodos convencionales presentan limitaciones importantes en yacimientos de crudos pesados y extrapesados: la inyección de vapor implica elevados costos energéticos y pérdidas térmicas significativas en formaciones de baja permeabilidad; los polímeros pueden degradarse térmicamente o sufrir adsorción excesiva en la roca, reduciendo su eficiencia; y los métodos químicos presentan restricciones operacionales y económicas en ambientes salinos o de alta temperatura (Ali et al, 2019). Estas limitaciones han motivado la búsqueda de tecnologías emergentes que ofrezcan mayor selectividad y eficiencia energética. Entre ellas, destacan los nanofluidos, capaces de modificar propiedades interfaciales y adsorber selectivamente compuestos como los asfaltenos (Mohammed et al, 2021) y el uso de campos electromagnéticos (Brady et al,

2009), particularmente en el rango de microondas, los cuales permiten generar calentamiento localizado mediante la interacción con materiales con alta susceptibilidad dieléctrica o magnética (Roa Ardila et al, 2020a). La combinación de estos enfoques ha surgido como una alternativa prometedora para disminuir la viscosidad del crudo y mejorar su movilidad, superando algunos de los desafíos asociados a los métodos EOR tradicionales.

Figura 1

Mecanismos de recuperación de hidrocarburos



Nota. El grafico representa los mecanismos de recuperación de hidrocarburos por métodos convencionales y mejorados. Adaptado de: “Recuperación mejorada de petróleo: técnicas, estrategias y avances”(Karimov et al, 2024).

Los procesos de calentamiento utilizan electricidad y energía electromagnética para estimular los yacimientos de petróleo pesado y extrapesado; las herramientas del calentamiento se pueden dividir en tres categorías: Calentamiento por resistencia eléctrica (óhmica) de baja

frecuencia, calentamiento inductivo cuando la corriente es alterna y calentamiento por microondas de alta frecuencia que es el objeto de estudio de esta investigación (Bera y Babadagli, 2015; León et al, 2025; Okassa et al, 2010) estudiaron el calentamiento eléctrico a yacimientos petroleros para incrementar la producción de hidrocarburos a nivel de simulación y evidenciaron que cuando se usan bajas frecuencias mediante el flujo de una corriente en el sistema roca fluido no se alcanzan altas temperaturas.

2.2 Calentamiento por radiación electromagnética en microondas (MW).

El calentamiento por radiación electromagnética en el rango de las microondas ha ganado relevancia como alternativa para procesos de recuperación mejorada de petróleo (EOR) (Adil et al, 2020); especialmente en yacimientos donde los métodos térmicos tradicionales presentan limitaciones. Las microondas interactúan con los materiales mediante procesos de absorción, reflexión y transmisión, y la fracción absorbida se transforma en energía térmica. (H. Chen et al, 2023a). Esta capacidad de generar calor depende de las propiedades del material expuesto: algunos compuestos responden intensamente, mientras que otros apenas interactúan con la radiación. En el caso del crudo pesado, su absorción natural de microondas es baja; sin embargo, al mezclarse con materiales que sí responden eficientemente, como óxidos de hierro (Khalil, 2015), carbón activado o nanopartículas magnéticas (García et al, 2022; Harres et al, 2023), el sistema adquiere la capacidad de calentarse de forma mucho más rápida y uniforme.

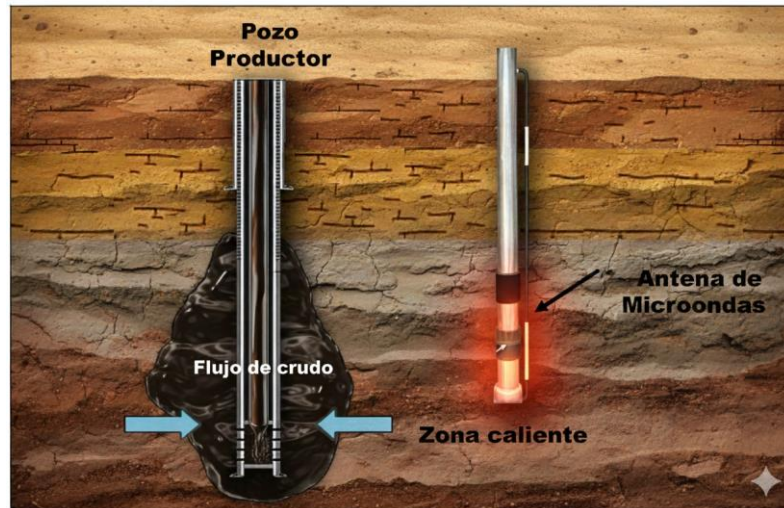
A diferencia de la inyección de vapor u otros métodos térmicos convencionales, donde el calor debe conducirse desde el exterior hacia el interior del yacimiento, las microondas permiten un calentamiento volumétrico, es decir, el calor se genera directamente dentro de la mezcla o del medio poroso que lo absorbe (Jang et al, 2018). Esto reduce pérdidas energéticas, evita la disipación térmica excesiva en formaciones de baja permeabilidad y permite actuar de forma más

selectiva sobre zonas problemáticas (Boukadi et al, 2007). Además, las microondas pueden calentar rápidamente fluidos que contienen agua o materiales con alta susceptibilidad magnética o dieléctrica, lo que es favorable para sistemas que contienen nanopartículas o fracciones polares (Al-Asadi et al, 2022; Roa Ardila et al, 2020a). Esta combinación de rapidez, selectividad y eficiencia convierte al calentamiento por microondas en un método atractivo para disminuir la viscosidad del crudo y mejorar su movilidad (Mai y Kantzas, 2009).

El interés científico en esta técnica ha aumentado en los últimos años debido a resultados experimentales prometedores. Shang y colaboradores demostraron que las microondas pueden generar temperaturas suficientes para favorecer reacciones como la acuatermólisis, contribuyendo a la reducción de viscosidad en petróleos pesados (Shang et al, 2018a). Matteo, por su parte, evidenció que las microondas pueden aplicarse en arenas petrolíferas mediante antenas instaladas cerca del pozo productor como se muestra en la *Figura 2* lo que permite calentar zonas específicas del yacimiento (Bientinesi et al, 2013). Otros trabajos, como el de Cheng, han mostrado que, al incorporar materiales susceptibles a microondas, es posible calentar fluidos en condiciones de flujo laminar y turbulento, abriendo la puerta a aplicaciones más controladas (H. Chen et al, 2023b). Finalmente, estudios recientes como los de Roa-Ardila et al han demostrado una clara sinergia entre nanopartículas magnéticas y microondas, logrando reducciones significativas en viscosidad y mejoras en la movilidad del crudo pesado, lo que refuerza el potencial de esta tecnología como complemento o sustituto de métodos térmicos tradicionales (Roa Ardila et al, 2020a).

Figura 2

Esquema de calentamiento por antena de microondas.



Nota. El grafico representa el estudio de colocar una antena de microondas cerca a la cara de un pozo productor de hidrocarburos. Adaptado de (Bientinesi et al, 2013).

2.3 Propiedades de los crudos pesados y extrapesados.

Los crudos pesados y extrapesados se caracterizan por su alta densidad y su limitada capacidad para fluir en condiciones naturales de yacimiento, lo que genera desafíos importantes en los procesos de extracción, manejo y transporte (Seidy-Esfahlan et al, 2024). Su clasificación se establece generalmente mediante la gravedad API, un parámetro inversamente proporcional a la densidad: los crudos extrapesados presentan valores menores a 10° API, mientras que los crudos pesados se encuentran entre 10° y 22.3° API como se observa en la **Tabla 1**. Esta clasificación permite anticipar el comportamiento del fluido y las estrategias necesarias para su producción, ya que valores bajos de API se asocian con mayores viscosidades y mayores costos operacionales (API MPMS Chapter 11.1, 2025). La **Figura 3** muestra la diferencia de API de dos crudos uno extrapesado (izquierda) y el crudo pesado (derecha).

Tabla 1

Clasificación de hidrocarburos de acuerdo con gravedad API.

Tipo de crudo	Densidad (g/cm³).	Gravedad API
Extrapesado	> 1.0	10
Pesado	1.0-0.92	10-22.3
Mediano	0.92-0.87	22.3-31.1
Ligero	0.87-0.83	31.1-39
Superligero	< 0.83	> 39

Nota. Clasificación por medio de Densidad y Gravedad API. Adaptado de (Guide for the Use of the Joint API and ASTM Adjunct for Temperature and Pressure Volume Correction Factors for Generalized Crude Oils, Refined Products, and Lubricating Oils: API MPMS Chapter 11.1, 2025).

Desde el punto de vista composicional, los crudos pesados presentan una proporción elevada de fracciones polares y de alto peso molecular, identificadas mediante el análisis SARA: saturados, aromáticos, resinas y asfaltenos (González, 2006). Estas últimas dos fracciones, especialmente los asfaltenos, juegan un papel fundamental en la estabilidad del crudo y en la formación de agregados que incrementan la viscosidad (Mohammed et al, 2021). En los crudos extrapesados, la presencia de asfaltenos es aún mayor, lo que contribuye a su comportamiento altamente no newtoniano, a la tendencia a formar depósitos y a la dificultad para mantener un flujo continuo en condiciones de producción (Guerrero-Martin et al, 2023).

Figura 3

Diferencia de API de dos crudos.



Nota: Extrapesado (izquierda) y pesado (derecha). Adaptado de Carrasco Granados, Enrique. Caracterización PVT para aceites pesados y extrapesados en México. Ciudad de México, 2014, 22 p (Seidy-Esfahlan et al, 2024).

Los asfaltenos son moléculas aromáticas de alta complejidad estructural que tienden a agregarse debido a interacciones π - π , enlaces dipolares y efectos estéricos (Mohammed et al, 2021). Estos agregados aumentan de manera significativa la viscosidad del petróleo y pueden provocar problemas como taponamiento en líneas, alteración de la mojabilidad y cambios en la estabilidad del crudo. Su presencia en grandes cantidades es uno de los factores que más limita la movilidad de los crudos pesados, y por ello muchos métodos EOR se enfocan en disminuir su efecto o en modificar las interacciones entre asfaltenos y resinas para mejorar la fluidez del sistema (Gharbi et al, 2017; Guerrero-Martin et al, 2023; Pu et al, 2022).

Por otro lado, la viscosidad es la propiedad que indica la resistencia interna de un fluido a fluir. En crudos pesados, esta resistencia es extremadamente alta debido a la abundancia de

moléculas de gran tamaño y a la presencia de asfaltenos y resinas que favorecen la formación de estructuras asociativas (Konoplev y Gerasimov, 2017). La viscosidad depende de factores como la temperatura, la presión y la composición del petróleo, siendo la temperatura el parámetro más determinante: a mayor temperatura, la viscosidad disminuye de forma significativa (Alomair et al, 2016). Esta relación explica por qué muchos procesos de mejora de flujo y recuperación mejorada buscan generar calor o facilitar la ruptura de las asociaciones moleculares responsables del comportamiento espeso del crudo.

Finalmente la movilidad describe la facilidad con la que un fluido se desplaza a través de un medio poroso y está directamente relacionada con su viscosidad. Cuando la viscosidad es alta, la movilidad del crudo disminuye, lo que dificulta su desplazamiento incluso en condiciones donde existen fuerzas de empuje externas (Zhou et al, 2016). La movilidad también depende de la permeabilidad efectiva de la roca, pero en el caso de los crudos pesados, la viscosidad suele ser el factor dominante que limita el flujo. Por esta razón, una de las metas principales de los procesos EOR aplicados a crudos pesados es aumentar la movilidad del fluido, ya sea mediante calentamiento, modificación de sus propiedades reológicas o la incorporación de aditivos que reduzcan las interacciones moleculares responsables de la resistencia al flujo (Ghannam et al, 2012; Hasan et al, 2010).

2.4 Nanopartículas magnéticas (Nps magnéticas).

Dentro del campo de la nanotecnología, las Nps magnéticas han adquirido un interés creciente debido a que, al reducir su tamaño a escala nanométrica, adquieren propiedades físicas y químicas distintas de las que presenta el mismo material en estado macroscópico (Muthukumaran y Philip, 2024). En particular, la disminución del tamaño de grano modifica el comportamiento magnético del material, que puede transicionar de un estado ferromagnético o ferrimagnético en

el cual los momentos magnéticos se alinean de forma colectiva hacia un estado superparamagnético, caracterizado por partículas individuales que actúan como monodominios magnéticos con respuesta intensa ante campos externos, pero sin magnetización remanente significativa. Este cambio de régimen magnético, asociado a la energía térmica y al tamaño de la partícula, es clave para su aplicación en fluidos y suspensiones, pues evita la formación de estructuras permanentes y favorece su dispersión (Martins et al, 2025).

Entre las Nps magnéticas más estudiadas se encuentran las de magnetita (Fe_3O_4), debido a su bajo costo, facilidad de síntesis, estabilidad química y capacidad de ser funcionalizadas superficialmente (Lu et al, 2007). Estas Nps presentan propiedades atractivas para aplicaciones en ingeniería, tales como un bajo campo coercitivo y niveles de magnetización adecuados para interactuar con campos electromagnéticos sin generar efectos permanentes no deseados (Kolhatkar et al, 2021). En el contexto de la industria petrolera, su incorporación en crudos pesados se ha estudiado como una estrategia para reducir la viscosidad, ya sea por adsorción de fracciones polares, por modificaciones reológicas o por su capacidad para absorber energía electromagnética y generar calentamiento localizado. Sin embargo, un desafío recurrente es su tendencia a agregarse debido a interacciones dipolares anisotrópicas, lo que disminuye su dispersabilidad y limita su eficiencia en medios complejos como el petróleo (Aristizábal-Fontal et al, 2018a).

Para evitar esta agregación y preservar las propiedades magnéticas del material, diferentes estudios han explorado el uso de soportes sólidos que permitan inmovilizar las Nps. Entre estos, el óxido de grafeno se ha consolidado como uno de los materiales más prometedores debido a su estructura laminar, su alta área superficial y la presencia de grupos funcionales oxigenados que facilitan la anclación de especies metálicas (Harres et al, 2023). La inmovilización de Nps de magnetita sobre las láminas de óxido de grafeno mejora la estabilidad coloidal del sistema y

mantiene la actividad magnética mediante un efecto sinérgico entre ambos componentes. Además, la reactividad superficial del óxido de grafeno permite controlar la densidad y distribución de las Nps sobre la lámina, optimizando su respuesta a campos externos y su interacción con compuestos del crudo (Gómez Robayo, 2019).

Debido a estas propiedades, los nanomateriales basados en óxido de grafeno magnético han empezado a emplearse en procesos que requieren manipulación magnética, dispersión estable o absorción eficaz de energía electromagnética (Nwufoh et al, 2019). Las Nps de óxidos de hierro, tanto libres como inmovilizadas, también se han utilizado en reacciones de síntesis orgánica, tratamiento de aguas, modificación de propiedades interfaciales y remoción de contaminantes, demostrando su versatilidad en diferentes campos de la ingeniería y la química (Garcia et al, 2022; Sun et al, 2017; Wang, 2020). En el contexto del recobro mejorado de petróleo, estos materiales ofrecen un potencial considerable como aditivos capaces de interactuar con microondas, promover el calentamiento selectivo del crudo y favorecer la reducción de viscosidad, abriendo la puerta a tecnologías híbridas más eficientes para el manejo de crudos pesados.

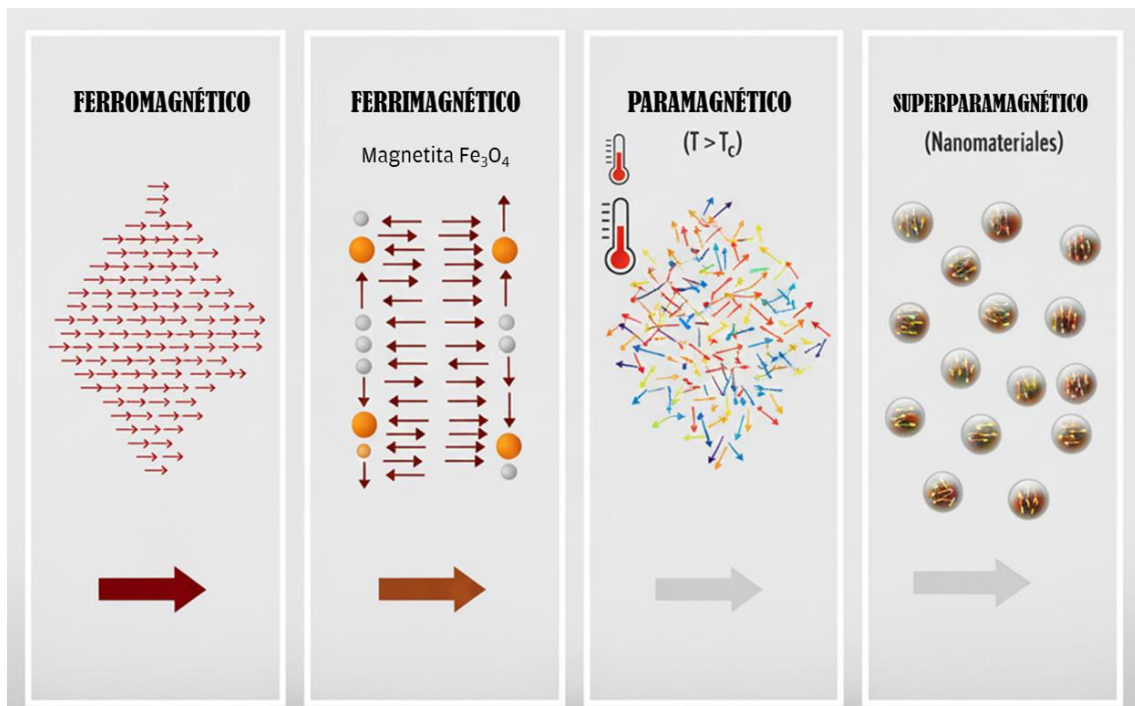
En términos de la configuración electrónica, los materiales clasificados como ferromagnéticos, alinean todos sus momentos magnéticos en la misma dirección y sentido al aplicarles un campo magnético, esta alineación puede conferir una espontánea magnetización en ausencia de un campo magnético aplicado (Masrour et al, 2015). Por otro lado, los materiales clasificados como ferromagnéticos son aquellos cuyos átomos o iones tienden a asumir una posición ordenada en la misma dirección, pero no en el mismo sentido, presentando, al igual que los materiales ferromagnéticos, magnetizaciones permanentes y punto de saturación, aunque con valores menores (Yan et al, 2024). Los ejemplos más importantes dentro de esta clasificación son los óxidos de hierro como la magnetita (Fe_3O_4), que por encima de la temperatura de Curie se

vencen las fuerzas de acoplamiento de los momentos magnéticos y se comportan como materiales paramagnéticos, con momentos magnéticos desalineados (Liu et al, 2023).

En el caso de materiales nanométricos o nanomateriales, las partículas actúan como monodominios dando lugar al efecto conocido como superparamagnetismo, donde cada partícula se comporta como un átomo paramagnético, pero con un gigantesco momento magnético, ya que todavía hay un orden bien definido en cada nanopartícula (Sezer et al, 2021) como se observa en el modelo de la *Figura 4*.

Figura 4

Modelo de momentos magnéticos según clasificación



Nota: Adaptado de “Nanoarquitecturas superparamagnéticas: funcionalidades y aplicaciones multimodales”(Sezer et al, 2021).

2.5 Óxido de grafeno (GO).

El óxido de grafeno (GO) es un material derivado del grafito que se caracteriza por su estructura laminar compuesta por láminas individuales de carbono altamente oxidadas (Dreyer et al, 2009). Cada lámina conserva parte de la estructura hexagonal del grafeno, pero incorpora una variedad de grupos funcionales oxigenados (Lerf et al, 1998). Estos grupos proporcionan polaridad, aumentan la reactividad química y permiten que el GO sea fácilmente dispersable en agua o medios polares, lo que lo diferencia del grafeno puro, que es hidrofóbico y difícil de exfoliar. Esta combinación de estructura bidimensional y funcionalización superficial convierte al GO en un material versátil para aplicaciones químicas, energéticas y ambientales (Hummers y Offeman, 2002).

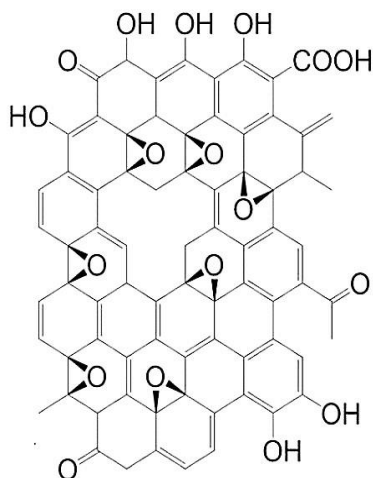
En la *Figura 5* se puede observar un modelo estructural del GO puesto que su estructura exacta ha sido difícil de determinar y aún no se ha dilucidado por completo; sin embargo, está claro que durante la oxidación una fracción de los átomos de carbono en las capas de grafito establece nuevos enlaces con átomos de oxígeno. Esto da origen a los grupos funcionales característicos de este material: epóxido, hidroxilo, ceto y carboxilo (Lerf et al, 1998).

El método más comúnmente empleado para obtener GO es el método de Hummers modificado, una técnica que consiste en la oxidación controlada del grafito mediante una mezcla concentrada de ácido sulfúrico y agentes oxidantes como el permanganato de potasio (Hummers y Offeman, 2002). Las mejoras introducidas al método tradicional permiten un proceso más seguro, una mayor eficiencia de oxidación y una mejor exfoliación de las láminas resultantes, lo que produce materiales con mayor grado de dispersabilidad y uniformidad estructural. El uso de ultrasonido o tratamientos mecánicos posteriores facilita la separación de las láminas, generando

suspensiones estables de GO con características adecuadas para su funcionalización o para la formación de nanocompuestos.

Figura 5

Modelo estructural del GO.



Nota. Representación del Modelo estructural del óxido de grafeno de Lerf–Klinowski. Tomado de “Estructura del óxido de grafito revisada” (Lerf et al, 1998).

Las propiedades superficiales del GO son esenciales para su comportamiento en medios líquidos y para su amplia utilidad como material de soporte. La presencia de grupos funcionales permite que el GO interactúe mediante enlaces de hidrógeno, electrostáticos o coordinados con una variedad de moléculas y especies metálicas, facilitando su modificación química (Zhu et al, 2010). Esta reactividad, sumada a su alta área superficial, otorga al GO una excelente estabilidad coloidal, especialmente en soluciones acuosas, lo que permite obtener dispersiones homogéneas y duraderas. Por estas razones, el GO es ampliamente utilizado como plataforma para inmovilizar Nps metálicas y óxidos, ya que su estructura bidimensional evita la aglomeración y favorece la distribución uniforme de las partículas en la superficie (Compton y Nguyen, 2010).

Una de las aplicaciones más destacadas del GO es su capacidad para formar ensamblajes híbridos con Nps magnéticas, particularmente GO-Fe₃O₄ (Shukla, 2019). En estos nanocompuestos, las Nps de magnetita se anclan a los grupos funcionales del GO, creando un material con estabilidad mejorada, mayor dispersión y propiedades magnéticas moduladas por la estructura laminar. Este ensamblaje genera un efecto sinérgico: por un lado, el GO evita la agregación de las Nps y preserva su comportamiento superparamagnético; por otro, las Nps aumentan la capacidad del GO para absorber radiación electromagnética, especialmente en el rango de microondas (Syahputra et al, 2024). Esta sinergia es particularmente ventajosa en aplicaciones de recobro mejorado de petróleo, ya que los nanocompuestos GO-Fe₃O₄ pueden calentarse rápidamente al interactuar con microondas, transfiriendo este calor al crudo, disminuyendo su viscosidad y mejorando su movilidad (X. Chen et al, 2023).

2.6 Mecanismo esperado de acción GO-Fe₃O₄ + microondas

El mecanismo de acción del nanocompuesto GO-Fe₃O₄ bajo radiación de microondas se fundamenta en la capacidad que tienen tanto el GO como las Nps de magnetita para interactuar con el campo electromagnético mediante procesos dipolares y fenómenos de relajación magnética (Cui et al, 2019). Las Nps magnéticas, debido a su carácter superparamagnético, responden rápidamente a la alternancia del campo, generando movimientos de alineación y desalineación que producen calentamiento localizado. Al mismo tiempo, los grupos funcionales oxigenados del GO presentan dipolos eléctricos que oscilan frente a la radiación incidente, contribuyendo también a la absorción de energía (Li et al, 2020). Esta combinación de mecanismos eléctricos y magnéticos convierte al nanocompuesto en un receptor eficiente de microondas, incluso en sistemas donde el crudo por sí mismo no es capaz de absorber esta energía.

El calentamiento generado en el nanocompuesto se transfiere directamente al medio circundante, en este caso el crudo pesado, produciendo incrementos de temperatura localizados que favorecen la ruptura parcial de asociaciones moleculares complejas, especialmente aquellas formadas por asfaltenos y resinas (Hu et al, 2013). Esta acción térmica localizada, sumada al posible efecto catalítico superficial de las Nps de magnetita, contribuye a la reducción de la viscosidad del crudo como se aprecia de manera conceptual en la *Figura 6*. A medida que la viscosidad disminuye, la movilidad del fluido aumenta, facilitando su desplazamiento dentro del medio poroso y mejorando su respuesta frente a procesos de recuperación mejorada. Así, el sistema GO-Fe₃O₄ microondas actúa como un modulador del flujo, capaz de modificar las propiedades reológicas del crudo de forma rápida y eficiente (León et al, 2025).

Figura 6

Modelo conceptual calentamiento electromagnético en el crudo asistido con GO-Fe₃O₄



3. Antecedentes

A lo largo de las últimas décadas, la explotación y transporte de crudos pesados ha estado limitado principalmente por su alta viscosidad, la cual reduce drásticamente la movilidad del fluido en el medio poroso y genera grandes pérdidas de presión en sistemas de producción y transporte. En este contexto, las tecnologías térmicas han sido ampliamente estudiadas porque el incremento de temperatura disminuye la viscosidad del crudo de manera exponencial y, por ende, mejora la movilidad. Dentro de estas tecnologías, el calentamiento por microondas ha ganado interés debido a su capacidad de producir calentamiento volumétrico y selectivo, logrando incrementos rápidos de temperatura y reducciones significativas de viscosidad en comparación con calentamientos conductivos tradicionales (Shamsi Armandi et al, 2021).

El uso de microondas en crudos pesados se sustenta en que ciertos componentes del petróleo, especialmente las fracciones polares (resinas y asfaltenos) y el agua asociada, pueden absorber energía electromagnética y transformarla en calor (Fan et al, 2023). Sin embargo, se ha demostrado que el efecto final no siempre es exclusivamente positivo: dependiendo de la composición química del crudo, la irradiación por microondas puede inducir reacciones como polimerización u oxidación de ciertas especies, generando incluso incrementos de viscosidad. Un estudio molecular usando ESI FT-ICR MS reportó que crudos con alta proporción de compuestos oxigenados tipo O_2 pueden experimentar polimerización bajo microondas, aumentando la viscosidad posterior al tratamiento, lo cual evidencia la necesidad de evaluar no solo la temperatura alcanzada sino también la alteración química y la estabilidad de las fracciones pesadas durante el proceso (Fan et al, 2023; Shang et al, 2018b).

Para mejorar la eficiencia del calentamiento por microondas en crudos pesados que en ocasiones presentan baja absorción electromagnética se han incorporado absorbentes y Nps que

actúan como “susceptores” de microondas. Estos materiales convierten la energía electromagnética en calor de forma más eficiente y aceleran la disminución de viscosidad (Aristizábal-Fontal et al, 2018b). En particular, Nps magnéticas como Fe_3O_4 han mostrado una capacidad destacada de incrementar la tasa de calentamiento y reducir la viscosidad en menor tiempo respecto a microondas sin aditivos, debido a pérdidas magnéticas y dieléctricas que generan calentamiento localizado, mejorando directamente la movilidad del crudo (Hong et al, 2006).

Adicionalmente, el uso de Fe_3O_4 no se limita a su capacidad térmica, sino que se ha investigado como nanocatalizador para apoyar procesos de reducción de viscosidad y mejora de recuperación. Una evaluación reciente publicada comparó Fe_3O_4 sintetizada por diferentes rutas y su desempeño bajo microondas, mostrando que la síntesis influye directamente en propiedades electromagnéticas del nanomaterial y, por ende, en su efectividad para disminuir la viscosidad y favorecer la producción de crudos pesados. Estos hallazgos son relevantes porque sustentan que no solo el uso de Nps importa, sino su forma, tamaño y método de síntesis para maximizar la eficiencia del tratamiento (Torkaman et al, 2023).

En paralelo a la ruta térmica, la nanotecnología ha impulsado el uso de nanomateriales basados en carbono para modificar la estructura coloidal del crudo y disminuir la viscosidad sin requerir incrementos extremos de temperatura. Entre estos materiales, el GO ha mostrado un alto potencial por su elevada área superficial y su capacidad de interactuar con asfaltenos mediante fuerzas $\pi-\pi$ y enlaces por grupos oxigenados, promoviendo la dispersión de agregados y reduciendo la resistencia al flujo (Kang et al, 2025). En un estudio elaborado por Afeez y colaboradores se reportaron reducciones de viscosidad entre 40% y 60% en crudo pesado usando Nps de GO a concentraciones bajas (0.01–0.5% p/p), evidenciando que el material puede alterar

significativamente las propiedades de transporte del crudo y aumentar su movilidad, especialmente cuando se evalúa el efecto a distintas temperaturas (Yusuff et al, 2021).

Más allá de la viscosidad en volumen, el interés por GO también se ha extendido a su efecto sobre la movilidad del petróleo en escenarios de recuperación mejorada. Una investigación elaborada por Thancy analizó el impacto de partículas basadas en grafeno sobre la movilidad del aceite y su interacción con superficies rocosas, clasificando líneas de estudio orientadas tanto a la reducción de viscosidad como al entendimiento de mecanismos de adsorción y alteración de propiedades fisicoquímicas que condicionan el flujo en el medio poroso. Este tipo de investigaciones sustenta que la mejora en movilidad asociada a nanomateriales de grafeno puede estar mediada no solo por cambios reológicos, sino por modificaciones interfaciales que reducen fuerzas capilares y favorecen el desplazamiento del crudo (Thancy Minotta Perea et al, 2022).

Un desarrollo más reciente y directamente alineado con el objetivo del presente trabajo es la funcionalización magnética del GO, que produce composites tipo $GO@Fe_3O_4$ o “óxido de grafeno magnético”. Estos composites combinan las interacciones superficiales del GO con la respuesta magnética y la alta capacidad de absorción electromagnética de Fe_3O_4 , actuando como absorbentes eficaces para calentamiento por microondas y reduciendo viscosidad por calentamiento localizado. Un estudio publicado por Springer describió la síntesis y caracterización de $GO@Fe_3O_4$ con el propósito específico de aplicarlo como reductor de viscosidad de crudos pesados mediante calentamiento electromagnético, resaltando su estabilidad térmica y su capacidad de absorber energía de manera eficiente (Pérez-Rodríguez et al, 2024; Roa Ardila et al, 2020a).

Mediante la literatura se puede evidenciar que (1) las microondas son efectivas para reducir viscosidad y mejorar movilidad por calentamiento rápido, pero sus efectos dependen fuertemente

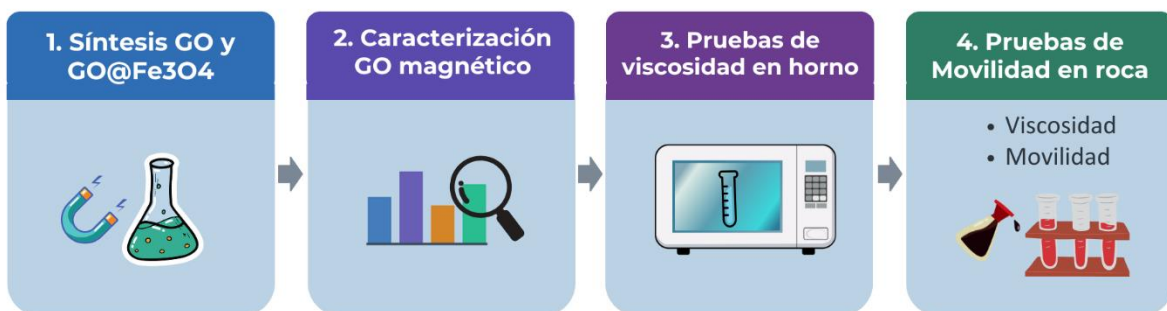
de la composición del crudo y pueden inducir alteraciones químicas no deseadas; (2) la incorporación de Nps absorbentes como Fe_3O_4 incrementa la eficiencia del calentamiento y acelera la reducción de viscosidad; y (3) el GO y su versión magnética $\text{GO}@\text{Fe}_3\text{O}_4$ emergen como materiales prometedores al combinar mecanismos reológicos e interacciones coloidales con mayor absorción electromagnética (Shamsi Armandi et al, 2021b; Taheri-Shakib et al, 2017). Por ello, evaluar la alteración de la viscosidad y la movilidad del crudo pesado bajo tratamientos combinados de óxido de grafeno magnético y microondas constituye una línea investigativa interesante y justificada con literatura.

4. Metodología Experimental

Esta investigación se realizó en las instalaciones del Laboratorio de Espectroscopia Atómica y Molecular (LEAM) y el Grupo de Investigación en Tomografía (GIT), ubicados en el parque tecnológico Guatigará de la Universidad Industrial de Santander. El trabajo de investigación se dividió en 4 etapas, que se describirán y mostrarán de manera gráfica a continuación:

Figura 7

Flujo de trabajo Metodología experimental



4.1 Primera etapa: Síntesis de óxido de grafeno (GO) y óxido de grafeno magnético (GO@Fe₃O₄).

4.1.1 Síntesis de GO.

Se sintetizó GO por el método de Hummers modificado (Marcano et al, 2010) así: Se tomaron 2g de grafito previamente tamizados en un vaso precipitado y se añadieron lentamente 130 ml de ácido sulfúrico al 98% y 14.6 ml de ácido fosfórico; la mezcla se sometió a agitación constante a 50°C luego, se añadió lentamente 12 g de permanganato de potasio en dosis de 0,25 g/min, manteniendo la temperatura en 50°C, estas condiciones se mantuvieron durante 72 horas. Después de esto se detuvo la temperatura y se dejó durante 3 horas hasta alcanzar la temperatura ambiente, se añadió gota a gota 50 ml peróxido de hidrógeno al 30% para detener la oxidación, luego se adicionó 500 ml de agua desionizada y se dejó decantar durante 24 horas a temperatura ambiente. Finalmente, los ácidos residuales en el GO se eliminaron mediante lavados en centrifugación a 8500 rpm hasta obtener un pH de 5; la dispersión obtenida fue llevada a ultrasonido siguiendo los siguientes parámetros:

Tiempo: 0 h-30 min-0 seg

Pulsación: 1seg on- 1seg off

Amplitud: 40%

La dispersión se sometió a tres ciclos de sonicación en un procesador de líquidos ultrasónico Sonics Vibra-Cell VCX750 con sonda CV334 con refrigeración constante, con el propósito de convertir el óxido de grafito en GO, además de favorecer la exfoliación del material, romper las hojuelas de mayor tamaño y reducir el tamaño de partícula del GO (Gómez, 2012). Posteriormente, se determinó la concentración utilizando una alícuota de 5 ml de muestra que se llevó a un horno a 60 °C durante 24 horas con la siguiente ecuación:

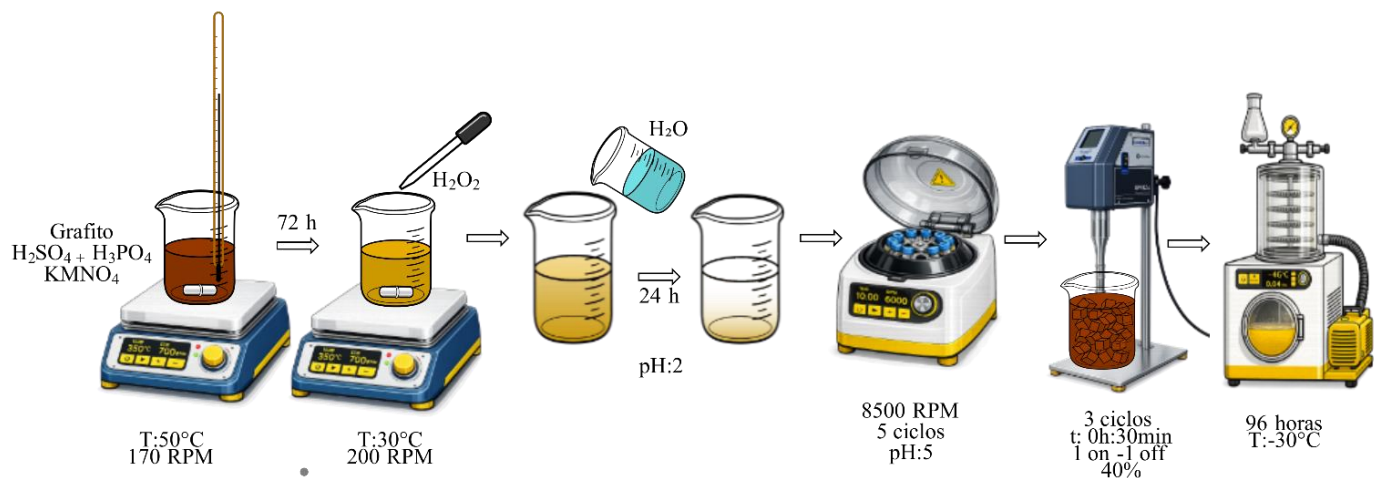
$$C = \frac{WGO \text{ Seco (despues del horno)mg}}{WGO \text{ liquido (antes del horno)ml}}$$

Ecuación 1. Concentración de GO.

Por otro lado, una fracción del GO se llevó a un liofilizador durante 96 horas con el fin de obtener el material seco para su posterior caracterización. En la *Figura 8* se presenta de forma esquemática el procedimiento descrito.

Figura 8

Ruta de Síntesis de GO



4.1.2 Síntesis de $GO@Fe_3O_4$

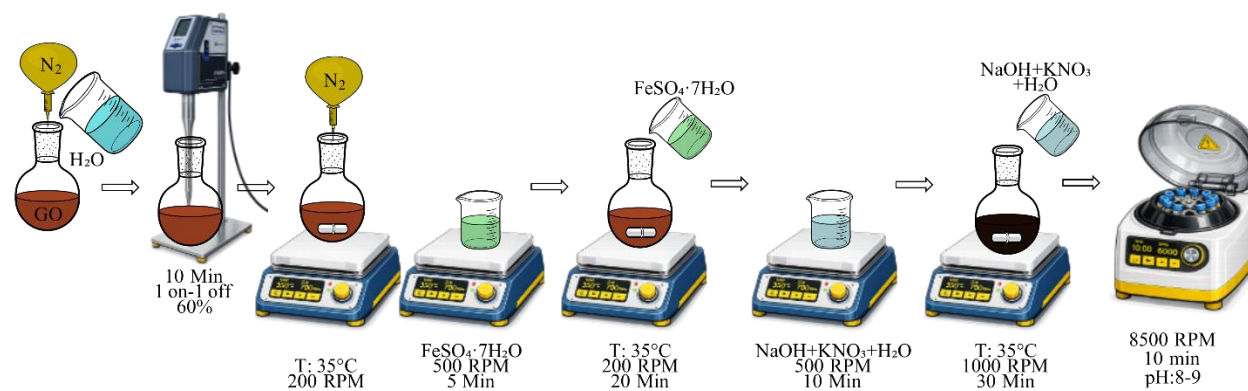
Para la obtención del $GO@Fe_3O_4$, se utilizó un mecanismo de oxidación parcial de Fe^{+2} previamente adsorbido por el GO y la formación in situ de las Nps de magnetita partiendo del método descrito por el PhD. Iván Gómez (Gómez Robayo, 2019) con modificación de la temperatura así: Se tomó la cantidad requerida de GO y se diluyó en agua previamente burbujeadada con nitrógeno hasta alcanzar una concentración de 2000 ppm. La dispersión se sometió a ultrasonido durante 10 minutos, empleando un pulso de 10 s-on /10 s-off y una amplitud del 60 %.

Posteriormente, toda la solución se burbujeó nuevamente con nitrógeno y se colocó sobre una plancha de calentamiento a 35 °C y 200 rpm. Una vez alcanzada la temperatura de 35°C, se pesó la cantidad correspondiente de sulfato ferroso ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) y se disolvió en 30 ml de agua bajo agitación a 500 rpm durante 5 minutos. Esta disolución se adicionó a la dispersión de GO y la mezcla se mantuvo bajo agitación durante 20 minutos. En un recipiente aparte, se pesaron las cantidades requeridas de hidróxido de sodio (NaOH) y nitrato de potasio (KNO_3), las cuales se disolvieron en 30 ml de agua y se agitaron durante 10 minutos a 500 rpm. Transcurrido este tiempo, la solución se adicionó lentamente a la mezcla GO- FeSO_4 y la reacción se mantuvo durante 30 minutos adicionales, incrementando la velocidad de agitación a 1000 rpm.

Nota: Se realizó la misma síntesis, pero reemplazando el GO por agua con el fin de obtener un material (Blanco ó Fe_3O_4) y poder caracterizarlo y comparar el efecto de la incorporación de GO en el estudio. En la *Figura 9* se presenta de forma esquemática el procedimiento descrito.

Figura 9

Ruta de síntesis de $\text{GO}@Fe_3O_4$



Las cantidades de GO y las sales fueron proporcionales a la cantidad de FeSO_4 y se pueden observar en la *Tabla 2* la reacción se detuvo al completar 30 min y cada compuesto se purificó a

través de múltiples centrifugaciones con agua destilada hasta obtener pH neutro en el sobrenadante; cada material se dispersó en 25ml de agua y se llevó a liofilizar.

Tabla 2

Cantidades empleadas en la síntesis de compositos GO@ Fe₃O₄

Composito (GO@ Fe ₃ O ₄)	Cantidad de GO (mL)	NaOH	FeSO ₄ Y KNO ₃
1:2	500	2,9	7,2
1:4	300	3,48	8,64
1:6	214	3,73	9,27
Fe ₃ O ₄	500	2,9	7,2

4.2 Segunda etapa: Caracterización de los nanomateriales obtenidos.

La caracterización del GO y GO@Fe₃O₄, es importante para la validación y verificación de las síntesis desarrolladas y describir de manera precisa y específica las diferentes propiedades, estructuras y composición para esto se utilizaron las siguientes técnicas:

4.2.1 Espectroscopia infrarroja (FTIR).

Se realizó para comparar las variaciones en las bandas de absorción del material; los espectros se obtuvieron mediante un espectrómetro transformado Fourier Nicolet IS50 (FTIR, Thermo Scientific) en modo de reflexión atenuada total (ATR) en el rango de 4000-400 cm⁻¹. Para esto se tomaron aproximadamente 5 mg de GO y los diferentes compositos de GO@Fe₃O₄ en estado sólido, con 100 mg de KBr cada uno. Se homogenizó en un mortero, luego se comprimió en una prensa manual hasta obtener una pastilla traslúcida que se ubicó en el porta muestra del equipo.

4.2.2 Espectroscopia Raman.

Se realizó con el fin de analizar la variación en la relación entre las bandas D, G y medir el desorden estructural del material; los espectros se obtuvieron mediante un espectrómetro LabRAM

HR Evolution (Horiba) con microscopio con focal acoplado, empleando el objetivo de 50x y el láser de 532 nm al 5% de potencia. Para ello se tomó aproximadamente 2 mg de GO y los diferentes compositos de GO@Fe₃O₄ en estado sólido y se colocaron en un slide de vidrio, se homogeneizaron y luego se colocaron en el porta muestras del equipo a la salida del láser.

4.2.3 Análisis termogravimétrico (TGA).

Se realizó en el sistema TGA 5500 de TA Instrument en un rango de 32 a 600°C a una tasa de 15°C/min operado bajo una atmósfera de nitrógeno con un arrastre de (30 ml/min). Previo al análisis se tomó aproximadamente 2 mg cada una de las muestras en estado sólido y se llevaron 2 días a liofilizar con el fin de dejarlas libres de agua, luego se depositaron sobre un crisol de alúmina, se ubicó en la porta muestra del equipo y se pesó, por último, se procedió a hacer la toma de las medidas.

4.2.4 Dispersión dinámica de la luz (DLS).

Se realizó para conocer información sobre el tamaño de las partículas, potencial zeta, la concentración, el peso molecular e indicar el diámetro hidrodinámico promedio en la suspensión líquida del GO y GO@Fe₃O₄; esta prueba fue realizada con un analizador de dispersión de luz dinámica (DLS) Zetasizer Nano ZS90, la corrección de línea base se realizó tomando agua destilada como blanco y se analizó en modo de absorción utilizando una celda de cuarzo. Para la prueba se prepararon diluciones acuosas de 10 ml de GO y los diferentes compositos de GO@Fe₃O₄ con una concentración de 0.5 mg/ml, luego se llevaron cada uno durante 2 min en ultrasonido a 40% de amplitud para lograr una dispersión estable, por último, se introdujo una a una en una celda de propileno y se llevó al equipo para la medida.

4.2.5 Microscopia electrónica de barrido (SEM).

Esta técnica brinda información morfológica y topográfica sobre la superficie de los materiales y se realizó en un microscopio electrónico de barrido FEI Quanta 650 FEG ambiental (ESEM) que proporciona imágenes de alta resolución a alto vacío, bajo vacío y vacío extendido (ambiental), con un voltaje de aceleración de 18 kV y una distancia de trabajo de 9.4 mm, se registraron los análisis de composición microelemental empleando un analizador de energía dispersiva de rayos X (EDS). Para realizar esta caracterización se tomó aproximadamente 1 mg cada una de las muestras en estado sólido y se depositaron sobre una cinta conductora, se recubrieron con oro. Luego la cinta se ubicó en la porta muestra del equipo y se esperó que llegara a un ambiente de vacío y se procedió a hacer la toma de las medidas.

4.2.6 Análisis por difracción de rayos X (DRX).

Se realizó para la identificación cualitativa y cuantitativa de las fases cristalinas presentes en las muestras de GO y compositos GO@Fe₃O₄. Los difractogramas se registraron en un difractómetro de polvo marca Bruker modelo D8 Advance con geometría DaVinci, equipado con un detector lineal LynxEye y empleando radiación Cu K α_1 ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$) filtrada con níquel. El registro se efectuó mediante un barrido por pasos en el rango de $4^\circ \leq 2\theta \leq 70^\circ$, con un tamaño de paso de $0,02035^\circ$, tiempo de conteo de 1,2 s por paso y rendijas Soller primarias y secundarias de $2,5^\circ$. El equipo operó a 40 kV y 40 mA, bajo condiciones controladas y con uso de anti-dispersor de aire. Los difractogramas obtenidos ayudaron a determinar la estructura cristalina, el grado de cristalinidad y la presencia de magnetita en los diferentes compositos sintetizados. Para realizar esta caracterización, las muestras en estado sólido fueron previamente pulverizadas hasta obtener un polvo fino y homogéneo, el cual fue pasado a través de un tamiz con el fin de asegurar una distribución uniforme del tamaño de partícula. Posteriormente, el material pulverizado se colocó

en el portamuestras del equipo de difracción de rayos X (DRX), procurando una superficie plana y compacta. Finalmente, el portamuestras se introdujo en el equipo y se procedió a la adquisición de los difractogramas bajo las condiciones experimentales establecidas.

4.2.7 Espectrometría de emisión óptica con plasma acoplado inductivamente (ICP-OES).

Esta técnica permite el análisis elemental de las muestras mediante la identificación y cuantificación de los elementos presentes a partir de sus líneas características de emisión. Los experimentos se llevaron a cabo utilizando un espectrómetro ICP-OES Avio® 220 Max (PerkinElmer), operado con una potencia de plasma de 1500 W. El flujo de gas del plasma se ajustó a 10 L/min, mientras que el gas auxiliar y el nebulizador se fijaron en 0,2 y 0,6 L/min, respectivamente. El flujo de muestra fue de 1 ml/min y las mediciones se realizaron en modo de vista axial. La adquisición y el procesamiento de los datos se efectuaron mediante el software Syngistix. Como preparación las muestras fueron sometidas a un proceso de digestión orgánica empleando 1 ml ácido nítrico al 65 %, 3 ml ácido clorhídrico al 37 % y 4 ml agua destilada. Posteriormente, las soluciones obtenidas se llevaron a digestión hasta la completa solubilización de la muestra, se filtraron y se aforaron a un volumen final de 25 ml con agua destilada. Finalmente, las muestras fueron diluidas hasta alcanzar concentraciones inferiores a 30 ppm, adecuadas para su análisis instrumental.

4.3 Tercera etapa: Pruebas de Viscosidad en horno del sistema crudo-nanomaterial asistido por calentamiento electromagnético (MW):

4.3.1 Selección y caracterización de muestra de crudo.

Se seleccionó una muestra de crudo pesado del campo Jazmín y se caracterizó petrofísicamente (ASTM International,2001). La densidad y gravedad API se determinaron mediante el método del hidrómetro conforme a ASTM D1298, registrando la lectura del

hidrómetro y la temperatura del fluido, y corrigiendo los valores a las condiciones estándar (15°C para densidad y 60°F para API) usando las Petroleum Measurement Tables utilizando los procedimientos de ASTM 1298(Guide for the Use of the Joint API and ASTM Adjunct for Temperature and Pressure Volume Correction Factors for Generalized Crude Oils, Refined Products, and Lubricating Oils: API MPMS Chapter 11.1, 2025). Para ello, se tomaron 250 ml de crudo previamente deshidratado y se transfirieron a una probeta (cilindro hidrométrico).; posteriormente se introdujo un termómetro calibrado para registrar la temperatura inicial de la muestra y luego se insertó cuidadosamente un hidrómetro de vidrio, permitiendo su libre flotación y evitando el contacto con las paredes del recipiente. Debido a la alta viscosidad del crudo, la muestra se dejó en reposo durante tres (3) días con el fin de estabilizar la lectura, obteniéndose un valor hidrométrico como se aprecia en la *Figura 10*. Finalmente, esta lectura se corrigió utilizando las tablas estándar de corrección por temperatura (*Medición de La Gravedad API Para La Norma ASTM D-1250*, n.d.) empleando como referencia la temperatura registrada, con lo cual se obtuvo la densidad y la gravedad API corregidas a condiciones estándar.

Figura 10

Medición de API a crudo seleccionado.



4.3.2 Modificación del horno microondas.

Existen diversos métodos para la medición de la viscosidad de los fluidos, entre los que se incluyen los viscosímetros capilares, rotacionales y de caída de bola, cada uno con aplicaciones y limitaciones específicas según las condiciones de operación (Bhattad, 2023). Los métodos capilares y rotacionales suelen requerir equipos sensibles a la temperatura y a interferencias externas, lo que dificulta su uso dentro de sistemas cerrados. Por esta razón, en la presente investigación se eligió el método del viscosímetro de bolas, ya que por su diseño este permite su integración dentro de una cavidad (Vargas-Solano y Abril Valencia, 2008), posibilitando la medición de la viscosidad en presencia de radiación electromagnética.

Los ensayos de medición viscosidad asistidos con exposición a radiación electromagnética se realizaron en una cavidad resonante modificada, el horno usado fue un microondas de laboratorio marca Pallomaro, referencia Tornado TMO-1000E, equipado con una placa cerámica fija y sin plato giratorio. Este equipo opera con una alimentación de 110 V monofásico, una potencia de entrada de 1.5 kW y una potencia de salida de 1.0 kW, con una corriente nominal de 9 A. La placa cerámica del horno contribuye a mantener una distribución térmica más uniforme dentro de la cavidad, favoreciendo una conservación del calor más homogénea en todo el sistema durante el proceso de irradiación. Debido a la ausencia de plato giratorio, el montaje experimental se mantuvo en una posición fija durante cada ensayo con el fin de asegurar condiciones reproducibles de calentamiento, con el propósito de medir la viscosidad del crudo directamente durante el tratamiento, se realizó una modificación, que consistió en realizar un orificio en la parte superior del equipo para introducir y fijar verticalmente y suspendido el tubo del viscosímetro de bola dentro de la cavidad quedando expuesta la parte superior del tubo para introducir la esfera durante el experimento tal como se muestra en la *Figura 11*

Figura 11

Modificación superior del horno microondas



Adicionalmente, se retiró la lámpara interna del horno, ya que generaba un calentamiento adicional que podía alterar la reproducibilidad de los ensayos; en su lugar, se utilizó una lámpara externa para mejorar la visibilidad durante la prueba. Para registrar de manera continua el movimiento de la esfera, se ubicó un celular en posición frontal y se grabó toda la prueba, permitiendo obtener con precisión el tiempo que tarda la esfera en recorrer una distancia definida de 10 cm, estas modificaciones externas se pueden observar en la *Figura 12*.

Figura 12

Modificaciones externas a horno para prueba de viscosidad.



Por otro lado, el viscosímetro de bola opera mediante el deslizamiento o caída de una esfera de acero inoxidable dentro de un tubo de cuarzo el cual es transparente a las ondas electromagnéticas colocado con una inclinación de 10° , llenándose previamente con la sustancia a evaluar (Fisher Scientific, n.d.). Con el fin de facilitar el cronometraje, el tubo fue marcado con pintura para generar dos referencias separadas de 10 cm entre sí; de esta manera, el tiempo de caída se determinó registrando inicialmente el instante en que la esfera cruzaba la marca superior y finalizó cuando la esfera atravesaba la marca inferior como se observa en la *Figura 13* adicionalmente se le adaptó un soporte para que mantuviera siempre su inclinación de 10° al interior del horno y no tocara la base del horno, dicho soporte va anclado a la cavidad mediante tornillos removibles como se observa en la *Figura 11*.

Finalmente, la temperatura de la muestra se midió mediante el sensor infrarrojo Fluke 568 antes y después de la exposición a microondas, con el objetivo de relacionar la variación de viscosidad con el efecto térmico generado durante el calentamiento.

Figura 13

Marcas en el tubo



4.3.3 Curva de calibración tiempo de caída Vs Viscosidad.

Con el fin de asignar valores de viscosidad asociado a los tiempos de caída obtenidos en el viscosímetro de bola, se desarrolló una curva de calibración específica para el montaje experimental. La calibración se realizó utilizando 7 diferentes muestras que se nombran en la **Tabla 3** con viscosidades dentro del rango esperado para el crudo Jazmín, de modo que la relación obtenida fuera representativa del comportamiento del fluido de estudio. Estas mediciones de calibración se llevaron a cabo con el horno microondas cerrado, pero sin encender, y a temperatura ambiente, con el propósito de evitar cualquier efecto térmico o electromagnético que pudiera modificar el tiempo de caída que sería relacionado con la viscosidad del fluido de estudio (crudo Jazmín).

Tabla 3

Muestras calibración

Muestra	Nombre	API
1	Eni	25,9
2	Caracara	22
3	Yarigui	19
4	Miel	N/A
5	Teca	16,4
6	Jazmín	11,3
7	Castilla	8,6

Para cada crudo seleccionado, se registró la temperatura inicial, la temperatura final y el tiempo de recorrido de la esfera en el viscosímetro (distancia de medición de 10 cm entre marcas), realizando la medida en tres ocasiones con tres esferas de pesos y diámetros similares, como se observa en la **Tabla 4** y en la **Figura 15**, para un total de 67 valores de tiempos de caída medidos. A estas muestras se les determinaron viscosidades mediante el reómetro comercial MCR 302 - ANTON PAAR, con la geometría plato-plato, usando un GAP de 0.8 mm, bajo condiciones

controladas de cizalla (100 s^{-1}). Se eligió esta cizalla para efectos de disminuir variables dependientes en el diseño experimental parametrizándola a una tasa constante y la temperatura en el rango de 25 a 30 °C, que son los valores aproximados de pruebas a temperatura ambiente, obteniéndose pares de datos tiempo de caída vs. viscosidad. Con estos datos, se construyó una curva de calibración que permite convertir los tiempos medidos en el sistema en valores de viscosidad; este proceso se resume en la *Figura 14*. En consecuencia, el objetivo experimental no fue calcular la viscosidad mediante constantes teóricas asociadas a la esfera, sino obtener tiempos reproducibles y transformarlos en viscosidad mediante una correlación experimental previamente calibrada y validada para el sistema.

Figura 14

Flujo de trabajo para curva de calibración

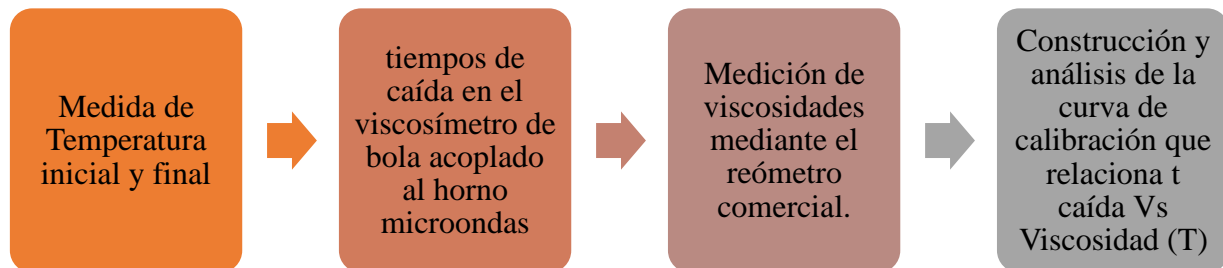


Tabla 4

Peso de las esferas

Clasificación	Peso (g)
Abajo	11,2139
Centro	11,2841
Arriba	11,2754

Figura 15*Esferas usadas para el diseño experimental*

4.3.4 Medición de viscosidad del sistema crudo-nanomaterial asistido por calentamiento electromagnético.

Para la medición de la viscosidad del crudo Jazmín modificado, se empleó la curva de calibración descrita previamente, replicando el mismo procedimiento para cada uno de los sistemas evaluados nombrados en la **Tabla 5**. Las mediciones se realizaron bajo un diseño experimental 1×3, correspondiente a una medición con las tres esferas.

Tabla 5*Muestras de estudio Viscosidad*

Sistema	Detalle
1	Jazmín + MW
2	Jazmín + GO+ MW
3	Jazmín+ Fe ₃ O ₄ +MW
4	Jazmín+1:2 +MW
5	Jazmín+1:4 +MW
6	Jazmín+1:6 +MW
7	Jazmín sin MW
8	Jazmín + GO sin MW
9	Jazmín+ Fe ₃ O ₄ sin MW
10	Jazmín+1:6 sin MW

* MW: Calentamiento electromagnético (Horno encendido).

Los nanomateriales fueron pasados por un arreglo de 3 tamices (apertura de 500,300 y 38 micras) con el fin de lograr unificar su tamaño, para cada ensayo se preparó una muestra de 60 ml de crudo con 1000 ppm de concentración de nanomateriales, esta concentración se eligió por ser un valor ampliamente reportado en la literatura para ensayos de laboratorio, el cual favorece una adecuada dispersión del nanomaterial sin inducir fenómenos de aglomeración. Asimismo, su uso permitió mantener constante este parámetro y evaluar de manera controlada el efecto de los materiales y la radiación de microondas sobre los sistemas. Adicionalmente, esta concentración se considera técnicamente viable desde una perspectiva de aplicación, evitando el uso de dosificaciones excesivas que resulten poco realistas a escala de campo. Con el fin de garantizar una dispersión homogénea de nanomateriales en el crudo, se implementó un montaje adicional de preparación.

4.3.5 Dispersión homogénea de nanomateriales en crudo.

Todas las mezclas se elaboraron pesando 60 mg de nanomateriales, las cuales se incorporaron en cinco fracciones dentro de una jeringa, intercalándolas con el crudo de la siguiente manera: inicialmente se añadió una porción de crudo, seguida por una fracción de nanomateriales, repitiendo esta secuencia (crudo–nanomaterial) hasta completar los 60 mg de material en 60 ml de crudo. Posteriormente, la mezcla se trasvasó siete veces utilizando dos jeringas conectadas entre sí como se aprecia en la *Figura 16* , con el propósito de favorecer la homogeneización y distribución uniforme de las Nps en el fluido. Finalmente, el crudo modificado se depositó en el tubo experimental y se dejó en reposo durante 24 horas en posición vertical, con el objetivo de permitir la liberación del aire incorporado durante el proceso de mezcla.

Figura 16

Montaje homogenización nanomateriales en crudo



Con el fin de evaluar el grado de homogeneización de los nanomateriales en el crudo, así como la cantidad incorporada y la facilidad de recuperación de los mismos, se realizó un experimento adicional. Este consistió en preparar una muestra de 50 ml de crudo Jazmín modificado con composito 1:2, la cual fue sometida al mismo procedimiento de preparación descrito previamente. Posteriormente, la mezcla se transfirió al tubo experimental. El tubo preparado se sometió a MW en el horno microondas, realizando tres irradiaciones diarias de 5 minutos cada una, durante tres días consecutivos, para un total de 15 irradiaciones. Después de cada sesión de irradiación, el sistema se dejó en reposo con el objetivo de observar posibles fenómenos de sedimentación o precipitación de las Nps.

Finalizado el tratamiento, el crudo fue retirado del tubo y dividido en cinco frascos, cada uno con un volumen de 10 ml. A cada frasco se le adicionaron 10 ml de Varsol y se agitó la mezcla durante 20 minutos con el fin de facilitar la separación de las Nps. Posteriormente, se empleó un imán de neodimio para atraer las Nps, dejándolo actuar durante 10 minutos en el fondo de cada frasco. Luego se descartó el líquido y se repitieron los ciclos de lavado hasta obtener un residuo de color claro, indicando la remoción del crudo residual. Los nanomateriales recuperados de cada frasco fueron sometidos adicionalmente a dos lavados con diclorometano para eliminar trazas de hidrocarburos. Finalmente, se secaron en un horno a 40 °C durante una hora. Una vez secas, se procedió a pesar las Nps recuperadas de cada frasco.

Una vez garantizada la homogenización del nanomaterial el tubo se ubicó dentro de la cavidad del sistema de calentamiento electromagnético y se ajustó adecuadamente el soporte. Se midió y registró inicialmente la temperatura ambiente del crudo, correspondiente a la temperatura inicial del experimento. A continuación, se introdujo la esfera sobre la muestra y se activó el sistema de grabación junto con la iluminación externa. En el momento en que la esfera alcanzó la primera marca del tubo, se encendió el microondas, manteniéndolo en funcionamiento hasta que la esfera alcanzó la marca inferior. Al finalizar este recorrido, se registró nuevamente la temperatura del sistema, considerada como temperatura final del ensayo y se registró el tiempo de caída, que como ya se indicó antes es el tiempo que tarda la esfera en recorrer la distancia de 10 cm entre las marcas del tubo.

Posteriormente, el sistema se dejó enfriar durante 24 horas, y se repitió el procedimiento utilizando la siguiente esfera, hasta completar el conjunto de 3 mediciones, luego estas esferas fueron retiradas del sistema. Adicionalmente, se realizaron pruebas de viscosidad para diferentes condiciones de comparación sin usar calentamiento electromagnético (MW) como se observa en

la **Tabla 5**. Finalmente, la confiabilidad del método se verificó comparando los valores estimados a partir de la curva de calibración mediante la correlación, con las mediciones directas realizadas en el reómetro a la temperatura alcanzada durante el experimento, validando así el procedimiento.

Con el fin de presentar de manera explícita el diseño experimental, a continuación, se muestra la **Tabla 6** en la que se describen las variables dependientes e independientes consideradas durante el experimento de medición de la viscosidad en horno del sistema crudo–nanomateriales, asistido por MW.

Tabla 6

Variables del diseño experimental segundo objetivo

Variables	
Independientes	Dependientes
Cantidad crudo	Con/Sin MW
Concentración de Np	Temperatura final
Tiempo de reposo	Tiempo de caída
Inclinación del tubo	Viscosidad
Distancia recorrida	Relación de GO@ Fe ₃ O ₄
Peso y tamaño de esferas	

4.3.6 Eficiencia térmica en función del tiempo de irradiación en crudo Jazmín modificado con nanomateriales.

Se realizó un ensayo de eficiencia térmica con el objetivo de medir de manera directa el incremento de temperatura en el crudo Jazmín modificado con nanomateriales. Para ello, se prepararon muestras de 15 ml de crudo con una concentración de 1000 ppm de material, siguiendo el procedimiento de dispersión homogénea. A diferencia de los ensayos anteriores, en los cuales la temperatura se registró mediante un termómetro infrarrojo sobre el tubo de cuarzo, en este caso la medición se efectuó directamente en el crudo. Las muestras se introdujeron simultáneamente en el horno microondas y se registró la temperatura inicial; posteriormente, el sistema fue irradiado a

diferentes tiempos, entre 0 y 5 minutos, permitiendo el enfriamiento del horno antes de cada irradiación. Finalmente, la temperatura alcanzada (final) en cada muestra se midió directamente en el crudo utilizando una termocupla acoplada al termómetro, se dejaron 3 minutos como tiempo de reposo y se volvió a tomar la temperatura del crudo, lo que permitió una evaluación más precisa del comportamiento térmico del sistema. Las muestras que fueron sometidas a este ensayo fueron: Jazmín, Jazmín + 1:6, Jazmín + Fe₃O₄ y Jazmín + GO.

4.4 Cuarta etapa: Pruebas de movilidad en sistema roca-fluido- nanomateriales asistido por calentamiento electromagnético.

4.4.1 Selección de muestras de roca.

La muestra seleccionada como medio poroso fue arena Ottawa 40, debido a que es uno de las más usadas en estudios de laboratorio para la simulación de medios porosos arenosos. Esta arena presenta propiedades comparables a las de la roca tipo Berea, tales como una distribución granulométrica homogénea, alta permeabilidad y porosidad relativamente uniforme, lo que permite reproducir condiciones controladas y representativas de un medio poroso tipo yacimiento. Adicionalmente, su uso facilita la reproducibilidad experimental y la comparación de resultados con estudios previos reportados en la literatura (Green y Willhite, 1998).

4.4.2 Pruebas de movilidad en sistema roca-fluido- nanomateriales.

En esta etapa se evaluó de manera preliminar la movilidad y el comportamiento viscoso del crudo en un sistema roca-fluido bajo diferentes condiciones experimentales, considerando la presencia de Nps (1:2- 1:4- 1:6), GO y la aplicación de calentamiento electromagnético. Para ello, se diseñaron 13 sistemas experimentales, los cuales se resumen en la **Tabla 7**.

Tabla 7*Sistemas para pruebas de movilidad*

Sistema	Composición	Irradiación
1	Arena + Crudo	No
2	Arena + Crudo	Si
3	GO en Crudo + Arena	Si
4	1:6 en Crudo + Arena	Si
5	GO en Arena + Crudo	Si
6	GO en Arena + Crudo	No
7	1:6 en Arena + Crudo	Si
8	1:6 en Arena + Crudo	No
9	GO en Arena + GO en Crudo	Si
10	1:6 en Arena + 1:6 en Crudo	Si
11	GO en Crudo + Arena	No
12	Arena + 1:4 en Crudo	Si
13	Arena + 1:2 en Crudo	Si

Los sistemas 1 y 2 corresponden al sistema base arena + crudo, evaluado sin y con irradiación, respectivamente, y permiten analizar el efecto exclusivo del calentamiento electromagnético sobre la movilidad del crudo en el medio poroso.

Los sistemas 3 y 4 incorporan GO y GO@ Fe₃O₄ (1:6) dispersos en el crudo, respectivamente, manteniendo la arena como medio poroso y aplicando irradiación electromagnética. Estos sistemas permiten evaluar la interacción del calentamiento electromagnético con nanomateriales dispersos en la fase fluida.

Los sistemas 5 y 6 corresponden a la incorporación de GO en la arena y mantienen el crudo como fase desplazante, evaluados sin y con irradiación electromagnética, respectivamente, lo que permite analizar el efecto de la impregnación del medio poroso con GO.

Los sistemas 7 y 8 corresponden a la incorporación de GO@ Fe₃O₄ (1:6) en la arena y mantienen el crudo como fase desplazante, evaluados sin y con irradiación electromagnética,

respectivamente, lo que permite analizar el efecto de la impregnación del medio poroso con GO@ Fe₃O₄ (1:6).

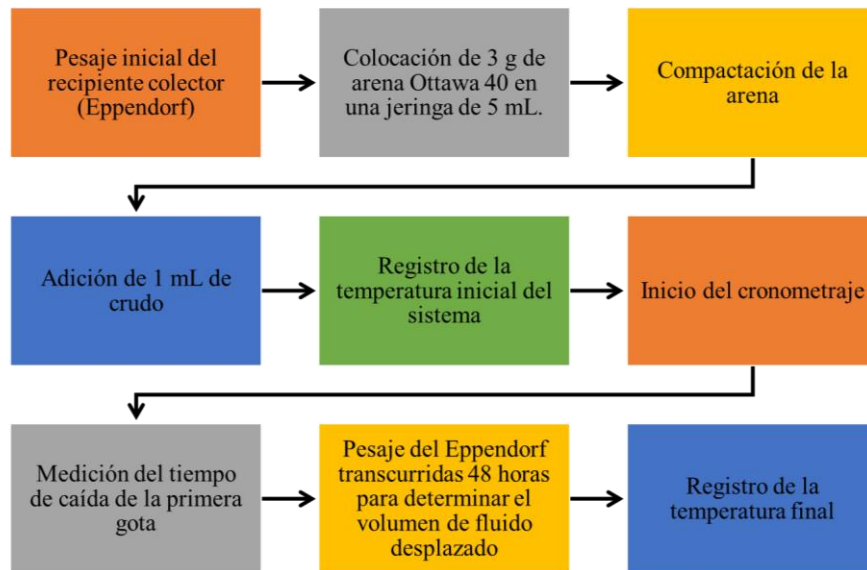
Los sistemas 9 y 10 corresponden a montajes en los que el GO y GO@ Fe₃O₄ (1:6), respectivamente, se encuentran presentes tanto en el crudo como en el medio poroso, bajo irradiación electromagnética, permitiendo evaluar el efecto combinado de los nanomateriales en ambas fases del sistema.

El sistema 11 consiste en GO disperso en el crudo, manteniendo la arena como medio poroso y sin aplicación de irradiación electromagnética con el fin de obtener un blanco del sistema con presencia de GO.

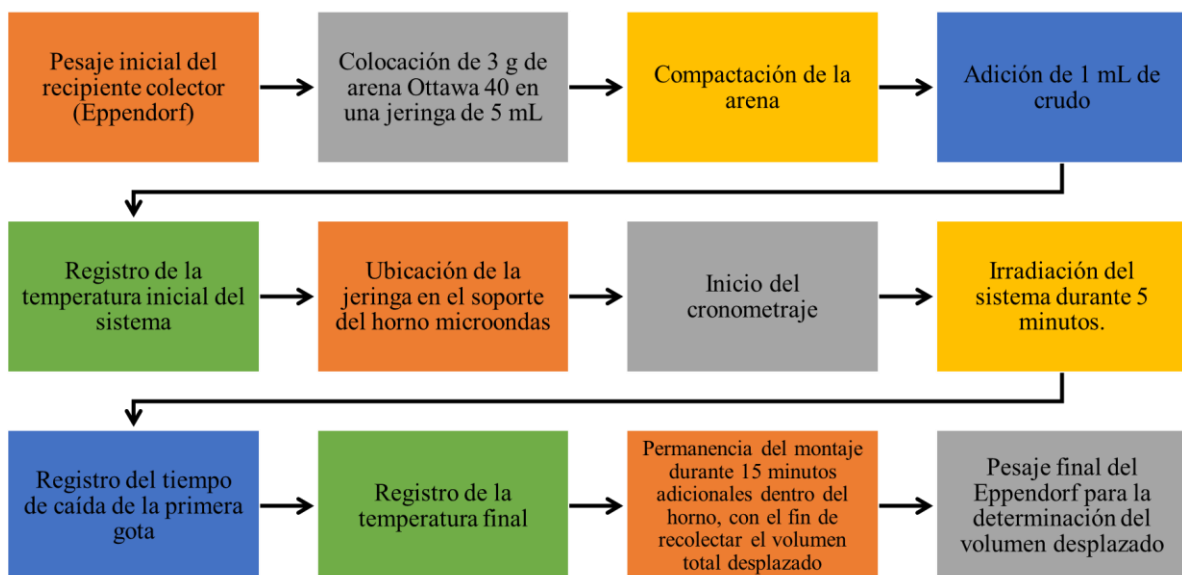
Finalmente, los sistemas 12 y 13 corresponden a la incorporación de GO@ Fe₃O₄ (1:2) y (1:4) en el crudo, manteniendo la arena como medio poroso bajo irradiación electromagnética. Estos sistemas permiten evaluar la interacción del calentamiento electromagnético con las Nps dispersas en la fase fluida.

Para la evaluación de la movilidad y el desplazamiento del crudo se emplearon dos montajes experimentales que se observan en la *Figura 17* y *Figura 18* los cuales se describen a continuación:

Montaje 1: Ensayo sin calentamiento electromagnético (Este montaje se utilizó para los sistemas sin aplicación de irradiación).

Figura 17*Ensayo sin calentamiento electromagnético*

Montaje 2: Ensayo con calentamiento electromagnético (Este montaje se utilizó para los sistemas con irradiación).

Figura 18*Ensayo con calentamiento electromagnético*

Los sistemas (arena + crudo), (GO en Arena + Crudo), (1:6 en Arena + Crudo) y (arena + GO en crudo), todos sin irradiación se evaluaron utilizando el Montaje 1 descrito en la *Figura 17* mientras que el resto de sistemas con irradiación se evaluaron utilizando el Montaje 2 descrito en la *Figura 18*.

Consideraciones:

Los sistemas 1, 6, 8 y 12 establecen una línea base para la comparación de resultados y permiten evaluar el comportamiento del crudo en el medio poroso sin la influencia del calentamiento electromagnético.

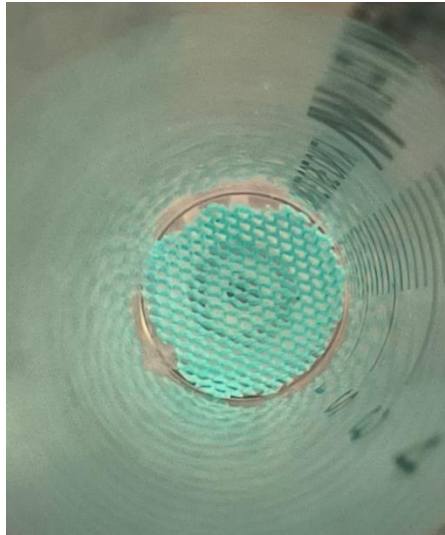
Los sistemas 3,4,5,6,7,8,11,12 y 13 que incorporaron NP o GO fueron preparados a una concentración total de 1000 ppm. El sistema 9 y 10 donde el material se encontraba presente tanto en el crudo como en el medio poroso, se utilizó una concentración de 500 ppm en cada fase, manteniendo constante la concentración total del sistema y evitando sesgos en la comparación de resultados. La selección de esta concentración se basó en los resultados obtenidos en el segundo objetivo de la investigación.

Los sistemas 3,4,9,10,11,12 y 13 que requirieron homogenización del GO y NP en el crudo se empleó el procedimiento descrito en la sección 4.3 Tercera etapa inciso E) Dispersión homogénea de nanomateriales en crudo.

Para todos los sistemas, los montajes se realizaron en jeringas, en cuyo interior se dispuso una malla de tela, tal como se muestra en la *Figura 19* con el fin de evitar la salida de arena por el orificio inferior y permitir únicamente el paso del crudo. Esta configuración permitió minimizar pérdidas de material sólido y evitar sesgos en la medición de masa del fluido desplazado.

Figura 19

Montaje de malla al interior de jeringas



En todos los sistemas la arena fue compactada mediante la aplicación de una carga de plomo durante un tiempo de 10 minutos como se observa en la *Figura 20*, garantizando condiciones reproducibles de empaquetamiento del medio poroso.

Figura 20

Compactación de arena



Para todos los experimentos se retiró el tubo originalmente dispuesto para mediciones de viscosidad y se selló la parte superior con un aislante de aluminio, con el objetivo de evitar pérdidas de radiación electromagnética. La jeringa se introdujo dentro de un tubo de cuarzo para aislarla posibles transferencias de calor por parte de la placa inferior del horno y evitar calentamientos adicionales, como se observa en la *Figura 21*.

Figura 21

Montaje en horno para pruebas de movilidad.



Para la impregnación de GO y Nps en la arena, se selló previamente el extremo inferior de la jeringa y se colocaron 3 g de arena Ottawa 40 sin compactar. Posteriormente, se adicionó 1 ml del nanofluido correspondiente y se realizó el pesaje de la jeringa. El sistema de arena con GO/Nps fue sometido a un proceso de secado en horno a 40 °C durante 48 horas, con el fin de evaporar completamente el líquido que hubiese en medio poroso. Una vez finalizado el secado, se efectuó un nuevo pesaje para verificar la evaporación y, posteriormente, la arena impregnada fue disgregada suavemente para asegurar una distribución homogénea del material.

La preparación del nanofluido se realizó calculando la masa de GO y Np necesario para alcanzar una concentración de 1000 ppm. Se prepararon 10 ml de nanofluido empleando material previamente disperso en agua de concentración conocida y agua como diluyente. Posteriormente, la suspensión se sometió a un proceso de ultrasonido durante 3 minutos, con una amplitud del 20% y un ciclo de trabajo 1 ON – 1 OFF. Los valores de volúmenes utilizados se presentan en la **Tabla 8**.

Tabla 8

Valores para preparación de nanofluidos

Material	Concentración Conocida (ppm)	Volumen Material (ml)	Volumen Agua (ml)
GO	4400	2,274	7,726
1:6	4340	2,304	7,696

Con el fin de presentar de manera explícita el diseño experimental, a continuación, se muestra la **Tabla 9** en la que se describen las variables dependientes e independientes consideradas durante el experimento de Pruebas de movilidad en sistema roca-fluido- nanomateriales asistido por calentamiento electromagnético

Tabla 9

Variables del diseño experimental tercer objetivo

Variables	
Independientes	Dependientes
Cantidad crudo	Temperatura final
Concentración de Np	Tiempo de caída de la primera gota
Tiempo de reposo	Volumen desplazado
Tiempo de irradiación	

5. Análisis y discusión de resultados.

En esta sección se presenta el desarrollo y cumplimiento del primer objetivo de la investigación, el cual consistió en la síntesis y caracterización de óxido de grafeno con la adición de nanopartículas magnéticas de alta absorción de energía electromagnética. Para ello, se llevaron a cabo los procesos de síntesis de GO y la posterior síntesis de GO@Fe₃O₄; seguida por la caracterización fisicoquímica mediante diferentes técnicas analíticas, con el fin de verificar la incorporación de las Nps e identificar las propiedades estructurales, térmicas y morfológicas de los materiales obtenidos.

5.1 Síntesis de GO.

Utilizando la metodología de síntesis descrita en el Capítulo 4.2, inciso a), se logró la obtención de 1 L de GO, el cual se presenta tanto en forma de dispersión acuosa como en estado sólido, tal como se muestra en la *Figura 22*. La dispersión obtenida presentó una concentración final de 4280 ppm.

Figura 22

Presentaciones de GO



Nota: Ala derecha liofilizado, a la izquierda en estado líquido.

Una de las principales evidencias de la formación de GO fue el cambio progresivo de coloración observado durante el proceso de oxidación del grafito (Dreyer et al., 2009b; Hummers y Offeman, 2002b). Inicialmente, el material se encontraba como un sólido de color negro; tras la adición de los reactivos oxidantes, la dispersión adquirió una tonalidad verdosa. Posteriormente, al iniciar el proceso de oxidación, la mezcla presentó una coloración morada, la cual fue evolucionando gradualmente hacia un tono marrón oscuro conforme avanzó el tiempo de reacción hasta completar las 72 horas de oxidación.

Una vez detenida la reacción mediante la adición de peróxido de hidrógeno, se observó un cambio inmediato de coloración hacia un amarillo intenso, característico del óxido de grafito altamente oxidado. Finalmente, después de los ciclos de sonicación, se obtuvo una dispersión homogénea de color marrón claro translúcido, lo que indica una adecuada exfoliación del óxido de grafito y la formación de láminas de GO (Dreyer et al., 2009b; Hummers y Offeman, 2002b).

La dispersión de GO obtenida mostró una alta estabilidad, manteniéndose homogénea por más de 24 horas sin evidencia de sedimentación visible, como se aprecia en la *Figura 23*, lo cual confirma una eficiente exfoliación y dispersión del material. Adicionalmente, tras el proceso de liofilización, se obtuvo un sólido de color café con estructura laminar, adecuado para su posterior caracterización estructural, morfológica y química.

Figura 23*Estabilidad del GO a diferentes concentraciones*

Nota. Se ordenan de izquierda a derecha: 100,200,300,400,500 ppm

Se determinó la concentración para el GO de 72 horas utilizando la Ecuación 1 así:

Peso de la Petri vacía: 7.0221 g

Peso después de salir del horno: 7.0435 g

$$C = \frac{(7.0435 - 7.0221)g}{(5)ml}$$

$$C = \frac{0.0214g * 1000 mg}{5 ml/1000L} \Rightarrow C = 4280 ppm$$

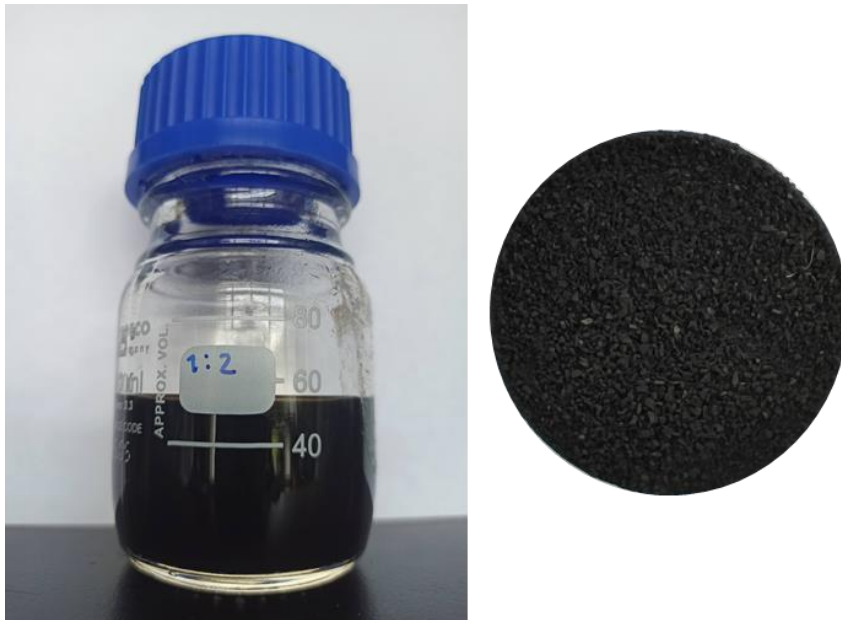
5.2 Síntesis de GO@Fe₃O₄.

Utilizando la metodología de síntesis descrita en el Capítulo 4.2, inciso b), se logró la obtención de 3 compositos de GO@Fe₃O₄, visualmente tras la reacción de formación in situ de las Nps de magnetita, la dispersión de GO presentó un cambio evidente en la coloración hacia tonos

negro intenso como se muestra en la *Figura 24* donde se ve el material tanto en estado líquido como en estado sólido tras el proceso de liofilización, este cambio de tonalidad está asociado a la formación de óxidos de hierro. Adicionalmente, el material $GO@Fe_3O_4$ mostró una clara respuesta frente a la aplicación de un campo magnético externo, evidenciándose la migración del material hacia el imán y la consecuente clarificación del sobrenadante como se observa en la *Figura 25*, este comportamiento confirma cualitativamente la incorporación exitosa de Nps magnéticas sobre la matriz de GO.

Figura 24

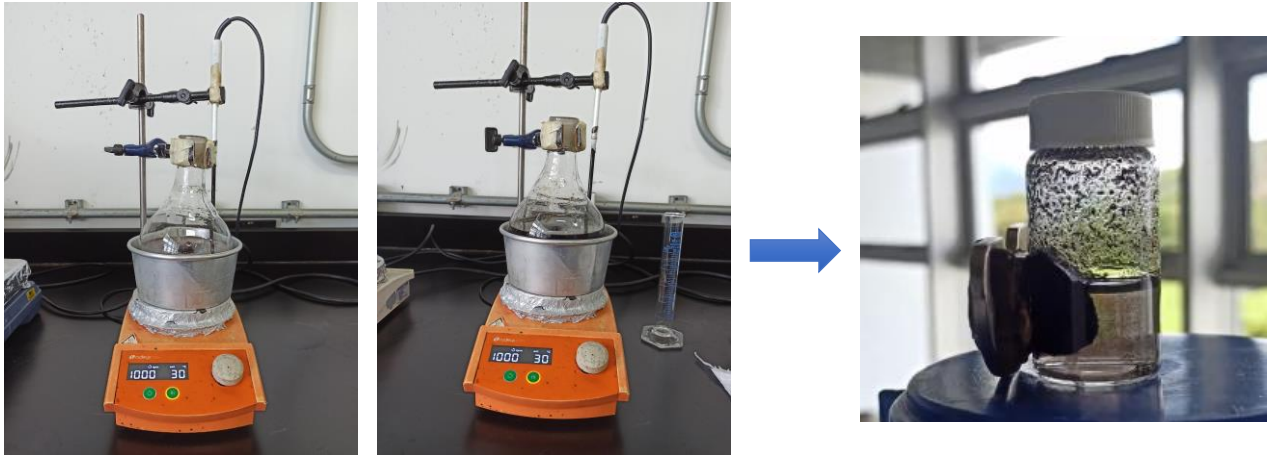
Presentación de $GO@Fe_3O_4$



Nota. A la derecha seco, a la izquierda en estado líquido.

Figura 25

Formación de Np de GO@Fe₃O₄ y respuesta a imán



Con el fin de evaluar el efecto de la presencia del GO en la formación y estabilidad de las Nps magnéticas, se sintetizó un material blanco (Fe₃O₄) bajo las mismas condiciones experimentales, pero en ausencia de GO. En este caso, se observó la formación de partículas magnéticas con una mayor tendencia a la aglomeración y sedimentación rápida, lo cual contrasta con el comportamiento observado en los composites de GO@Fe₃O₄. Estos últimos presentaron una mejor dispersión en medio acuoso, lo que sugiere que la presencia del GO favorece la estabilización de las Nps de magnetita, posiblemente a través de interacciones superficiales con los grupos funcionales oxigenados del GO. En la *Figura 26* se presentan los composites de GO@Fe₃O₄ obtenidos, así como la comparación visual con el material Fe₃O₄ decantado, donde se evidencia el efecto del GO en la estabilidad del sistema.

Figura 26

Compositos GO@Fe₃O₄



Nota. Arriba a 0h y abajo 24 horas después de síntesis

Los resultados obtenidos durante la síntesis del GO y los compositos de GO@Fe₃O₄ se muestran en la *Figura 27* evidencian la formación exitosa de los nanomateriales.

Figura 27

Muestras para caracterización de GO, Fe₃O₄ y compositos GO@Fe₃O₄



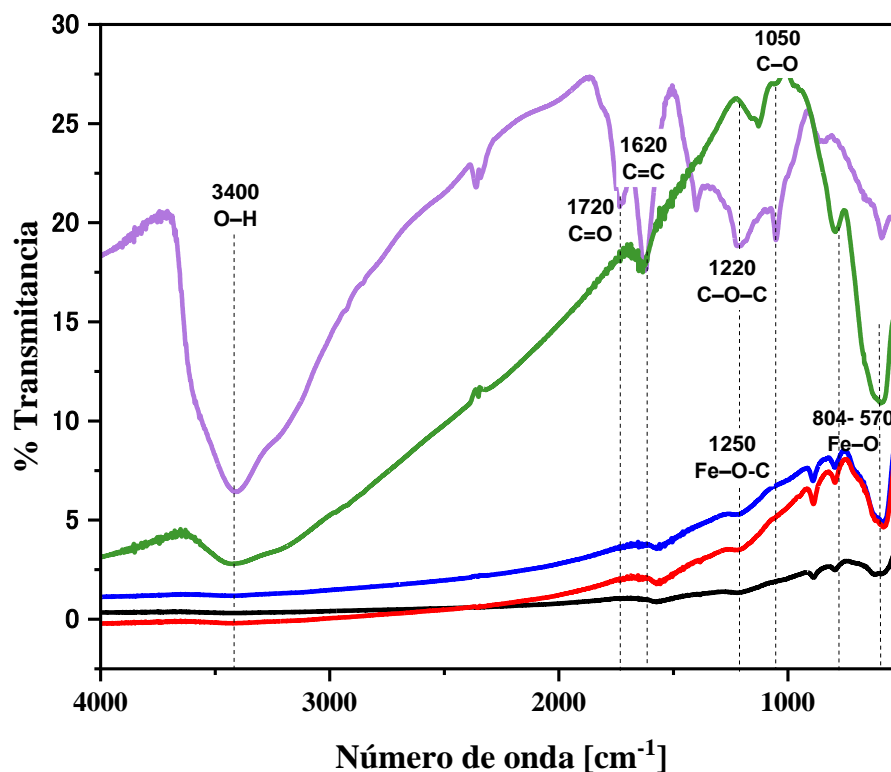
5.3 Caracterización de GO, Fe₃O₄ y composites de GO@ Fe₃O₄.

Con el fin de confirmar estructural, morfológica y químicamente los nanomateriales obtenidos fueron sometidos a diferentes técnicas de caracterización, cuyos resultados se presentan a continuación:

5.3.1 Espectroscopia infrarroja (FTIR):

La espectroscopía infrarroja fue empleada con el fin de identificar los grupos funcionales característicos del GO y confirmar la incorporación de magnetita (Fe₃O₄) en los composites de GO@Fe₃O₄ sintetizados en diferentes relaciones (1:2, 1:4 y 1:6). Los espectros mostrados en la *Figura 28* obtenidos evidencian la presencia simultánea de bandas asociadas a los grupos oxigenados superficiales del GO y a las vibraciones metal-oxígeno propias de la fase magnética, observándose variaciones sistemáticas en la intensidad de las señales conforme aumenta el contenido de Fe₃O₄.

En la *Tabla 10* se observa un resumen de las posiciones y el modo vibracional asociado a cada señal que evidencia la formación de los diferentes nanomateriales, en la región de alta energía, por ejemplo, se observa una banda ancha centrada alrededor de 3400 cm⁻¹, atribuida al estiramiento O-H de grupos hidroxilo y al agua físicamente adsorbida sobre la superficie del GO. La disminución progresiva en la intensidad de esta banda al incrementar la proporción de magnetita, puede asociarse a la interacción de los grupos hidroxilo con los sitios metálicos superficiales del óxido de hierro, lo cual reduce la cantidad de grupos -OH libres disponibles en la matriz de GO puesto que estos grupos se convierten en los puntos de nucleación para la formación de las Nps de magnetita (Gómez Robayo, 2019).

Figura 28*Espectros FTIR de GO, Fe₃O₄ y compositos de GO@ Fe₃O₄***Tabla 10***Grupos funcionales de GO, Fe₃O₄ y compositos de GO@ Fe₃O₄*

Posición (Cm ⁻¹)	Modo Vibracional
3400	O-H (hidroxilos / agua adsorbida)
1720	C=O (carboxilos / carbonilos)
1620	C=C (esqueleto aromático)
1220-1250	C-O-C (epóxidos)
1050-1100	C-O (alcohol / alcóxido)
1050-1250	Fe-O-C
780-820	Fe-O en sitios octaédricos
630-650	Fe-O en sitios tetraédricos
570-590	Vibración Fe-O (magnetita)

En la región cercana a $\sim 1720\text{ cm}^{-1}$, correspondiente al estiramiento del grupo carbonilo (C=O) presente en grupos carboxilo del GO, se observa una disminución progresiva de la intensidad al pasar de la muestra 1:2 a la 1:6. Este comportamiento puede atribuirse a la interacción de los grupos carboxilo y oxigenados del GO con los iones $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ durante la formación in situ de Fe_3O_4 , lo que conduce a una reducción en la cantidad de grupos carbonilo libres. Dicha interacción sugiere la participación de estos grupos funcionales en procesos de coordinación y anclaje de las Nps de Fe_3O_4 sobre la superficie del GO, favoreciendo la formación de interacciones del tipo Fe–O–C, las cuales constituyen una evidencia indirecta de la integración efectiva entre ambas fases. De manera complementaria, se evidencian modificaciones en las bandas localizadas entre 1050 y 1250 cm^{-1} , asociadas a las vibraciones C–O y C–O–C de grupos hidroxilo y epóxido del GO. La disminución y ensanchamiento de estas señales conforme aumenta el contenido de magnetita refuerzan la hipótesis de la formación de enlaces interfaciales Fe–O–C, confirmando la interacción química o fisicoquímica entre la matriz de GO y la fase magnética.

Asimismo, se identifica una banda alrededor de $\sim 1620\text{ cm}^{-1}$, atribuida a la vibración del esqueleto aromático C=C del grafeno parcialmente oxidado. La presencia de esta señal en todas las formulaciones analizadas indica que la estructura basal del GO se conserva tras el proceso de incorporación de Fe_3O_4 , evidenciando que el anclaje de la fase Fe_3O_4 ocurre sin una alteración significativa del GO. Esta conservación estructural resulta relevante, ya que permite la coexistencia de las propiedades intrínsecas del GO, asociadas a su red carbonosa, con las propiedades magnéticas de Fe_3O_4 , favoreciendo una interacción sinérgica entre ambos materiales y contribuyendo a la obtención de un nanocompuesto con propiedades combinadas en una única fase funcional. Otras bandas características del GO se observan en la región comprendida entre 1220 – 1250 cm^{-1} , atribuida a la vibración C–O–C de grupos epóxido, y entre 1050 – 1100 cm^{-1} ,

correspondiente al estiramiento C–O de grupos hidroxilo o alcóxido. Estas señales se encuentran presentes en todas las muestras; sin embargo, su intensidad relativa disminuye conforme aumenta el contenido de magnetita, lo cual refuerza la hipótesis de una interacción química o física entre los grupos oxigenados del GO y la superficie de Fe₃O₄.

Por otro lado, la banda característica más representativa de Fe₃O₄ se observa en la región de baja energía, alrededor de 570–590 cm⁻¹, asociada a la vibración de enlace Fe–O. Esta señal muestra un incremento significativo en intensidad al pasar de la muestra 1:2 a la 1:6, confirmando el aumento progresivo de la fracción de magnetita en los nanocompuestos y respaldando la relación de composición establecida experimentalmente, siendo la muestra 1:6 la que presenta el mayor contenido magnético.

Finalmente, el análisis FTIR confirma la coexistencia de señales correspondientes al GO y Fe₃O₄, así como modificaciones sistemáticas en las bandas asociadas a los grupos oxigenados del GO conforme se incrementa el contenido de Fe₃O₄. Estos resultados sugieren una interacción efectiva entre ambas fases y confirman la formación exitosa de los nanocompuestos GO@Fe₃O₄ lo que muestra que la síntesis de nuevos nanomateriales es exitosa.

5.3.2 Espectroscopia Raman:

La espectroscopía Raman se empleó para la caracterización estructural del GO, Fe₃O₄ y los compositos de GO@Fe₃O₄ (1:2, 1:4 y 1:6), debido a su alta sensibilidad a los cambios en el orden estructural, la densidad de defectos y las interacciones entre fases carbonosas y óxidos metálicos. Los espectros obtenidos se presentan en la *Figura 29* y los parámetros estructurales obtenidos a partir del análisis Raman se presentan en la *Tabla 11*. En el caso del GO, el espectro Raman muestra claramente las bandas D (≈ 1350 cm⁻¹) y G (≈ 1580 cm⁻¹), asociadas al desorden estructural inducido por defectos y a las vibraciones del enlace C=C en dominios sp², respectivamente. El

cociente $\text{AreaD}/\text{AreaG}$ obtenido para el GO es cercano a la unidad (≈ 0.97), valor característico de materiales altamente oxidados, con dominios sp^2 relativamente pequeños, pero aún bien distribuidos dentro de una matriz rica en defectos. Por otro lado, el espectro Raman de Fe_3O_4 no presenta las bandas D y G, lo cual es consistente con la ausencia de una red carbonosa en este material, la señal observada corresponde principalmente a contribuciones de fondo y a modos vibracionales de baja intensidad típicos de óxidos metálicos, lo que confirma que las bandas D y G observadas en los composites de $\text{GO}@Fe_3O_4$ provienen exclusivamente de la fase carbonosa (GO).

Al incorporar Fe_3O_4 en el GO en una relación 1:2, el valor del cociente $\text{AreaD}/\text{AreaG}$ se mantiene prácticamente constante respecto al GO, lo que indica que, a bajas concentraciones de Fe_3O_4 , la perturbación estructural inducida sobre la red sp^2 del GO es limitada. En este régimen, la magnetita parece interactuar principalmente con defectos preexistentes o grupos funcionales oxigenados, sin generar una fragmentación significativa adicional de los dominios sp^2 . Sin embargo, al aumentar la proporción de magnetita a una relación 1:4, se observa un incremento marcado del parámetro $\text{AreaD}/\text{AreaG}$ (≈ 1.69), acompañado por una disminución significativa del tamaño promedio de los dominios sp^2 ($L_a \approx 11.4$ nm) y de la distancia interdefectos ($L_D \approx 9.2$ nm), así como un aumento notable de la densidad de defectos ($n_D \approx 3.7 \times 10^{11}$ cm^{-2}). Este comportamiento sugiere que, a esta concentración, la interacción entre el GO y Fe_3O_4 es más efectiva, promoviendo el anclaje de Nps sobre la superficie del GO y la generación de nuevos bordes, defectos y discontinuidades en la red sp^2 , lo que se traduce en un mayor grado de desorden estructural.

Finalmente, para la muestra con mayor contenido de magnetita (1:6), el valor de $\text{AreaD}/\text{AreaG}$ disminuye ligeramente respecto al observado para la relación 1:4 (≈ 1.58), aunque

permanece significativamente por encima del GO y del composito 1:2. Este comportamiento puede atribuirse a un efecto de cobertura o agregación de las Nps de Fe_3O_4 sobre la superficie del GO, lo cual reduce el volumen efectivo de material carbonoso iluminado por el láser Raman. En este caso, la Fe_3O_4 puede actuar como una fase parcialmente dominante que recubre o sombrea las láminas de GO, limitando la contribución espectral del carbono sp^2 y atenuando el incremento aparente del desorden estructural.

Los resultados obtenidos mediante espectroscopía Raman confirman que la modificación del GO con magnetita fue exitosa y que el grado de perturbación estructural de la red carbonosa no depende de la relación GO@ Fe_3O_4 . El máximo nivel de desorden estructural se alcanza para la relación 1:4, lo que sugiere un equilibrio óptimo entre interacción efectiva y exposición del GO al láser, mientras que a concentraciones más altas de magnetita se presentan efectos de agregación y cobertura.

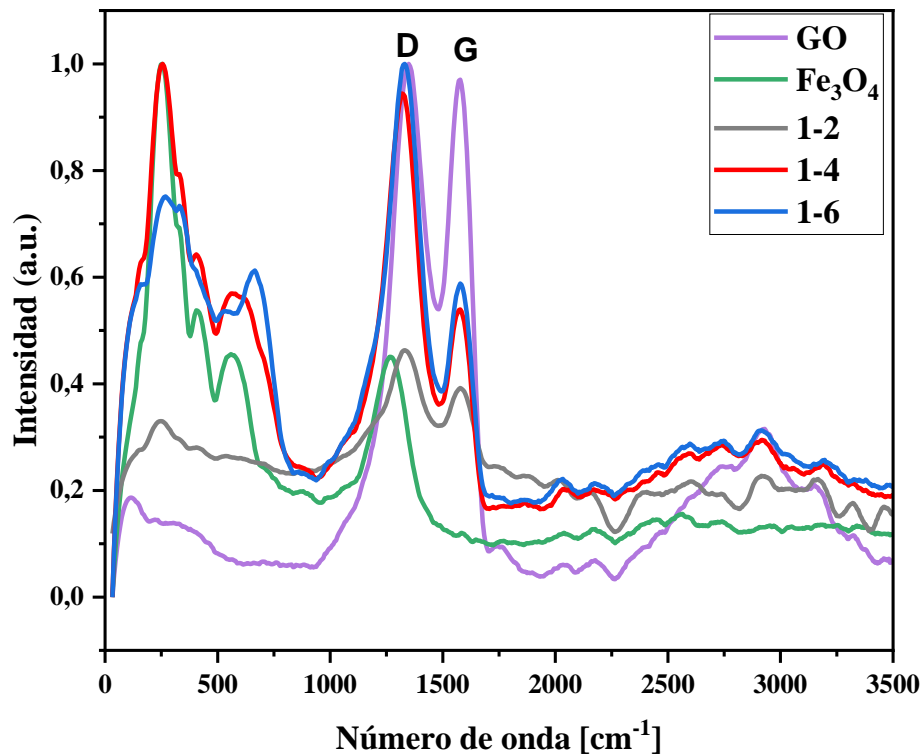
Tabla 11

Parámetros estructurales obtenidos a partir del análisis Raman

Muestra	Área D	Área G	Área D/área G	La(nm)	Ld(nm)	Nd(cm^{-2})
GO	8566,38	8808,61	0,9725	19,77	12,18	2,15E+11
1=2	4769,77	4936,11	0,9663	19,9	12,22	2,13E+11
1=4	5638,73	3339,12	1,6887	11,38	9,24	3,73E+11
1=6	5236,55	3315,87	1,5792	12,17	9,56	3,49E+11

Figura 29

Espectros Raman de GO, Fe₃O₄ y compositos de GO@Fe₃O₄



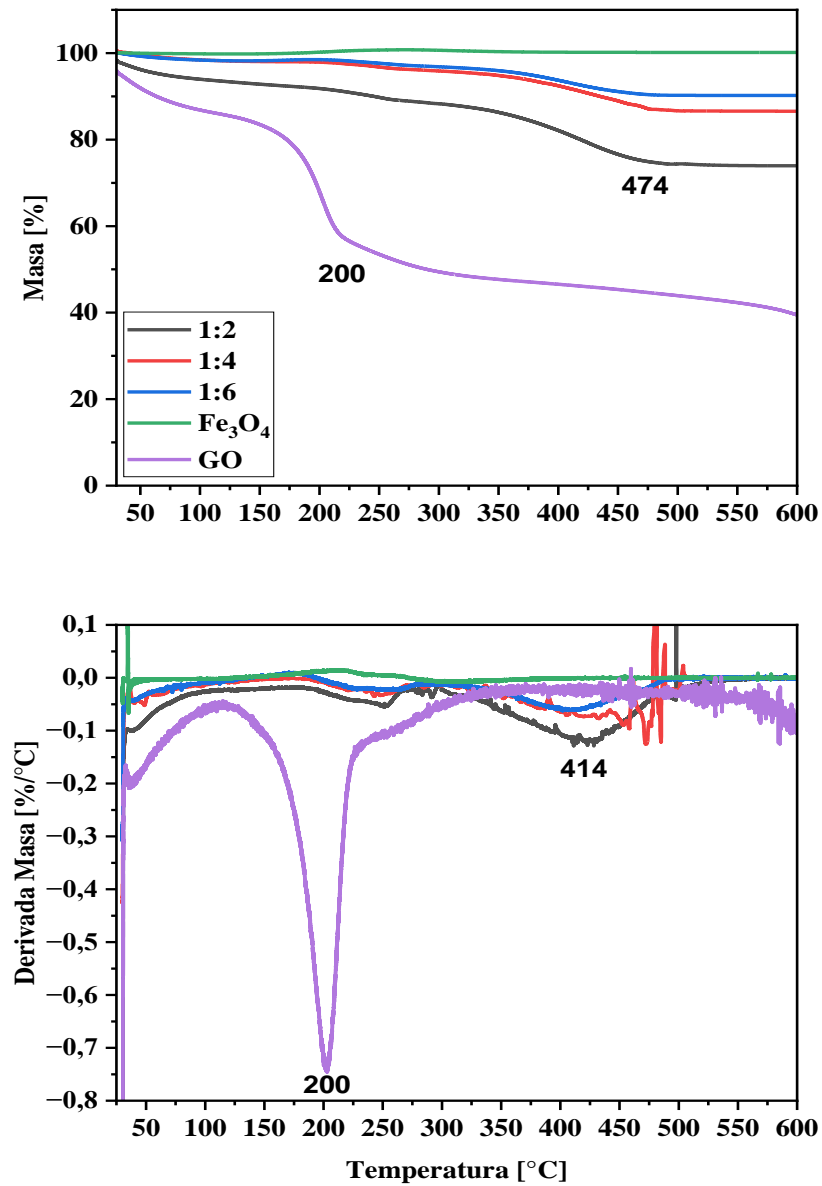
5.3.3 Análisis termogravimétrico (TGA).

El TGA fue empleada para evaluar el comportamiento térmico, la estabilidad y los mecanismos de degradación del GO, Fe₃O₄ y los compositos GO@Fe₃O₄, con el fin de analizar el efecto de la incorporación de magnetita sobre la respuesta térmica del material carbonoso. Esta técnica permite identificar las diferentes etapas de pérdida de masa asociadas a la eliminación de grupos funcionales, la descomposición de la estructura carbonosa y la estabilidad de la fase inorgánica, proporcionando información sobre la viabilidad del material en aplicaciones que involucran condiciones térmicas elevadas, como los procesos de recobro mejorado químico. En este contexto, la *Figura 30* presenta las curvas de pérdida de masa acumulada (TGA) y de derivada

de pérdida de masa (DTG), respectivamente, en función de la temperatura para GO, Fe_3O_4 y compositos GO@ Fe_3O_4 .

Figura 30

Curvas de TGA y DTG en función de la temperatura para GO, Fe_3O_4 y compositos GO@ Fe_3O_4



El GO exhibe un comportamiento térmico típico de materiales altamente oxidados. En el TGA a temperaturas inferiores a 100 °C se presenta una pérdida de masa atribuida a la eliminación de agua adsorbida, por otro lado, en la curva DTG se observa un evento dominante entre 180 y 220 °C, con un máximo cercano a 200 °C, asociado a la descomposición rápida de los grupos oxigenados tales como epóxidos, hidroxilos y grupos carboxilo, acompañada de la liberación de especies volátiles como CO, CO₂ y H₂O. La elevada intensidad de este evento refleja la estabilidad térmica del GO, mientras que por encima de 250 °C la degradación de la red carbonosa ocurre de manera progresiva, alcanzándose un residuo cercano al 40 % en peso a 600 °C.

El Fe₃O₄, por su parte, muestra una respuesta térmica estable en todo el intervalo de temperatura estudiado, con pérdidas de masa menores al 2% y sin eventos definidos en la curva DTG, lo que confirma su carácter inorgánico y su alta estabilidad térmica.

Los compositos GO@Fe₃O₄ presentan un comportamiento intermedio, evidenciando una mejora significativa en la estabilidad térmica del GO tras la incorporación de magnetita. En el intervalo de baja temperatura, las pérdidas de masa son menores que en el GO, lo que sugiere una reducción del contenido de agua adsorbida y del carácter hidrofílico del material. En la región correspondiente a la descomposición de los grupos oxigenados (150–300 °C), los eventos DTG de los compositos son menos intensos y se distribuyen en un rango de temperatura más amplio, indicando que la presencia de Fe₃O₄ retarda y modula la degradación térmica del GO. Este efecto puede atribuirse a interacciones interfaciales GO@Fe₃O₄, tales como enlaces Fe–O–C o anclaje superficial de las Nps, que dificultan la ruptura térmica de los grupos oxigenados.

A temperaturas superiores a 300 °C, los compositos de GO@Fe₃O₄ conservan una fracción de masa significativamente mayor que el GO, observándose un incremento progresivo del residuo térmico con el aumento del contenido de Fe₃O₄. A 600 °C, la estabilidad térmica sigue el orden

$\text{Fe}_3\text{O}_4 > 1:6 > 1:4 > 1:2 > \text{GO}$. Desde el punto de vista cinético, la atenuación progresiva de la señal DTG en los compositos refleja una disminución en la velocidad de degradación térmica respecto al GO, confirmando que el incremento en la proporción de magnetita incrementa el contenido inorgánico y mejora la resistencia térmica global de los compositos.

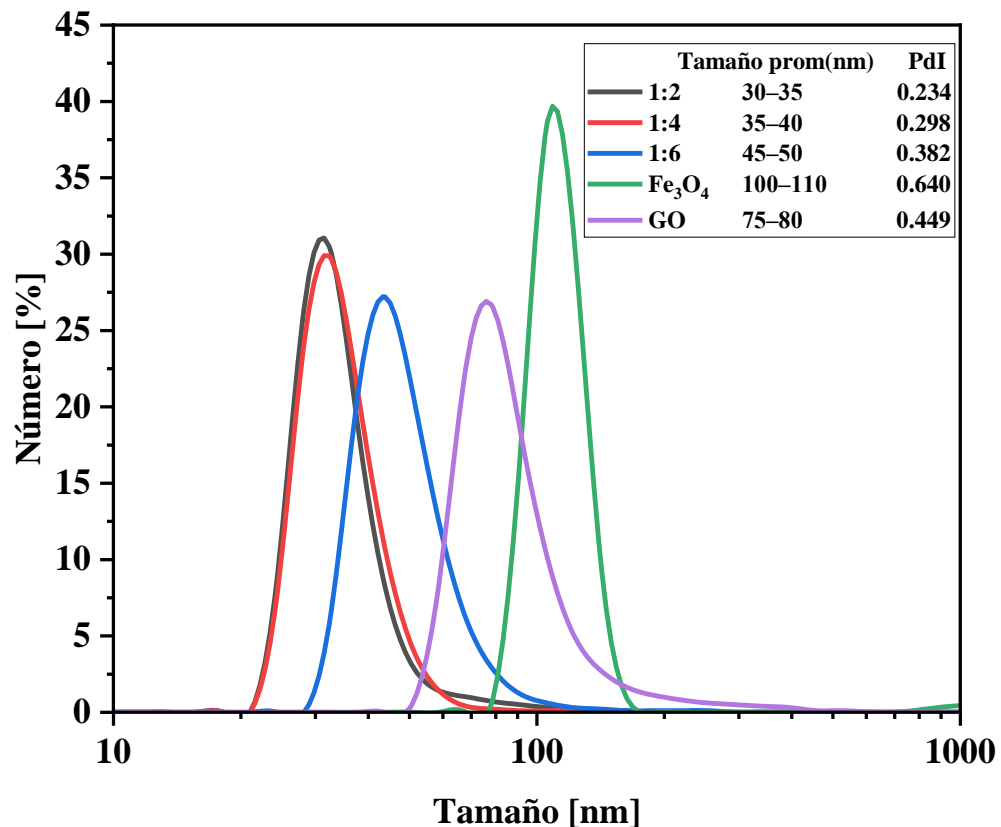
La mejora de la estabilidad térmica observada mediante TGA/DTG es coherente con los resultados obtenidos por espectroscopía Raman. Aunque el análisis Raman evidenció un incremento del desorden estructural del GO tras la incorporación de Fe_3O_4 , particularmente para la relación 1:4, el análisis termogravimétrico demuestra que dicho desorden no se traduce en una menor estabilidad térmica. Por el contrario, la fase inorgánica contribuye a retardar los procesos de degradación, ampliando el rango de aplicabilidad del nanomaterial. Finalmente, los resultados confirman que la funcionalización del GO con Fe_3O_4 permite obtener nanomateriales híbridos con estabilidad térmica mejorada, siendo la relación 1:4 la que mantiene un equilibrio entre modificación estructural y estabilidad térmica.

5.3.4 *Dispersión dinámica de la luz (DLS).*

La dispersión dinámica de la luz fue empleada para evaluar el comportamiento de los nanomateriales en suspensión, permitiendo estimar el tamaño hidrodinámico de las partículas. En este sentido, el estudio comparativo del GO, Fe_3O_4 , y de los compositos $\text{GO@Fe}_3\text{O}_4$ permitió analizar el efecto de la incorporación de Nps magnéticas sobre la distribución de tamaños. La *Figura 31* presenta las distribuciones de tamaño y el PDI obtenidas para GO, Fe_3O_4 y los diferentes compositos $\text{GO@Fe}_3\text{O}_4$, evidenciando variaciones en el diámetro hidrodinámico promedio y en la homogeneidad de los sistemas, las cuales se asocian al grado de integración del Fe_3O_4 sobre la superficie del GO.

Figura 31

Distribución de tamaño hidrodinámico por número (%), obtenidas mediante DLS, para GO, Fe₃O₄ y compositos GO@Fe₃O₄ (1:2, 1:4 y 1:6).



La medición confirmó que todos los materiales analizados se encuentran en el rango nanométrico, con diámetros hidrodinámicos promedios inferiores a 350 nm. El Fe₃O₄ presentó el mayor tamaño promedio, con un Z-average cercano a 340 nm y un PDI elevado (0,640), lo que indica una distribución muy amplia y una fuerte tendencia a la aglomeración. Este comportamiento es característico de Nps magnéticas sin soporte, donde la alta energía superficial y las interacciones magnéticas favorecen la formación de agregados grandes y una baja estabilidad coloidal.

El GO mostró un tamaño promedio cercano a 209 nm y una distribución amplia, con un pico principal alrededor de 75-80 nm y una cola hacia tamaños mayores. Esta respuesta se asocia a su naturaleza bidimensional, ya que el tamaño hidrodinámico refleja tanto la extensión lateral de las láminas como su estado de hidratación y la presencia de apilamiento parcial en suspensión. Aunque el GO presenta polidispersidad, su comportamiento es más estable que Fe_3O_4 , evidenciando una menor tendencia a la aglomeración.

La incorporación de magnetita sobre el GO produjo una reducción significativa del tamaño hidrodinámico y una mejora clara en la dispersión coloidal. El composito 1:2 presentó el menor tamaño, con picos centrados en el rango de 30–35 nm y valores de PDI inferiores a 0,3 indicando sistemas más homogéneos. En el composito 1:4, los picos se desplazaron ligeramente hacia tamaños mayores (35–40 nm), lo que sugiere una interacción más intensa entre el GO y Fe_3O_4 , aumentando el tamaño efectivo sin generar agregados de gran escala y en el composito 1:6 se observó un nuevo desplazamiento hacia tamaños mayores, con picos entre 50 y 60 nm y una cola hasta aproximadamente 100 nm, atribuible al mayor contenido de magnetita y a la formación de agregados híbridos.

Finalmente, los resultados demuestran que el GO actúa como un soporte efectivo que reduce la aglomeración de Fe_3O_4 y mejora la estabilidad del sistema, siendo la proporción un factor clave para controlar el tamaño hidrodinámico y la homogeneidad del material.

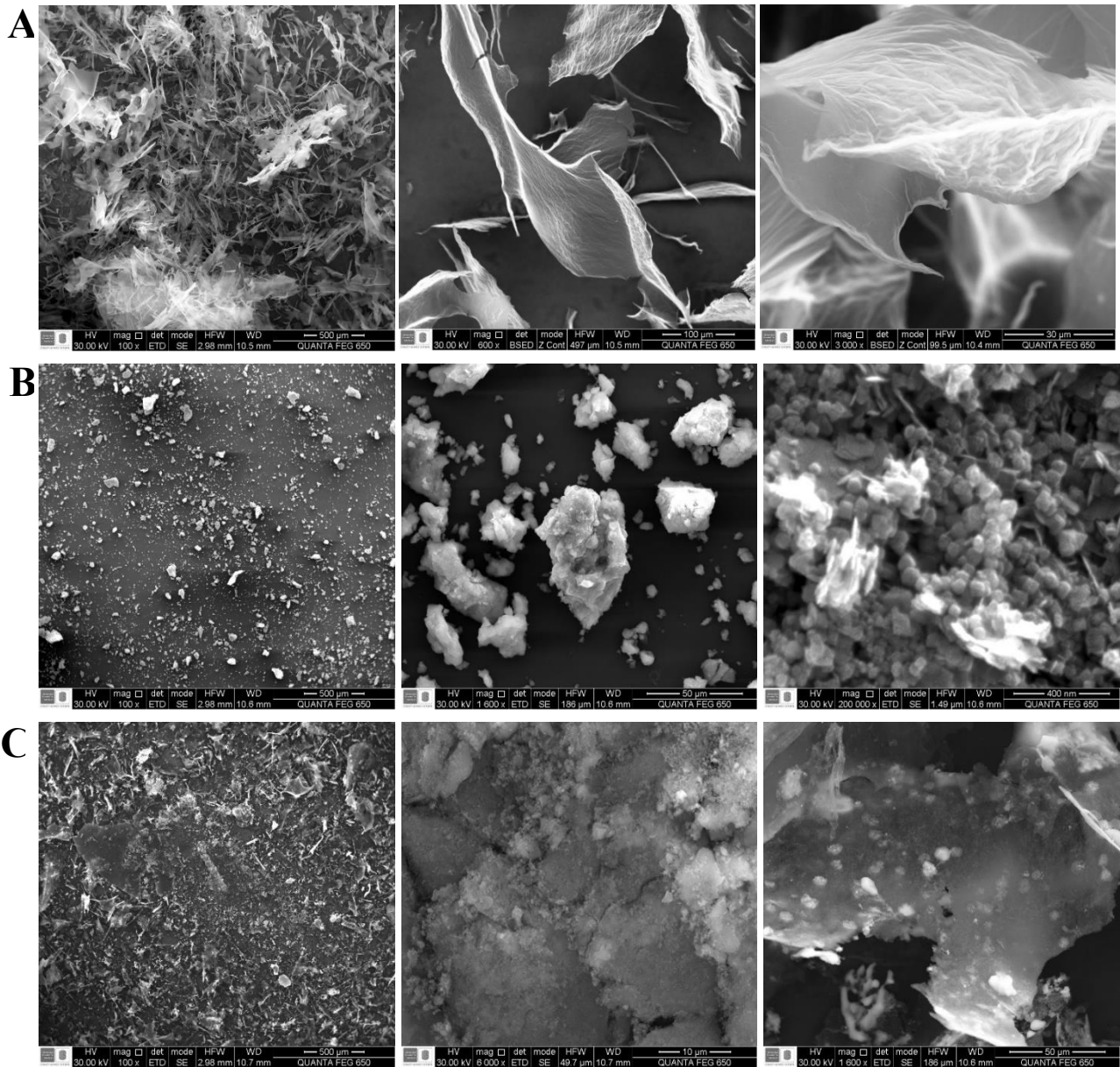
5.3.5 Microscopia electrónica de barrido (SEM).

La microscopia permitió analizar la morfología y la topografía superficial de las muestras, proporcionando información detallada sobre la forma, el tamaño y el grado de agregación de las partículas. El estudio comparativo entre el GO, Fe_3O_4 y los compositos $\text{GO@Fe}_3\text{O}_4$ permitió evaluar el efecto de la incorporación de la fase magnética sobre la estructura superficial del

material. Las micrografías obtenidas mostradas en la *Figura 32* evidencian diferencias claras en la organización, distribución y homogeneidad de las partículas.

Figura 32

Micrografías SEM de GO, Fe₃O₄ y GO@Fe₃O₄ a diferentes magnificaciones.



Las micrografías SEM del GO que son la sección A de la *Figura 32* evidencian una morfología laminar característica de materiales bidimensionales, con láminas delgadas, extensas y parcialmente superpuestas. A baja magnificación se observa una estructura desordenada compuesta por múltiples hojas plegadas y arrugadas, mientras que a mayores aumentos se distinguen láminas exfoliadas con bordes irregulares y una textura ondulada. Estas características morfológicas confirman la exfoliación del grafito oxidado y la alta flexibilidad mecánica del GO, asociada a la presencia de grupos funcionales oxigenados en su estructura.

En el caso de Fe_3O_4 que son las micrografías de la sección B de la *Figura 32* muestran partículas de morfología granular y cuasi esférica, con una marcada tendencia a la aglomeración. A baja y media magnificación se observan agregados irregulares formados por la coalescencia de múltiples partículas, mientras que a mayor aumento se identifican partículas individuales y pequeños cúmulos. Esta aglomeración es típica de óxidos de hierro con comportamiento magnético y alta energía superficial, lo que concuerda con los resultados obtenidos por DLS, donde se evidenció un mayor tamaño hidrodinámico y una elevada polidispersidad para Fe_3O_4 sin soporte.

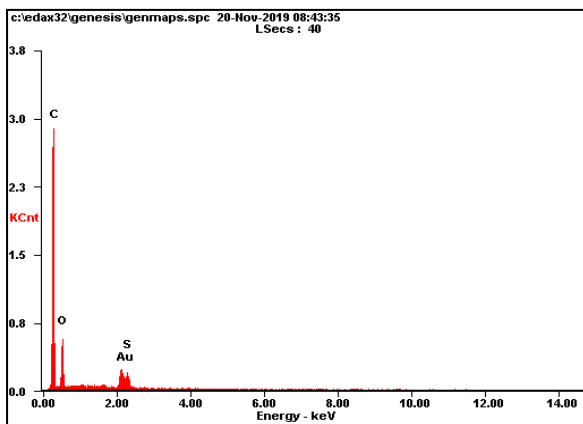
Las micrografías $\text{GO@Fe}_3\text{O}_4$ en la sección C de la *Figura 32* revelan una morfología híbrida claramente diferenciada, donde se combinan las láminas delgadas del GO con partículas granulares atribuidas a Fe_3O_4 . A baja magnificación se observa una matriz laminar continua sobre la cual se distribuyen partículas brillantes, mientras que a magnificación intermedia y alta se evidencia la presencia de partículas y aglomerados de Fe_3O_4 anclados sobre la superficie del GO. Esta distribución sugiere una interacción efectiva entre ambas fases y una dispersión más homogénea de Fe_3O_4 .

Lo anterior demuestra que el GO actúa como un soporte estructural que limita la aglomeración de las Nps magnéticas. Mientras que Fe_3O_4 presenta una marcada tendencia a formar

agregados densos, su incorporación sobre las láminas de GO favorece una mejor distribución superficial y reduce la formación de cúmulos de gran tamaño. La presencia de partículas de Fe_3O_4 adheridas a las láminas de GO sugiere la existencia de interacciones físicas y/o químicas entre ambas fases, posiblemente mediadas por los grupos funcionales oxigenados del GO.

Figura 33

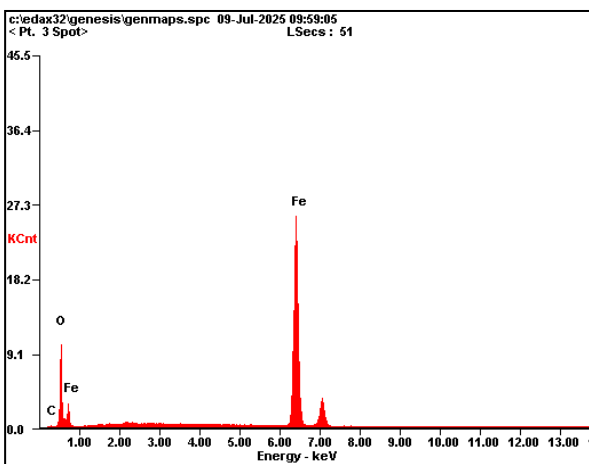
Análisis EDS GO



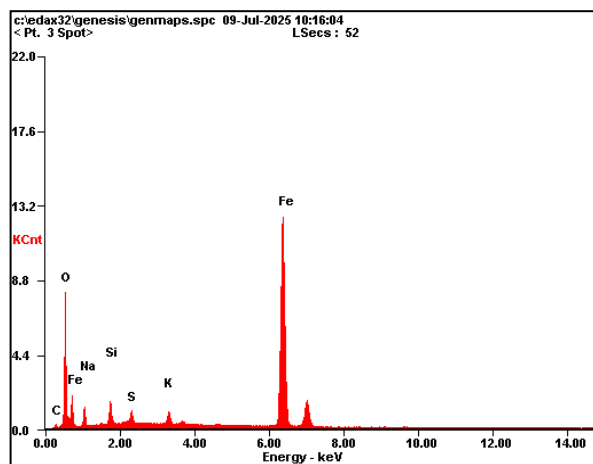
Elemento	% en peso	% atómico
C	66.15	79.87
O	19.90	18.04
Au	11.13	00.82

Figura 34

Análisis EDS Fe_3O_4



Elemento	% en peso	% atómico
C	01.58	04.39
O	24.50	51.29
Fe	73.92	44.32

Figura 35*Análisis EDS GO@ Fe₃O₄*

Elemento	% en peso	% atomico
C	02.77	06.42
O	29.22	50.81
Na	08.33	10.08
Si	04.22	04.18
S	01.55	01.35
K	01.43	01.02
Fe	52.48	26.14

En la *Figura 33* el análisis EDS del GO mostró una composición dominada por carbono y oxígeno, con contenidos de 66.15 % en peso de C y 19.00 % de O, lo cual es característico de materiales derivados de grafito oxidado y confirma la presencia de grupos funcionales oxigenados en la estructura del GO, responsables de su carácter hidrofílico y de su capacidad para interactuar con otras fases.

En la *Figura 34* el espectro EDS de Fe₃O₄ evidenció una composición dominada por hierro y oxígeno, con 73.92 % en peso de Fe y 24.50 % de O. La presencia de una fracción mínima de carbono se atribuye principalmente al recubrimiento con oro y a la cinta conductora utilizada durante la preparación de la muestra. Estos resultados confirman la naturaleza inorgánica del material y la ausencia significativa de contaminantes.

Por último, el análisis EDS de la *Figura 35* para el GO@Fe₃O₄, reveló la coexistencia de carbono, oxígeno y hierro, con contenidos de 2.77 % de C, 29.22 % de O y 52.48 % de Fe en peso, lo que confirma la formación del material híbrido. Además, se detectaron pequeñas cantidades de

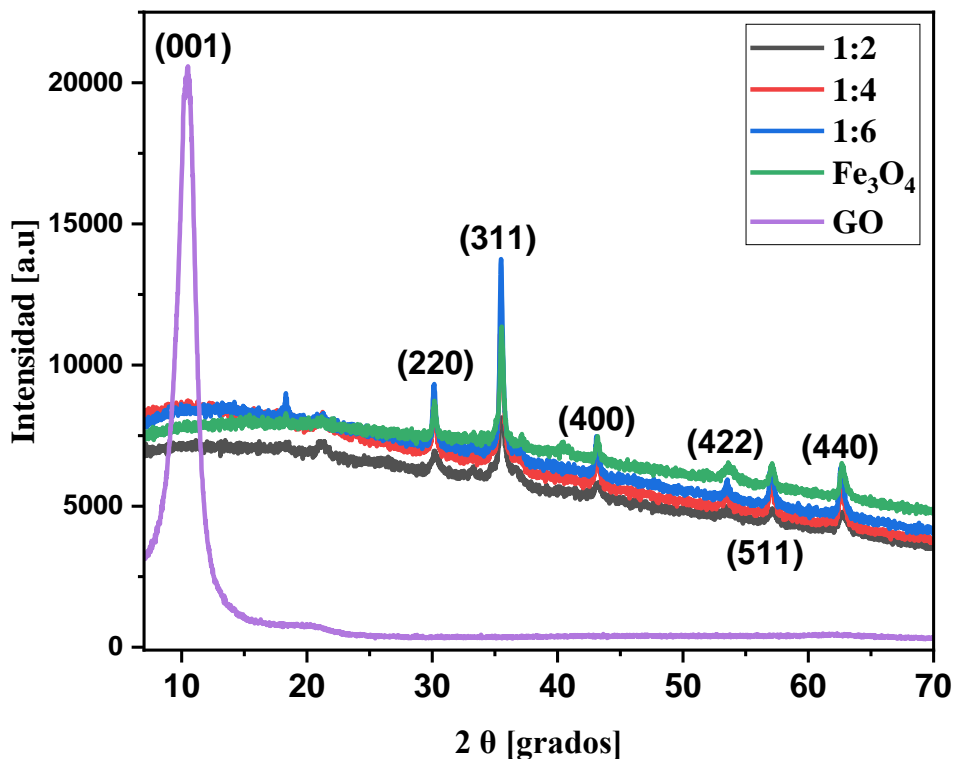
elementos como Na, K, Si y S, los cuales pueden asociarse a residuos del proceso de síntesis y sugiere que los grupos funcionales y residuos asociados al GO se conservan tras la incorporación de Fe_3O_4 .

5.3.6 *Análisis por difracción de rayos X (DRX).*

El análisis por DRX permitió identificar las fases cristalinas presentes en el GO y en los compositos $\text{GO@Fe}_3\text{O}_4$, así como evaluar los cambios estructurales asociados a la incorporación de la fase magnética. Esta técnica proporciona información sobre la estructura cristalina y el grado de orden del material, permitiendo confirmar la presencia de magnetita en los compositos y analizar la influencia de su incorporación sobre la estructura del GO. En la *Figura 36* se observan los difractogramas de GO, Fe_3O_4 y compositos de $\text{GO@Fe}_3\text{O}_4$

Figura 36

Difractogramas de GO, Fe_3O_4 y compositos $\text{GO@Fe}_3\text{O}_4$

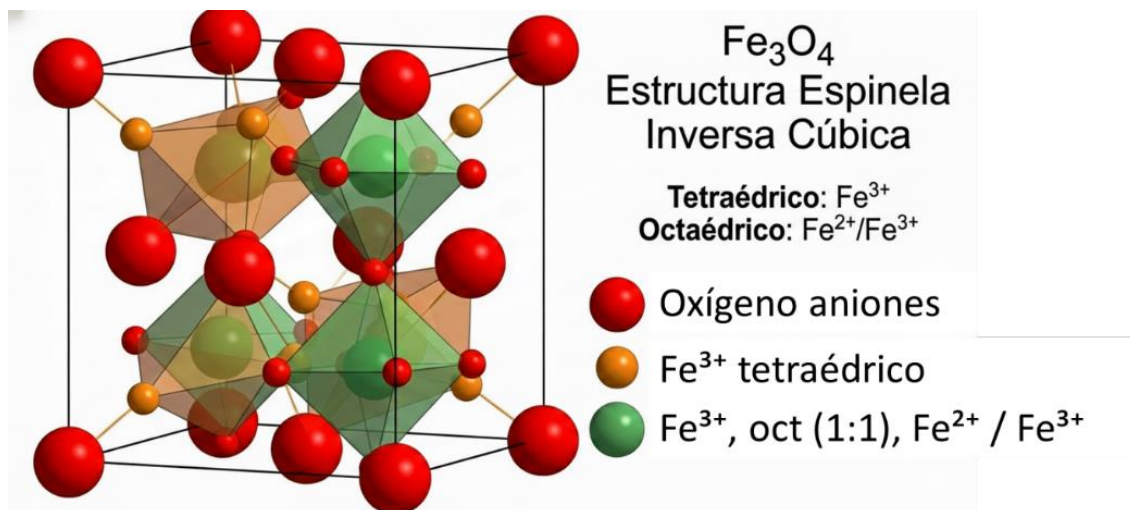


Los difractogramas de rayos X del GO, Fe_3O_4 y los compositos $\text{GO@Fe}_3\text{O}_4$ evidencian diferencias estructurales claras que permiten confirmar la formación de los nanomateriales. La línea del GO presenta un pico intenso a bajo ángulo, alrededor de $2\theta \approx 10\text{--}12^\circ$, correspondiente al plano (001), el cual está asociado al aumento del espaciamiento interlaminar provocado por la introducción de grupos oxigenados y moléculas de agua entre las láminas. La ausencia del pico característico del grafito alrededor de 26° confirma la pérdida de orden gráfitico y la formación de una estructura laminar desordenada, consistente con un alto grado de oxidación y exfoliación del material.

El patrón de difracción de Fe_3O_4 muestra picos bien definidos localizados aproximadamente en 30° , 35° , 43° , 53° , 57° y 62° , que se indexan a los planos (220), (311), (400), (422), (511) y (440), respectivamente, característicos de la estructura espinela inversa cúbica del Fe_3O_4 observada en la *Figura 37*. La definición de estos picos y la ausencia de señales adicionales indican una alta pureza de fase, lo que confirma que Fe_3O_4 conserva su estructura cristalina sin evidencias de fases secundarias dentro del límite de detección del equipo.

Figura 37

Estructura espinela inversa cúbica del Fe_3O_4



En los compositos GO@Fe₃O₄, los difractogramas presentan características intermedias entre ambos materiales, con una clara predominancia de los picos correspondientes a Fe₃O₄. La coincidencia en la posición angular de estos picos con respecto al Fe₃O₄ indica que la estructura cristalina de Fe₃O₄ se mantiene tras su incorporación sobre el GO. A medida que aumenta la proporción de magnetita, se observa un incremento progresivo en la intensidad relativa de los picos, lo cual refleja directamente el mayor contenido de fase inorgánica en los compositos y concuerda con las proporciones usadas en la síntesis.

De manera simultánea, el pico característico del GO a bajo ángulo se atenúa notablemente o desaparece en los compositos, especialmente en las muestras con mayor contenido de magnetita. Este comportamiento sugiere que la presencia de Nps de Fe₃O₄ interrumpe el apilamiento regular de las láminas de GO, reduciendo el orden laminar de largo alcance y promoviendo una estructura más desordenada. Las Nps de magnetita actúan como separadores físicos entre las láminas, impidiendo su reapilamiento y favoreciendo una exfoliación parcial, lo que evidencia una interacción interfacial efectiva entre ambas fases.

Adicionalmente, los picos de Fe₃O₄ en los compositos muestran un ligero ensanchamiento en comparación con el Fe₃O₄, lo que puede asociarse a una disminución del tamaño de cristalito coherente y a la presencia de microdeformaciones inducidas por la interacción con la matriz de GO. Este efecto estructural es consistente con los resultados obtenidos por Raman, donde se evidenció un aumento del desorden del GO, así como con los análisis DLS, que mostraron tamaños hidrodinámicos intermedios y una modificación del comportamiento coloidal en los compositos.

La comparación entre las diferentes relaciones GO@Fe₃O₄ muestra una evolución estructural sistemática. La muestra 1:2 presenta una menor intensidad relativa de los picos de magnetita, lo que indica una mayor contribución del GO desordenado y una menor fracción

inorgánica. En la relación 1:4 se observa un equilibrio entre la intensidad de los picos de Fe_3O_4 y el desorden inducido en el GO, sugiriendo una interacción interfacial óptima. Por su parte, la muestra 1:6 exhibe los picos más intensos y definidos de magnetita, reflejando un dominio estructural de la fase inorgánica, lo cual concuerda con la mayor estabilidad térmica observada por TGA.

De manera global, el análisis por DRX confirma la formación exitosa de composites $\text{GO@Fe}_3\text{O}_4$, donde Fe_3O_4 se incorpora como una fase cristalina bien definida y el GO actúa como una matriz estructuralmente desordenada que modula la microestructura del material.

5.3.7 Espectrometría de emisión óptica con plasma acoplado inductivamente (ICP-OES).

El ICP-OES permitió identificar y cuantificar la cantidad de Hierro presente en la Fe_3O_4 y los composites $\text{GO@Fe}_3\text{O}_4$, proporcionando información cuantitativa sobre su composición química. Esta caracterización fue clave para confirmar la incorporación de la fase magnética en los composites. En la **Tabla 12** se presentan las concentraciones obtenidas para el hierro en las muestras estudiadas.

Tabla 12

Resultados ICP-OES

Etiqueta de la muestra	Concentración en muestra (mg/l)	% de Fe en cada muestra	RSD (%)
Fe_3O_4	124,344	69,1	0,3
1:2	53,917	51,8	1,3
1:4	85,057	57,9	0,4
1:6	160,117	63,3	0,8

Los resultados del análisis por ICP-OES permiten cuantificar de manera precisa el contenido de hierro en Fe_3O_4 y en los composites $\text{GO@Fe}_3\text{O}_4$, evidenciando una incorporación controlada de la fase magnética en las diferentes relaciones de síntesis. La muestra de magnetita

presentó el mayor contenido de hierro, con un valor cercano al 69 %, coherente con la composición esperada de la Fe_3O_4 y confirmando la alta pureza del material. En los compositos $\text{GO@Fe}_3\text{O}_4$ se observa una disminución del porcentaje de hierro al aumentar la fracción de GO, alcanzando aproximadamente 52 % para la relación 1:2. Al incrementar la proporción de magnetita, el contenido de hierro aumenta hasta valores cercanos al 58 % en la muestra 1:4 y alrededor del 63 % en la muestra 1:6, lo que refleja una variación sistemática acorde con las proporciones nominales empleadas durante la síntesis. Adicionalmente, los bajos valores de desviación estándar relativa, inferiores al 1,3 % en todas las muestras, evidencian una alta precisión analítica y una buena homogeneidad de los nanomateriales.

El conjunto de técnicas de caracterización empleadas evidencia de manera consistente la modificación estructural y química del GO y la formación exitosa de nuevos nanomateriales con propiedades magnéticas. Los resultados de FTIR confirman la interacción directa entre los grupos funcionales oxigenados del GO y la fase Fe_3O_4 , evidenciada por la atenuación progresiva de las bandas asociadas a $-\text{OH}$, $\text{C}=\text{O}$ y $\text{C}-\text{O}$ y por la aparición de vibraciones $\text{Fe}-\text{O}-\text{C}$, lo que indica que dichos grupos actúan como sitios de anclaje para Fe_3O_4 . Esta interacción interfacial se refleja a nivel estructural en los análisis Raman, donde se observa un incremento del desorden de la red sp^2 del GO, una reducción del tamaño de los dominios aromáticos y un aumento de la densidad de defectos, particularmente para la relación 1:4, sugiriendo una perturbación efectiva de la estructura carbonosa asociada al anclaje de las Nps. De manera complementaria, los análisis por DRX confirman la preservación de la estructura espinela inversa de Fe_3O_4 y la pérdida del orden laminar de largo alcance del GO en los compositos, evidenciando la coexistencia de una fase inorgánica cristalina con una matriz carbonosa estructuralmente desordenada. Desde el punto de vista térmico, los resultados de TGA/DTG muestran una mejora significativa en la estabilidad térmica del GO

tras la incorporación de magnetita, reflejada en la atenuación de los eventos de degradación asociados a los grupos oxigenados y en el incremento del residuo térmico a altas temperaturas, lo que confirma el aumento del contenido inorgánico y la resistencia térmica de los compositos. Esta integración estructural y térmica se ve respaldada por SEM-EDS, donde se observa la distribución de partículas de Fe_3O_4 sobre las láminas de GO y la coexistencia elemental de C, O y Fe, mientras que los resultados de DLS evidencian una mejora del comportamiento coloidal y una reducción del tamaño hidrodinámico respecto a Fe_3O_4 sin soporte. Finalmente, el análisis cuantitativo por ICP-OES confirma que el contenido de hierro en los compositos puede modularse de manera controlada según la relación $\text{GO}@\text{Fe}_3\text{O}_4$, destacándose la composición 1:4 como un composito con un equilibrio entre integración interfacial, estabilidad térmica y modificación estructural. Estas evidencias demuestran que el proceso de síntesis no solo modifica al GO, sino que conduce a la obtención de nuevos nanomateriales magnéticos con propiedades estructurales, térmicas y coloidales diferenciadas respecto a sus fases individuales.

En la sección a continuación se presenta el desarrollo y cumplimiento del segundo objetivo, el cual consistió en evaluar el comportamiento de la viscosidad de un crudo pesado en presencia de óxido de grafeno magnético, bajo la incidencia de radiación electromagnética en el rango de microondas mediante un equipo de cavidad modificado. Para ello, se desarrollaron las siguientes etapas: selección y caracterización de la muestra de crudo, modificación del horno microondas, construcción de la curva de calibración tiempo de caída vs. viscosidad, dispersión homogénea de los nanomateriales en el crudo, medición de la viscosidad del sistema crudo-nanomaterial asistido por calentamiento electromagnético y evaluación de la eficiencia térmica en función del tiempo de irradiación en el crudo Jazmín modificado.

5.4 Caracterización de la muestra de crudo.

A partir de la medición experimental realizada mediante el método del hidrómetro conforme a la norma ASTM D1298, y tras la corrección de la lectura hidrométrica utilizando las tablas estándar de corrección por temperatura (ASTM D1250), se obtuvo una gravedad API corregida de 12.2°, considerando una temperatura inicial de medición de 25.8 °C. Este valor experimental se encuentra en estrecha concordancia con los datos reportados en la literatura, donde se indica una gravedad API de 12.6° para el mismo tipo de crudo, tal como se muestra en la **Tabla 13**. La diferencia observada entre ambos valores ($\approx 0.4^\circ$ API) puede atribuirse a la temperatura inicial del ensayo y al tiempo de estabilización requerido debido a la alta viscosidad del crudo.

La gravedad API obtenida permite clasificar el crudo del campo Jazmín como un crudo pesado, de acuerdo con la clasificación del American Petroleum Institute (API) que se explicó en la **Tabla 1** la cual establece que los crudos con valores inferiores a 22.3° API corresponden a esta categoría.

Adicionalmente, la caracterización fisicoquímica reportada en literatura evidencia un contenido significativo de azufre (1.431 % m), residuo de carbón micro (8.81 %) y un número de neutralización elevado (6.896 mg KOH/g), lo cual indica la presencia de compuestos polares, ácidos nafténicos y estructuras de alto peso molecular. Estos resultados, junto con el análisis SARA, en el que predominan las fracciones aromáticas (47.6 %) y resinas (14.5 %), confirman la naturaleza compleja del crudo y su tendencia a presentar alta viscosidad, baja movilidad y potenciales problemas de corrosión y deposición.

De los datos fisicoquímicos reportados se destaca el análisis SARA puesto que permite cuantificar la distribución de las fracciones saturadas, aromáticas, resinas y asfaltenos, proporcionando información clave sobre la composición química y el comportamiento

fisicoquímico del crudo. Los resultados evidencian un predominio de la fracción aromática (47.6 % m), seguida de los saturados (35.9 % m), las resinas (14.5 % m) y una fracción menor de asfaltenos (2.0 % m).

Tabla 13

Características fisicoquímicas del crudo Jazmín

Prueba	Método	Unidad	Resultado
Gravedad a 15.6°C (60°F)	Calculada	API	12,6
Densidad a 15.0°C	D 5002	Kg/m ³	981,3
Azufre	D 4294	% m	1,431
Residuo carbón micro	D 4530	% m	8,81
Número de neutralización	D 664	mg KOH/g	6,896
Presión de vapor	D 323	Psi	0,2
Punto de fluidez	D 97	°C	-3
Constante GRAV/VISC, VGC	D 2501		0,918
Insolubles n-C7	D 3279	% m	2,22
Factor de caracterización k	UOP-375		11,42
Viscosidad @ 40°C (104°F)	D 445	cSt	2362,34
Viscosidad @ 50°C (122°F)	D 445	cSt	972,91
Cenizas	D 482	% m	0,177
Agua y sedimento	D 96	% v	0,005
Sal	ARUBA	lb/1000 BlS	38,57
Contenido de metales			
Vanadio	D 5863	ppm	68,57
Níquel	D 5863	ppm	56,51
Sodio	D 5863	ppm	81,92
Hierro		ppm	48,51
Cobre		ppm	0,12
Aluminio		ppm	1,73
Magnesio		ppm	2,06
Calcio		ppm	345,43
Punto de inflamación	D 93	°C	103
Ceras	UOP-46 Mod.	% m	0,33

Análisis SARA D-2549		
Saturados	% m	35,9
Aromáticos	% m	47,6
Resinas	% m	14,5
asfaltenos	% m	2

Fuente: Adaptado de: “Informe técnico: Evaluación Tipo III del Crudo AQ-04. Caracterización y evaluación de crudo pesado” (Mansarovar Energy Colombia Ltd, 2006).

El elevado contenido de compuestos aromáticos indica una alta presencia de estructuras cíclicas y policíclicas con sistemas π conjugados, las cuales contribuyen significativamente a la densidad, viscosidad y estabilidad coloidal del crudo. Esta fracción, junto con las resinas, desempeña un papel fundamental en la solubilización y estabilización de los asfaltenos dentro de la matriz del crudo, evitando su precipitación bajo condiciones normales. Sin embargo, la alta proporción de aromáticos también se asocia con una mayor afinidad por interacciones intermoleculares de tipo π - π , lo que favorece la formación de estructuras agregadas y contribuye al comportamiento altamente viscoso del crudo.

La fracción de resinas (14.5 % m), caracterizada por su naturaleza polar y su contenido de heteroátomos como oxígeno, nitrógeno y azufre, actúa como agente estabilizante de los asfaltenos. Estas moléculas presentan una alta afinidad por superficies sólidas y nanoparticuladas, lo que resulta particularmente relevante para este estudio, ya que pueden interactuar con materiales como el GO y la Fe_3O_4 a través de enlaces de hidrógeno, interacciones electrostáticas y fuerzas π - π . En este sentido, la presencia significativa de resinas favorece la interacción del crudo con nanomateriales funcionales, lo cual puede contribuir a la modificación de propiedades como la viscosidad y el comportamiento reológico.

Aunque la fracción de asfaltenos (2.0 % m) es relativamente baja en comparación con otros crudos pesados, su impacto sobre las propiedades del sistema es considerable debido a su alto peso

molecular, carácter altamente aromático y elevada polaridad. Los asfaltenos son responsables de fenómenos como el incremento de la viscosidad, la formación de agregados y la adsorción sobre superficies sólidas. La presencia de esta fracción, aun en concentraciones moderadas, resulta clave para evaluar mecanismos de interacción con nanomateriales, particularmente aquellos basados en estructuras carbonosas y óxidos metálicos.

La fracción de saturados (35.9 % m), compuesta principalmente por hidrocarburos alifáticos lineales y ramificados, contribuye en menor medida a la polaridad del sistema y presenta una baja afinidad por superficies sólidas. No obstante, su proporción influye en el equilibrio coloidal del crudo, ya que una disminución relativa de aromáticos y resinas frente a los saturados puede favorecer la desestabilización de los asfaltenos. En el caso del crudo del campo Jazmín, la relación entre estas fracciones sugiere un sistema coloidal relativamente estable, aunque con una marcada tendencia a la alta viscosidad.

5.5 Curva de calibración tiempo de caída Vs Viscosidad.

A partir del procedimiento descrito en la sección 4.3 inciso C, se obtuvo para cada muestra las temperaturas iniciales y finales de los experimentos, los tiempos de caída de las esferas en el viscosímetro de bola acoplado al horno microondas modificado y las viscosidades correspondientes medidas mediante el reómetro comercial. En esta sección se presentan y analizan los resultados experimentales obtenidos y finalmente, la construcción de la curva de calibración que relaciona t caída Vs Viscosidad (T).

La **Tabla 14, Tabla 15, Tabla 16, Tabla 17, Tabla 18, Tabla 19** presentan los resultados de temperatura inicial, final y los tiempos de caída obtenidos durante las mediciones realizadas a las diferentes muestras empleadas en la calibración del viscosímetro de bola. Las mediciones se llevaron a cabo utilizando tres esferas ubicadas en distintas posiciones verticales del sistema

(abajo, centro, arriba), realizándose tres repeticiones para cada una de ellas. Para cada conjunto de datos se calculó el valor promedio y su correspondiente desviación estándar, con el fin de evaluar la estabilidad térmica y la reproducibilidad del tiempo de caída medido.

Nota. La muestra de crudo ENI (25,9 °API) no se incluye en los resultados presentados debido a que el tiempo de caída registrado fue demasiado bajo para ser registrado, lo que indica que su comportamiento se encuentra fuera del rango de medición del montaje experimental empleado.

Tabla 14

Resultados Temperatura y tiempo de caída para CARACARA 22API

		Temperatura [°C]					Promedio	Desvest	
		Esfera	Medida	Inicial	Final				
CRUDO CARACARA 22 API	ABAJO	1		28,2		28,2	28,00	0,32	
		2		27,6		27,6			
		3		28,1		28,3			
	CENTRO	1		28,2		28,4	28,15	0,29	
		2		27,6		28,1			
		3		28,3		28,3			
	ARRIBA	1		28,4		28,7	28,25	0,37	
		2		27,8		27,8			
		3		28,3		28,5			
			tiempo de caída [Min]					Promedio	Desvest
	Esfera	Medida	Minutos	Segundos	mil seg	t caída(min)			
	ABAJO	1	0	28	46	0,48	0,48	0,02	
2		0	30	4	0,50				
3		0	28	4	0,47				
CENTRO	1	0	28	88	0,49	0,49	0,01		
	2	0	30	19	0,51				
	3	0	29	2	0,48				
ARRIBA	1	0	28	5	0,47	0,49	0,02		
	2	0	30	34	0,51				
	3	0	28	46	0,48				

Tabla 15*Resultados Temperatura y tiempo de caída para YARIGUI 19 API*

		Temperatura[°C]								
		Esfera	Medida	Inicial	Final	Promedio	Desvest			
CRUDO YARIGUI 19 API	ABAJO	1		27,9	28					
		2		28,1	28,1	28,05	0,08			
		3		28,1	28,1					
	CENTRO	1		28	28,1					
		2		28,1	28,2	28,15	0,14			
		3		28,1	28,4					
	ARRIBA	1		28,1	28,2					
		2		28,2	28,3	28,25	0,10			
		3		28,3	28,4					
			tiempo de caída [Min]							
			Esfera	Medida	Minutos	Segundos	mil seg	t caída(min)	Promedio	Desvest
	CRUDO YARIGUI 19 API	ABAJO	1		0	34	86	0,59		
2				0	33	1	0,55	0,56	0,02	
3				0	33	5	0,55			
CENTRO		1		0	34	72	0,59			
		2		0	33	97	0,58	0,58	0,01	
		3		0	33	99	0,58			
ARRIBA		1		0	34	17	0,57			
		2		0	33	84	0,57	0,57	0,00	
		3		0	33	69	0,57			

Tabla 16*Resultados Temperatura y tiempo de caída para la MIEL*

		Temperatura[°C]								
		Esfera	Medida	Inicial	Final	Promedio	Desvest			
MIEL	ABAJO	1		26,4	26,6					
		2		26	26	26,27	0,23			
		3		26,3	26,3					
	CENTRO	1		26,2	26,8					
		2		26	26	26,30	0,30			
		3		26,4	26,4					
	ARRIBA	1		26,8	26,9					
		2		26	26,2	26,50	0,36			
		3		26,4	26,7					
			tiempo de caída [Min]							
			Esfera	Medida	Minutos	Segundos	mil seg	t caída(min)	Promedio	Desvest
	MIEL	ABAJO	1		3	3	72	3,07		
2				3	19	82	3,34	3,21	0,13	
3				3	12	29	3,21			
CENTRO		1		3	7	21	3,12			
		2		3	21	61	3,37	3,24	0,12	
		3		3	12	56	3,22			
ARRIBA		1		3	0	93	3,03			
		2		3	18	73	3,32	3,15	0,15	
		3		3	6	11	3,10			

Tabla 17*Resultados Temperatura y tiempo de caída para TECA 16.4 API*

		Temperatura[°C]								
		Esfera	Medida	Inicial	Final	Promedio	Desvest			
CRUDO TECA 16,4 API	ABAJO	1		26,3		26,4	26,27	0,08		
		2		26,2		26,2				
		3		26,2		26,3				
	CENTRO	1		27,2		27	26,45	0,51		
		2		26,1		26,2				
		3		26,1		26,1				
	ARRIBA	1		27,1		27,1	26,45	0,50		
		2		26,1		26,1				
		3		26,1		26,2				
			tiempo de caída [Min]							
			Esfera	Medida	Minutos	Segundos	mil seg	t caída(min)	Promedio	Desvest
	CRUDO TECA 16,4 API	ABAJO	1		19	43	48	19,73	19,77	0,12
2				19	53	94	19,91			
3				19	40	54	19,68			
CENTRO		1		19	12	22	19,21	19,59	0,34	
		2		19	47	34	19,79			
		3		19	47	6	19,79			
ARRIBA		1		19	5	36	19,09	19,58	0,42	
		2		19	50	69	19,85			
		3		19	46	74	19,79			

Tabla 18*Resultados Temperatura y tiempo de caída para JAZMÍN 11.3 API*

		Temperatura[°C]								
		Esfera	Medida	Inicial	Final	Promedio	Desvest			
CRUDO JAZMÍN 11,3 API	ABAJO	1		27,1		27,4	26,53	0,62		
		2		25,7		26,3				
		3		26,3		26,4				
	CENTRO	1		27,5		27,8	26,75	0,71		
		2		26,4		26,4				
		3		26,3		26,1				
	ARRIBA	1		27,7		27,8	26,75	0,84		
		2		26,5		26,7				
		3		25,9		25,9				
			tiempo de caída [Min]							
			Esfera	Medida	Minutos	Segundos	mil seg	t caída(min)	Promedio	Desvest
	CRUDO JAZMÍN 11,3 API	ABAJO	1		20	41	36	20,69	23,41	2,45
2				25	27	56	25,47			
3				24	3	84	24,07			
CENTRO		1		20	16	94	20,29	23,00	2,35	
		2		24	9	35	24,16			
		3		24	32	57	24,55			
ARRIBA		1		20	3	86	20,07	22,75	2,53	
		2		23	4	56	23,08			
		3		25	6	19	25,11			

Tabla 19*Resultados Temperatura y tiempo de caída para CASTILLA 8.6 API*

		Temperatura[°C]								
		Esfera	Medida	Inicial	Final	Promedio	Desvest			
CRUDO CASTILLA 8,6 API	ABAJO	1		27,3		26,9				
		2		26,3		26,7		26,65		
		3		26,2		26,5		0,41		
	CENTRO	1		26,8		26,8				
		2		27		27,8		26,97		
		3		26,5		26,9		0,44		
	ARRIBA	1		27,4		27,4				
		2		27,8		27,8		26,95		
		3		25,3		26		1,05		
			tiempo de caída [Min]							
			Esfera	Medida	Minutos	Segundos	mil seg	t caída(min)	Promedio	Desvest
		ABAJO	1		64	33	89,00	64,57		
2				78	5	22,00	78,09		73,31	
3				77	15	31,00	77,26		7,57	
CENTRO		1		70	17	19,00	70,29			
		2		70	20	79,00	70,36		72,97	
		3		78	16	25,00	78,27		4,59	
ARRIBA		1		62	58	53,00	62,98			
		2		70	1	91,00	70,04		70,25	
		3		77	43	47,00	77,73		7,38	

Las mediciones realizadas para las muestras de calibración muestran una adecuada estabilidad térmica y una buena reproducibilidad de los tiempos de caída. En todas las muestras, las temperaturas promedio se mantuvieron cercanas a 26–28 °C, con desviaciones estándar inferiores a 1 °C, lo que indica condiciones térmicas estables durante los ensayos. En cuanto a los tiempos de caída, se observan desviaciones estándar bajas para los fluidos de menor viscosidad, aumentando progresivamente a medida que se incrementa el tiempo de medición y la viscosidad del fluido. Este comportamiento es consistente con la mayor sensibilidad del sistema experimental a pequeñas variaciones cuando los tiempos de caída son prolongados. No obstante, la tendencia sistemática y la repetibilidad observada en todas las muestras confirman la confiabilidad de los datos obtenidos y su idoneidad para la construcción de la curva de calibración del sistema.

Para validar la curva de calibración de las medidas bajo el viscosímetro de bola en la cavidad modificada se realizaron unas medidas con un viscosímetro comercial a continuación, se

presentan los resultados de viscosidad obtenidos para cada muestra de calibración. Para cada fluido se registraron (10) diez valores de viscosidad dentro de un rango de temperatura ambiente (25 a 30 °C). A partir de estos datos se realizó una regresión viscosidad–temperatura para cada muestra, de la cual se determinó la viscosidad correspondiente a la temperatura promedio registrada durante las mediciones de tiempo de caída en el viscosímetro de bola. Este valor representativo de viscosidad constituye un conjunto de datos input para la construcción de la curva de calibración del sistema.

Tabla 20

Datos Viscosidad Reómetro comercial para CARACARA 22API

Número de medida	Viscosidad [mPa·s]	Temperatura [°C]
1	112,21	24,97
2	110,95	25,45
3	108,85	25,99
4	105,25	26,61
5	101,91	27,2
6	99,593	27,73
7	96,135	28,35
8	93,573	28,87
9	91,102	29,45
10	87,97	30,06

Tabla 21

Datos Viscosidad Reómetro comercial para YARIGUI 19 API

Número de medida	Viscosidad [mPa·s]	Temperatura [°C]
1	1604,7	24,98
2	1580,2	25,44
3	1539,2	26,00
4	1468,1	26,62
5	1393,9	27,24
6	1342,7	27,79
7	1276,8	28,38
8	1229,6	28,93
9	1183,4	29,49
10	1132,1	30,06

Tabla 22*Datos Viscosidad Reómetro comercial para MIEL*

Número de medida	Viscosidad [mPa·s]	Temperatura [°C]
1	8575,4	25,00
2	8604	25,47
3	8177,8	26,09
4	7758,6	26,67
5	7281,8	27,26
6	6893,2	27,82
7	6466,7	28,4
8	6120,8	28,95
9	5740,7	29,52
10	5435,9	30,07

Tabla 23*Datos Viscosidad Reómetro comercial para TECA 16.4 API*

Número de medida	Viscosidad [mPa·s]	Temperatura [°C]
1	40176	25,02
2	37732	25,56
3	35799	26,13
4	33891	26,71
5	32094	27,26
6	30390	27,83
7	28751	28,39
8	27156	28,95
9	25634	29,51
10	24036	30,08

Tabla 24*Datos Viscosidad Reómetro comercial para JAZMÍN 11.3 API*

Número de medida	Viscosidad [mPa·s]	Temperatura [°C]
1	56991	24,98
2	51592	26,38
3	45349	27,8
4	39378	29,21
5	33938	30,61

6	29147	32,01
7	24541	33,4
8	21164	34,77
9	18012	36,16
10	15377	37,54

Tabla 25

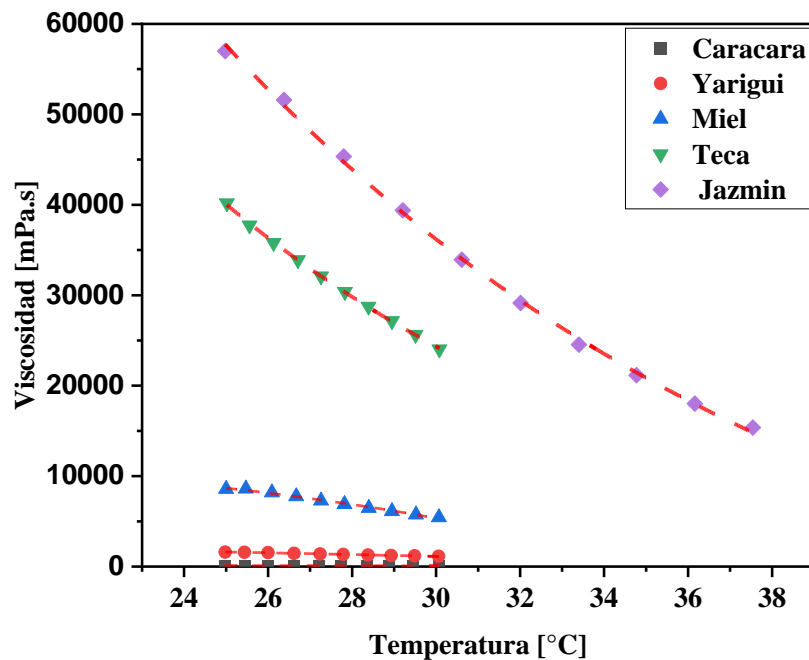
Datos Viscosidad Reómetro comercial para CASTILLA 8.6 API

Número de medida	Viscosidad [mPa·s]	Temperatura [°C]
1	68438	25,00
2	62668	25,57
3	56400	26,13
4	49348	26,7
5	46827	27,25
6	45493	27,8
7	42605	28,35
8	38371	28,92
9	38652	29,45
10	37434	30,00

De la *Tabla 19* se identificó que la muestra correspondiente al crudo Castilla (8,6 °API) presenta las mayores desviaciones estándar, particularmente asociadas a los tiempos de caída prolongados, los valores de viscosidad de esta muestra (Crudo Castilla 8.6 API) son significativamente superiores a los del crudo Jazmín, fluido de interés del presente estudio. La inclusión de un punto de calibración tan alejado del rango operativo del sistema podría introducir sesgos en la regresión de la curva de calibración, afectando su ajuste y precisión. Por esta razón, se decidió excluir la muestra crudo Castilla de la construcción de la curva de calibración, priorizando la confiabilidad y representatividad del modelo para el rango de viscosidades correspondiente al crudo Jazmín. La *Figura 38* muestra las regresiones de la curva temperatura vs viscosidad correspondientes a cada una de las muestras de calibración que se midieron en el reómetro comercial.

Figura 38

Curvas de viscosidad Vs temperatura de muestras de la calibración en reómetro comercial



A partir de las ecuaciones de regresión viscosidad–temperaturas ajustadas individualmente para cada muestra utilizando los datos de viscosidad con reómetro comercial, se obtuvieron ecuaciones que modelan el fenómeno, las ecuaciones se presentan en la **Tabla 26**. Estas regresiones serán un dato input para la construcción de la curva de calibración del viscosímetro de bola.

Tabla 26

Ecuaciones a partir de gráficas del reómetro comercial

Muestra	Regresión	R ²
Caracara	$Y = 388,3e^{-0,049x}$	0,995
Yarigui	$Y = 9721,7e^{-0,071x}$	0,994
Miel	$Y = 97564e^{-0,096x}$	0,985
Teca	$Y = 485055e^{-0,1x}$	1,000
Jazmín	$Y = 688611e^{-0,101x}$	0,998

Con base a las regresiones de Viscosidad vs Temperatura obtenidas del reómetro comercial se calcularon valores de viscosidad en función de las medidas de temperatura que se registraron cuando se tomó el tiempo de caída en el viscosímetro de bola consignadas en la **Tabla 27**.

Tabla 27

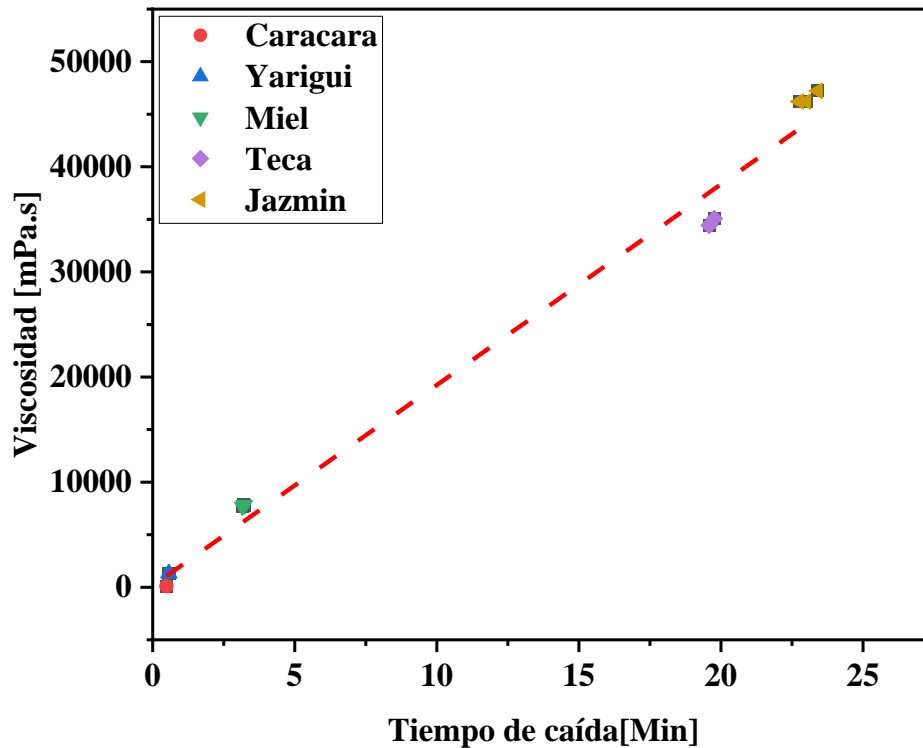
Viscosidades determinadas por regresión en función de Temperatura

Esfera	Muestra	Tiempo de caída [Min]	Temperatura promedio [°C]	Viscosidad [mPa·s]
Abajo	Caracara	0,48	28,00	98,47
	Yarigui	0,56	28,05	1326,85
	Miel	3,21	26,27	7837,41
	Teca	19,77	26,27	35078,75
	Jazmín	23,41	26,53	47219,64
Centro	Caracara	0,49	28,15	97,75
	Yarigui	0,58	28,15	1317,47
	Miel	3,24	26,30	7812,37
	Teca	19,59	26,45	34441,50
	Jazmín	23,00	26,75	46197,54
Arriba	Caracara	0,49	28,25	97,27
	Yarigui	0,57	28,25	1308,15
	Miel	3,15	26,50	7663,80
	Teca	19,58	26,45	34441,50
	Jazmín	22,75	26,75	46197,54

Con los datos de tiempo de caída y viscosidad en función de la temperatura se modeló una curva de calibración o regresión lineal con su respectiva ecuación, esta última permite obtener el valor de la viscosidad de cualquier muestra a partir de los tiempos de caída medidos en el montaje del viscosímetro de bolas acoplado al horno modificado como se observa en la **Figura 39**.

Figura 39

Gráfica calibración viscosidad vs tiempo de caída



Los datos experimentales presentan una relación lineal clara entre el tiempo de caída de la bola en el viscosímetro acoplado al horno y la viscosidad del fluido, la cual puede describirse mediante la ecuación:

$$\mu = 1909,7t + 139,66$$

Ecuación 2. Ecuación de calibración experimental.

Donde: μ corresponde a la viscosidad y t al tiempo de caída de la esfera.

El coeficiente de la regresión fue de 0,99 lo que indica un excelente ajuste lineal, confirmando que el tiempo caída de la esfera es un parámetro adecuado y altamente representativo del comportamiento viscoso del sistema dentro del rango analizado.

Por otro lado, la pendiente de la recta refleja la sensibilidad del sistema, indicando que pequeñas variaciones en el tiempo de caída se traducen en cambios significativos en la viscosidad, lo cual resulta favorable para detectar modificaciones en las propiedades reológicas del fluido.

Estos resultados validan el enfoque metodológico adoptado, en el cual la viscosidad no se calcula a partir de modelos teóricos basados en constantes geométricas de la esfera, sino que se determina mediante una correlación experimental específica del sistema, previamente calibrada. De esta forma, se garantiza que los valores de viscosidad obtenidos a partir del tiempo de caída de la esfera reflejan las condiciones reales de operación del sistema al interior del equipo.

5.6 Medición de viscosidad del sistema crudo- nanomateriales asistido por calentamiento electromagnético.

En esta sección se presentan los resultados correspondientes a la medición de la viscosidad del sistema crudo–nanomaterial en presencia de ondas electromagnéticas bajo la metodología propuesta en el inciso D de la sección 4.3.

La *Figura 40* muestra la regresión obtenida a partir de las mediciones de viscosidad realizadas con el reómetro comercial en función de la temperatura para el crudo de estudio (Jazmín), esta regresión se realizó para un rango de temperaturas de 25°C a 65°C, puesto que al incorporar la irradiación de ondas electromagnéticas se prevee un incremento de temperatura. Los datos experimentales evidencian una relación decreciente de tipo exponencial entre la temperatura y la viscosidad del crudo, la cual puede describirse mediante la ecuación:

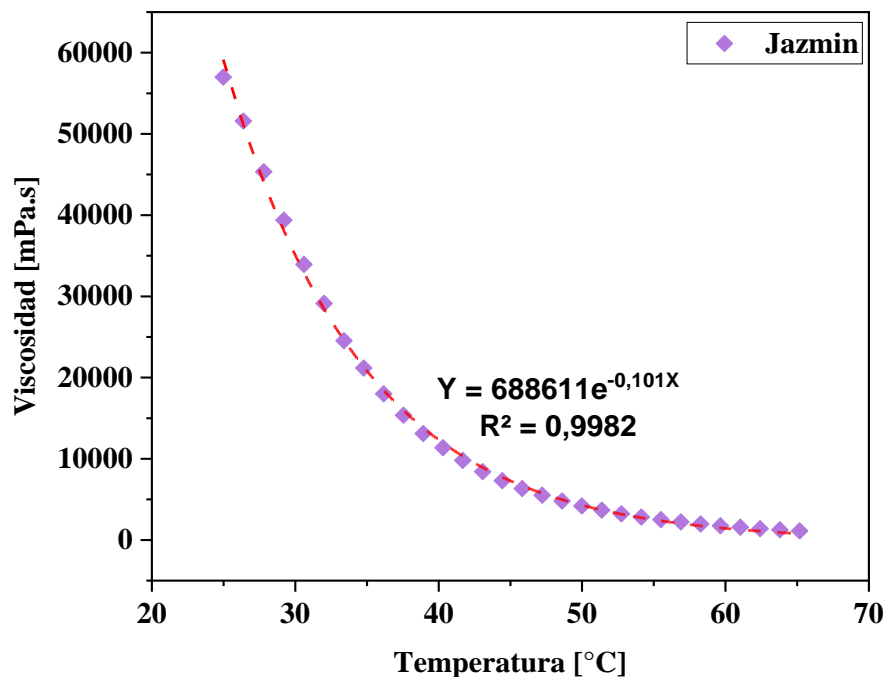
$$y = 688611e^{-0,101x}$$

Ecuación 3. Regresión de la viscosidad en función de la temperatura (reómetro comercial).

Donde: μ corresponde a la viscosidad del fluido y T a la temperatura.

Figura 40

Gráfica de regresión para Viscosidad en función de la temperatura (reómetro comercial).



El coeficiente de regresión obtenido ($R^2=0,9982$) indica un excelente ajuste del modelo exponencial a los datos experimentales, lo que confirma la alta confiabilidad de las mediciones realizadas con el reómetro comercial dentro del rango de temperaturas analizado de 25 a 65 °C. Este comportamiento es consistente con la respuesta reológica típica de crudos pesados, en los cuales el incremento de la temperatura conduce a una disminución significativa de la viscosidad.

La **Tabla 28** muestra los valores de viscosidad obtenidos para todos los sistemas nombrados en la **Tabla 5** los valores registrados de la prueba experimental fueron: Temperatura inicial, Temperatura final, Tiempo de caída para cada una de las esferas.

Tabla 28

Registro datos Medición crudo Jazmín.

Sistema	Esfera	Temp. Inicial [°C]	Temp. Final[°C]	tiempo de caída [Min]
Jazmín +MW	abajo	28.8	43.4	4,3556667
	centro	27.8	42,8	4,3568333
	arriba	28.3	43,6	4,3176667
Jazmín + GO+ MW	abajo	27.3	49,9	3,1976667
	centro	28.1	50,3	3,1683333
	arriba	28.1	49,8	3,164
Jazmín+ Fe₃O₄ +Mw	abajo	27.7	44,7	4,0038333
	centro	27.7	44,2	3,9933333
	arriba	27.8	44,8	3,9638333
Jazmín+1:2 +Mw	abajo	27.5	44,8	3,7538333
	centro	28.3	44,6	3,712
	arriba	28.1	44,9	3,7135
Jazmín+1:4 + MW	abajo	28.2	45,2	3,7031667
	centro	27.8	45,1	3,71
	arriba	28.2	45,0	3,7213333
Jazmín+1:6 + MW	abajo	27.2	44,3	3,8321667
	centro	28.2	44,9	3,7706667
	arriba	27.7	44,7	3,8566667
Jazmín Sin MW	abajo	27.1	27,9	20,689333
	centro	27.5	27,9	20,282333
	arriba	27.7	28,1	20,064333
Jazmín+ GO Sin MW	abajo	27.3	27,4	21,851833
	centro	28.1	28,3	20,8495
	arriba	28.3	28,5	20,553667
Jazmín+ Fe₃O₄ Sin MW	abajo	27.1	27,2	22,8165
	centro	27.0	26,9	23,0545
	arriba	26.6	26,6	23,387
Jazmín+1:6 Sin MW	abajo	27.1	27,5	21,349667
	centro	27.1	27,9	21,629
	arriba	26.9	27,8	21,991333

En la **Tabla 29** se observan los resultados de tiempo de caída de la esfera obtenidos del viscosímetro de bola, viscosidad (Calibración) que es la viscosidad en función de la temperatura final promedio obtenidas mediante la curva de calibración Ecuación 2, la temperatura final promedio, la viscosidad (reómetro comercial) obtenida de la Ecuación 3 y un error relativo entre las dos medidas de viscosidad.

Tabla 29

Viscosidades de crudo Jazmín

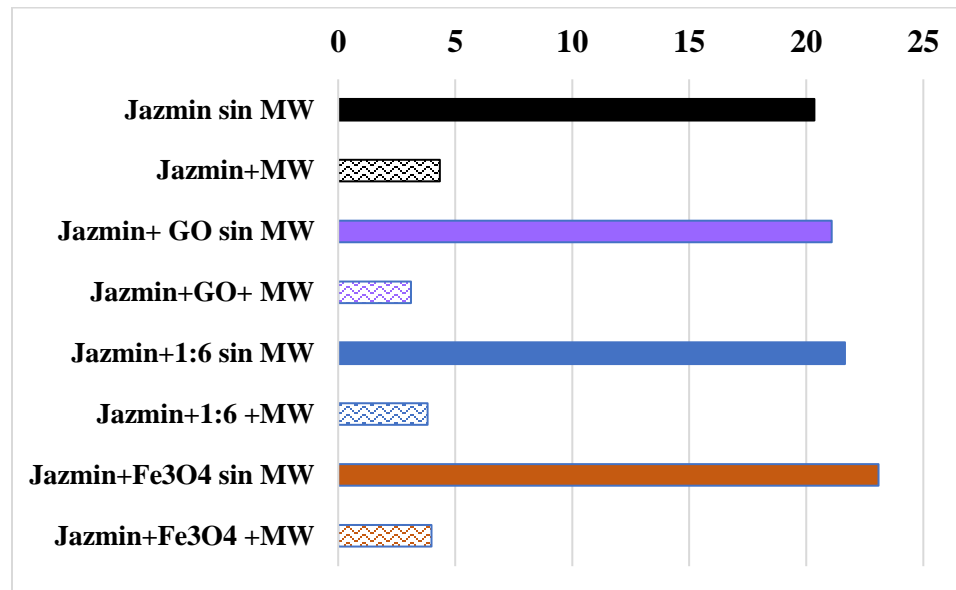
Sistema	t caída Prom [Min]	Viscosidad (calibración)	Temp. final Prom [°C]	Viscosidad (reómetro comercial)	%error
Jazmín +MW	4,34	8434,23	43,40	8595,82	1,88
Jazmín+ GO+ MW	3,18	6212,51	50,00	4413,54	40,76
Jazmín + Fe ₃ O ₄ +MW	3,99	7753,63	44,50	7691,97	0,80
Jazmín +1:2 +MW	3,73	7256,05	44,80	7462,40	2,77
Jazmín +1:4 +MW	3,71	7227,51	45,10	7239,68	0,17
Jazmín +1:6 +MW	3,82	7434,40	44,70	7538,15	1,38
Jazmín sin MW	20,35	39002,06	28,20	39904,00	2,26
Jazmín + GO sin MW	21,09	40405,68	28,07	40445,01	0,10
Jazmín + Fe ₃ O ₄ sin MW	23,09	44226,99	26,90	45502,92	2,80
Jazmín +1:6 sin MW	21,66	41497,40	27,80	41549,13	0,12

La medición de viscosidad del sistema crudo–nanomaterial evidencian una reducción significativa de la viscosidad en todos los sistemas sometidos a irradiación por microondas, en comparación con las condiciones sin MW. Mientras que los sistemas sin calentamiento electromagnético presentan viscosidades superiores a 39000 mPa·s, los sistemas irradiados por MW alcanzan valores de viscosidad en el rango de 6200 a 8400 mPa·s. Este comportamiento confirma que el incremento de temperatura inducido por microondas tiene un efecto dominante sobre la disminución de la viscosidad del crudo Jazmín.

Entre los sistemas evaluados bajo MW, el crudo modificado con GO presentó el mejor desempeño reológico, alcanzando la menor viscosidad medida por curva de calibración (6212,51 mPa·s), en comparación con el crudo Jazmín con MW (8434,23 mPa·s) y con los sistemas que contienen magnetita o composites GO@Fe₃O₄. Esta reducción representa una disminución cercana al 26 % respecto al crudo calentado sin nanomateriales, evidenciando que el GO es el material más efectivo para favorecer la reducción de la viscosidad bajo calentamiento electromagnético. Este comportamiento se atribuye a la alta capacidad del GO para absorber energía microondas, su elevada área superficial y su interacción efectiva con la matriz del crudo, lo que facilita la alteración de la microestructura y promueve un mayor flujo del sistema.

Figura 41

Comparación tiempos de caída



A partir de la *Figura 41* se observa que el crudo Jazmín sin MW presenta un tiempo de caída de 20.35 minutos, mientras que al aplicar MW (Jazmín + MW) el tiempo disminuye a 4.34 minutos, lo que representa una reducción del 78.6 % en el tiempo de caída y, por ende, una disminución de la viscosidad del crudo debido al efecto del calentamiento.

Para el sistema Jazmín 1:6 sin MW, se obtiene un tiempo de caída de 21.6 minutos, el cual se reduce a 3.71 minutos al aplicar MW (Jazmín 1:6 +MW). Esta variación corresponde a una reducción del 82.4 % del tiempo de caída.

Al comparar Jazmín + MW con Jazmín 1:6 +MW, se observa que el tiempo de caída pasa de 4.34 a 3.8 minutos, lo que equivale a una reducción del 12.44 %, lo que sugiere que la adición del GO@Fe₃O₄ (1:4) bajo irradiación contribuye a una mejora adicional en la reducción de la viscosidad del sistema.

El crudo Jazmín sin MW presenta un tiempo de caída de aproximadamente 20.35 minutos. Al adicionar GO@Fe₃O₄ (1:6) sin irradiación, el tiempo de caída se incrementa hasta ≈21.6 minutos, lo que representa un aumento del 6.44 %. Este comportamiento sugiere que la incorporación del material GO@Fe₃O₄ (1:6) genera un incremento en la fricción interna del sistema, posiblemente asociado a interacciones entre el crudo y el material sólido, lo que se traduce en un aumento de la viscosidad aparente.

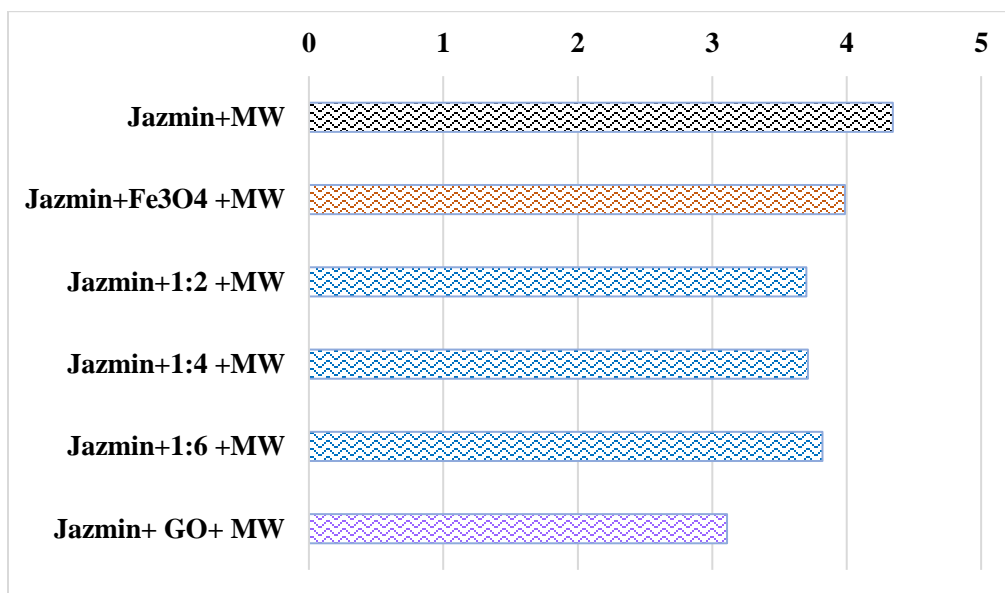
A manera de conclusión se puede decir que el análisis del error relativo entre los valores de viscosidad obtenidos mediante la curva de calibración y aquellos calculados a partir de la regresión del reómetro comercial muestra, en general, una buena concordancia entre ambos métodos. La mayoría de los sistemas presentan errores porcentuales inferiores al 3 %, lo que valida la confiabilidad del procedimiento experimental. En particular, los sistemas Jazmín + Fe₃O₄ + MW, Jazmín + GO sin MW y Jazmín + 1:4 sin MW presentan errores inferiores al 1 %, indicando una excelente correspondencia entre las metodologías empleadas. El sistema Jazmín + MW también mostró un error bajo (1,88 %), confirmando la estabilidad de la medición en ausencia de nanomateriales.

El sistema Jazmín + GO + MW presentó el mayor error relativo (40,76%), asociado al elevado incremento de temperatura alcanzado durante la irradiación. Este comportamiento puede atribuirse a las propiedades intrínsecas del GO, como su alta sensibilidad térmica y su gran área superficial, la adición de cualquier sólido al crudo aumenta la fricción del sistema y restringe la movilidad de la esfera generando tiempos mayores a los esperados. En contraste con el viscosímetro comercial donde el crudo no tenía adición de ningún nanomaterial.

Por otra parte, en la *Figura 42* se observan los tiempos de caída para cada muestra en presencia de MW, esta misma evidencia que el sistema Jazmín + MW presenta el mayor tiempo de caída, cercano a 4.4 minutos, lo que indica una menor movilidad del crudo bajo estas condiciones. Posteriormente, el sistema Jazmín + Fe₃O₄ + MW muestra una reducción en el tiempo a 3.98 minutos, atribuida a la capacidad de la magnetita para interactuar con los asfaltenos, favoreciendo su desestabilización mediante mecanismos de anclaje sobre su superficie. En el caso de los compositos GO@Fe₃O₄ (1:2, 1:4 y 1:6), se observa un comportamiento intermedio, lo cual puede explicarse por la ocupación parcial de los sitios activos del óxido de grafeno por las nanopartículas de magnetita, limitando su interacción directa con los asfaltenos. Finalmente, el sistema Jazmín + GO + MW presenta el menor tiempo de caída con un valor de 3.11 minutos, evidenciando la mayor reducción de viscosidad, lo cual se asocia a su alta área superficial, su alta sensibilidad térmica y la abundancia de grupos funcionales, que promueven una interacción más eficiente con los asfaltenos, mejorando así la fluidez del crudo.

Figura 42

Tiempos de caída para muestras en presencia de MW



Estos resultados permiten concluir que el óxido de grafeno (GO) es el material más eficiente para el mejoramiento reológico del crudo Jazmín bajo calentamiento electromagnético, al combinar una elevada capacidad de absorción de energía microondas con una reducción significativa de la viscosidad. Si bien los composites GO@Fe₃O₄ presentan mejoras adicionales respecto al crudo sin nanomateriales, el GO destaca como el material con mayor impacto global en la eficiencia térmica y la modificación del comportamiento viscoso del sistema. No obstante, al centrarse en el efecto específico de las Nps, se evidencia que la incorporación de Fe₃O₄ en los sistemas funcionalizados con GO favorece el aprovechamiento de la radiación de microondas, actuando como un agente que mejora la transferencia y distribución del calor dentro del crudo. Este comportamiento se evidencia gracias a que se obtuvo un mejor desempeño de los sistemas GO@Fe₃O₄ (1:2, 1:4 y 1:6) + MW frente al sistema Jazmín + MW y Jazmín + Fe₃O₄ + MW, lo cual sugiere que la interacción entre el material soporte (GO) y las Nps generan un efecto sinérgico que optimiza los mecanismos térmicos involucrados en la reducción de la viscosidad. En

consecuencia, las Nps no solo contribuyen al calentamiento del sistema, sino que, al estar incorporadas en una matriz, favorecen una acción más eficiente sobre la viscosidad del crudo.

5.7 Eficiencia térmica en función del tiempo de irradiación en crudo Jazmín modificado con nanomateriales.

Se evaluó la variación de la temperatura en función del tiempo de irradiación. Este ensayo permitió comparar directamente el incremento térmico del crudo al aumentar el tiempo de irradiación, proporcionando información sobre la eficiencia del calentamiento del sistema y el efecto de la incorporación del material en la absorción de energía. Los sistemas tuvieron la misma posición en el interior del horno la cual se observa en la *Figura 43*. En la *Tabla 30* se presentan los resultados obtenidos a partir de las mediciones directas de temperatura en el crudo, en la *Figura 44* y *Figura 45* se muestran de manera gráfica los resultados de las eficiencias térmicas instantáneas y pasados 3 minutos de reposo, estos resultados permiten discutir la relación entre el tiempo de irradiación y la respuesta térmica del sistema.

Figura 43

Montaje experimental de las muestras de crudo Jazmín modificadas con nanomateriales durante el ensayo de irradiación por microondas.



Tabla 30*Resultado de ensayo de eficiencia térmica.*

Tiempo de irradiación (Min)	Jazmín			Jazmín + 1:6		Jazmín + Fe ₃ O ₄		Jazmín + GO	
	T. inicial	T. final	T. 3min	T. final	T. 3min	T. final	T. 3min	T. final	T. 3min
0,5	26,8	28,8	27,4	29,1	28	28,5	29,4	34	31,6
1	26,8	29,1	27,7	29,5	28,5	28,6	27,9	35,4	32,1
1,5	27	29,4	27,8	31,7	29,4	30,6	28,7	43,5	38,7
2	26,5	33,7	28,3	34,6	30,4	34,4	30,1	47,4	39,5
2,5	26,6	35,2	28	39,5	32	38,3	30,1	55,4	42,2
3	26,6	36,1	29,1	41,5	32,8	38,3	30	56,7	45
3,5	26,9	40,1	31	43,2	33,3	42,7	30,4	58	45,2
4	26,5	39,8	31,3	44,8	35,9	43	32,9	58,7	45
4,5	26,8	40,8	33,4	44,6	37,9	44	33,6	58,8	44,8
5	26,8	39,8	32,3	44,4	38	44,2	34,5	57,7	44,5

*T en [°C]

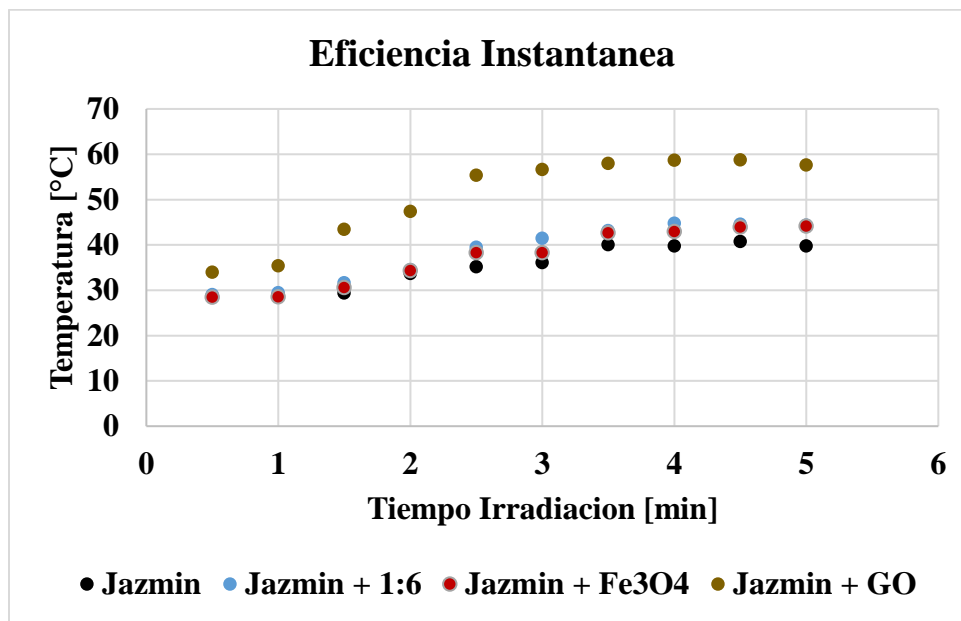
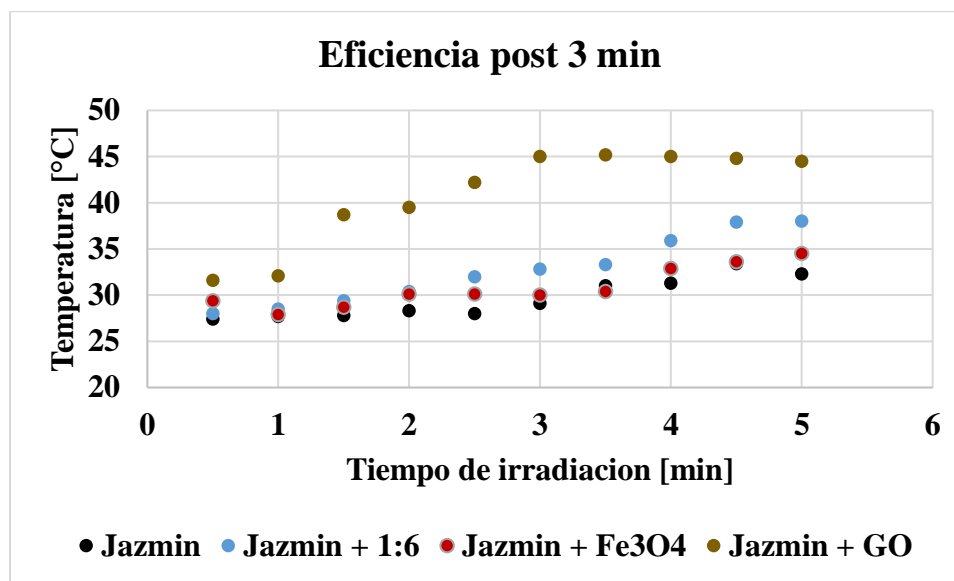
Figura 44*Eficiencia Térmica instantánea Tiempo irradiación Vs temperatura*

Figura 45*Eficiencia Térmica pasados 3 minutos Tiempo irradiación Vs temperatura*

Los resultados del ensayo de eficiencia térmica muestran que la temperatura del crudo Jazmín aumenta progresivamente con el tiempo de irradiación por microondas en todos los sistemas evaluados; sin embargo, la magnitud del incremento depende de la presencia y el tipo de nanomaterial incorporado. El crudo Jazmín sin modificar presentó el menor aumento de temperatura, alcanzando valores cercanos a 40 °C después de 5 minutos de irradiación, lo que evidencia una limitada capacidad de absorción de energía microondas. En contraste, las muestras modificadas con nanomateriales exhibieron mayores incrementos térmicos desde los primeros tiempos de irradiación, confirmando que la incorporación de material nanométrico mejora la eficiencia de calentamiento del sistema.

Entre los sistemas modificados, el crudo con GO mostró el mayor incremento de temperatura tanto en la medición instantánea como en la registrada tres minutos después de la irradiación, alcanzando valores cercanos a 58 °C y una eficiencia térmica relativa del orden del 45%. Este comportamiento se atribuye a la elevada capacidad del GO para absorber energía

electromagnética y transferirla eficientemente al medio, favoreciendo un calentamiento más rápido y sostenido. Por su parte, las muestras con GO@Fe₃O₄ (1:6) y Fe₃O₄ presentaron incrementos intermedios, superiores al crudo sin modificar, pero inferiores al sistema con GO, lo que sugiere un efecto combinado entre las propiedades magnéticas y conductivas del material.

El aumento de la temperatura y la consecuente reducción de la viscosidad del crudo Jazmín bajo irradiación por microondas pueden atribuirse a mecanismos físicos y fisicoquímicos asociados a la interacción entre la energía electromagnética y los nanomateriales, particularmente el GO puesto que presenta una elevada eficiencia de absorción de microondas debido a su estructura electrónica conjugada y a la presencia de grupos funcionales oxigenados, lo que favorece la conversión directa de la energía electromagnética en calor. Este calentamiento localizado e intensificado promueve la ruptura de interacciones intermoleculares débiles, tales como asociaciones entre asfaltenos y resinas, así como fuerzas de van der Waals, responsables de la elevada viscosidad del crudo. Adicionalmente, la alta área superficial del GO facilita su interacción con los componentes pesados del crudo, actuando como un medio de transferencia térmica más eficiente y favoreciendo una redistribución homogénea del calor. Desde esta perspectiva, estos efectos conducen a una modificación de la microestructura del crudo, disminuyendo la resistencia al flujo y explicando el mayor incremento de temperatura y la reducción de viscosidad.

En el caso de los sistemas que incorporan compositos GO@Fe₃O₄, el aumento de la temperatura y la reducción de la viscosidad del crudo se explican por un efecto combinado entre la capacidad de absorción electromagnética del GO y las propiedades magnéticas de Fe₃O₄. La presencia de Nps de Fe₃O₄ favorece la absorción de energía microondas a través de pérdidas magnéticas y dieléctricas, lo que contribuye a la generación de calor adicional en el sistema.

Cuando estas Nps se encuentran ancladas sobre la superficie del GO, se mejora la dispersión del material y se facilita una transferencia térmica más eficiente hacia la matriz del crudo. Este calentamiento favorece la ruptura de asociaciones intermoleculares entre los componentes pesados del crudo, mientras que la superficie del GO actúa como sitio de interacción con asfaltenos y resinas, promoviendo su desagregación parcial. Este efecto sinérgico explica la mejora en la eficiencia térmica y la reducción de viscosidad observadas en los compositos GO@Fe₃O₄, aunque en menor medida que en el sistema con GO, debido a la reducción de área superficial efectiva del grafeno al incorporar la fase magnética.

5.8 Recuperación y verificación de homogenización de nanomateriales en crudo.

Con el propósito de evaluar la homogeneidad de la dispersión de nanomateriales en el crudo Jazmín, así como su estabilidad bajo irradiación con microondas y la posibilidad de su recuperación posterior, se llevó a cabo un experimento adicional de recuperación magnética; este ensayo permitió verificar si las Nps de GO@Fe₃O₄ incorporadas al crudo permanecían uniformemente distribuidas durante el tratamiento y si podían ser separadas eficientemente al finalizar el proceso. A continuación, se presentan los resultados obtenidos a partir de la cuantificación de las Nps recuperadas, los cuales permiten analizar el grado de homogeneización alcanzado y la eficiencia del método de incorporación y recuperación empleado.

Los resultados del experimento de recuperación de Nps a partir del crudo Jazmín modificado se presentan en la **Tabla 31**. A partir de una cantidad inicial total de 59,6 mg de Nps GO@Fe₃O₄ (1:2), se logró recuperar un total de 57,3 mg tras el tratamiento con microondas, los procesos de separación magnética y los ciclos de lavado. Esto corresponde a una eficiencia de recuperación aproximada del 96,1 %, lo que indica que la mayor parte del material incorporado permaneció en el sistema y pudo ser recuperado exitosamente al finalizar el experimento.

Los resultados de este ensayo se presentan en la *Figura 46*, donde se evidencia visualmente que el proceso de lavado se llevó a cabo de manera exitosa, observándose la recuperación de material en todas las fracciones analizadas. Asimismo, la *Tabla 31* resume las cantidades iniciales y las masas recuperadas de Nps. El análisis por fracciones muestra una recuperación consistente en los cinco frascos, con valores de masa recuperada entre 11,3 y 11,6 mg, frente a cantidades iniciales cercanas a 12 mg en cada fracción. La baja variación entre fracciones sugiere que las Nps se distribuyeron homogéneamente en el crudo antes del proceso de separación, ya que no se observaron diferencias significativas que indicaran sedimentación localizada o acumulación preferencial en alguna porción del volumen total. Este resultado confirma que el método de incorporación empleado permitió una dispersión uniforme del material en el crudo.

La ligera diferencia entre la cantidad inicial y la cantidad recuperada puede atribuirse a pérdidas menores durante los múltiples pasos de transferencia, lavado y manipulación del material, así como a la posible retención de trazas de Nps en el crudo residual o en las paredes del tubo. No obstante, estas pérdidas fueron limitadas y no comprometieron la evaluación global del experimento, dado que la recuperación se mantuvo por encima del 95 %.

Figura 46

Proceso lavado muestras de recuperación

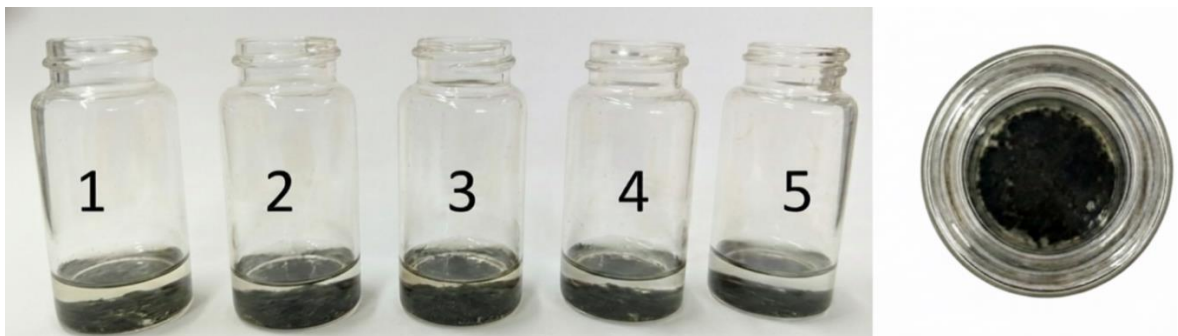


Tabla 31*Cantidad usada y recuperada en experimento extra.*

Fracción	Cantidad inicial (mg)	Cantidad recuperada (mg)
1	11,8	11,3
2	11,7	11,5
3	12	11,5
4	11,9	11,6
5	12,2	11,4
total	59,6	57,3

Los resultados demuestran que las Nps de GO@Fe₃O₄ pueden incorporarse de manera homogénea en el crudo Jazmín, mantener su dispersión incluso después de múltiples irradiaciones con microondas y ser recuperadas eficientemente mediante separación magnética de forma física. Este comportamiento confirma la estabilidad del sistema nanomateriales –crudo bajo las condiciones evaluadas y respalda la viabilidad del material tanto en términos de homogeneización como de recuperación posterior, aspectos clave para su posible aplicación en procesos de recobro mejorado.

En la sección a continuación se evidencia el cumplimiento del tercer objetivo, el cual consistió en evaluar preliminarmente el comportamiento de la viscosidad y la movilidad de un crudo pesado en presencia de óxido de grafeno magnético y radiación de microondas en muestras de roca el cual se desarrolló en las siguientes etapas: selección de muestras de roca, realización de pruebas de movilización del crudo en arena sin calentamiento electromagnético, pruebas de movilización con calentamiento electromagnético y, de manera complementaria la evaluación de un desplazamiento en medio poroso.

5.9 Selección de muestras de roca.

El uso de arena Ottawa 40 como medio poroso permitió reproducir un sistema homogéneo y estable durante el desarrollo de los ensayos experimentales. El material presentó un empaque uniforme y una distribución granulométrica consistente, permitiendo un comportamiento de flujo constante con ausencia de fenómenos de canalización preferencial. Estas características facilitaron el control experimental y garantizaron condiciones comparables entre los diferentes ensayos realizados. La permeabilidad asociada a esta arena se tomará como 1 Darcy (Song y Elsworth, 2020).

5.10 Pruebas de movilidad sin calentamiento electromagnético.

En esta sección se presentan los resultados correspondientes a la evaluación de la movilidad del crudo en un sistema roca-fluido- nanomateriales bajo distintas configuraciones experimentales, considerando la incorporación de GO y GO@Fe₃O₄ sin calentamiento electromagnético. En la sección 4.4 inciso b se describen los montajes 1 y 2 de la metodología para determinar el tiempo de caída de la primera gota, volumen total movilizado y temperatura final resultados que se muestran en la *Tabla 32*.

Tabla 32

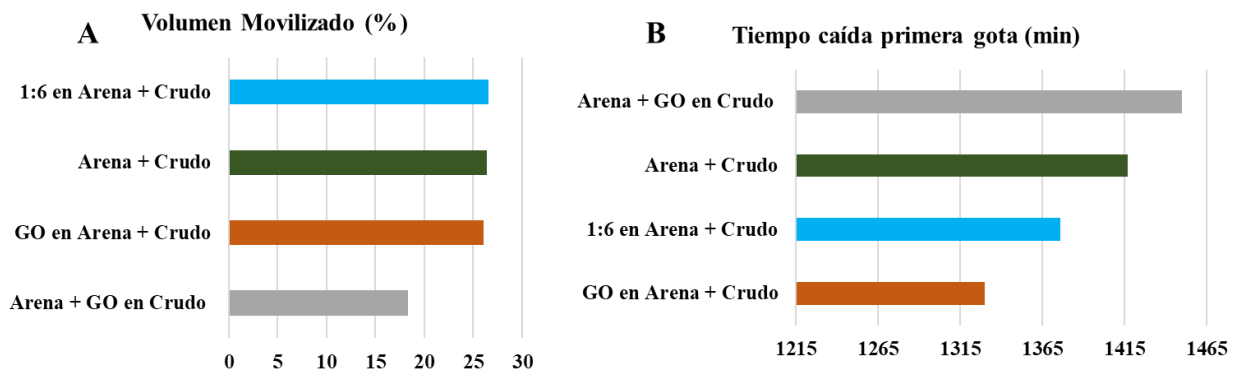
Resultados de movilidad del crudo en sistemas sin calentamiento electromagnético.

Sistema	Composición	Tiempo caída primera gota (min)	Volumen desplazado (%)	Temperatura final (°C)
6	GO en Arena + Crudo	1330	26,09	26,5
8	1:6 en Arena + Crudo	1376	26,55	26,5
1	Arena + Crudo	1417	26,37	26,5
11	Arena + GO en Crudo	1450	18,32	26,5

El estudio se desarrolló a partir del diseño y ejecución de 4 sistemas experimentales, lo que permitió analizar de manera sistemática el efecto individual y combinado de la impregnación del medio poroso y la dispersión de nanomateriales en la fase oleosa en ausencia de irradiación electromagnética en la Figura 47 se presenta los resultados de manera esquemática.

Figura 47

(A) Volumen movilizado (B) Tiempo caída primera gota en ausencia de MW



En la **Tabla 32** y la **Figura 47** se evidencia el comportamiento de la movilidad del crudo en sistemas sin calentamiento electromagnético, donde la temperatura se mantuvo constante ($\approx 26,5$ °C) por tanto, las variaciones observadas responden principalmente a la presencia y localización de los nanomateriales dentro del medio poroso o del fluido.

El sistema base Arena + Crudo presenta un tiempo de caída de 1417 min y un volumen movilizado de 26,37 %, tomándose como referencia. Cuando el GO se incorpora en la arena (Sistema 6), el tiempo de caída de la primera gota disminuye a 1330 min es decir presenta una reducción del 6,54 % respecto al sistema base y el volumen movilizado se mantiene cercano (26,09 %), dando indicios de que la movilidad se reduce es decir el crudo se moviliza más rápido por la matriz. Este comportamiento sugiere que la presencia de GO en la matriz modifica la mojabilidad del sistema mejorando la movilidad.

Por otra parte, el sistema 1:6 en Arena + Crudo (Sistema 8) presenta un tiempo de caída de la primera gota de 1376 min es decir una reducción respecto al sistema base de 2,98 % y un volumen total movilizado de 26,55 % indicando que el composito GO@Fe₃O₄ genera un impacto menor sobre el flujo que el GO cuando se localiza en la arena.

Cuando se analiza la adición de GO al fluido se observa que el sistema Arena + GO en Crudo (Sistema 11) muestra un incremento de tiempo de caída de la primera gota asociado a la movilidad del 2,28 % respecto al sistema base acompañado de una reducción significativa del volumen movilizado (18,32 %) Este resultado indica que, en ausencia de microondas, la incorporación de GO directamente en el crudo tiende a aumentar la viscosidad y a dificultar la movilización, probablemente por interacciones entre el GO y las fracciones pesadas (resinas y asfaltenos). Estos resultados confirman que sin calentamiento electromagnético la adición de nanomateriales en el crudo no mejora la movilidad del crudo, e incluso puede deteriorarla, resaltando que el beneficio reológico observado en el estudio está fuertemente condicionado a la activación térmica mediante microondas.

5.11 Pruebas de movilidad con calentamiento electromagnético.

En esta sección se presentan los resultados correspondientes a la evaluación de la movilidad del crudo en un sistema roca-fluido- nanomateriales bajo distintas configuraciones experimentales, considerando la incorporación de GO y GO@Fe₃O₄ con calentamiento electromagnético los resultados se presentan en la **Tabla 33**.

Tabla 33

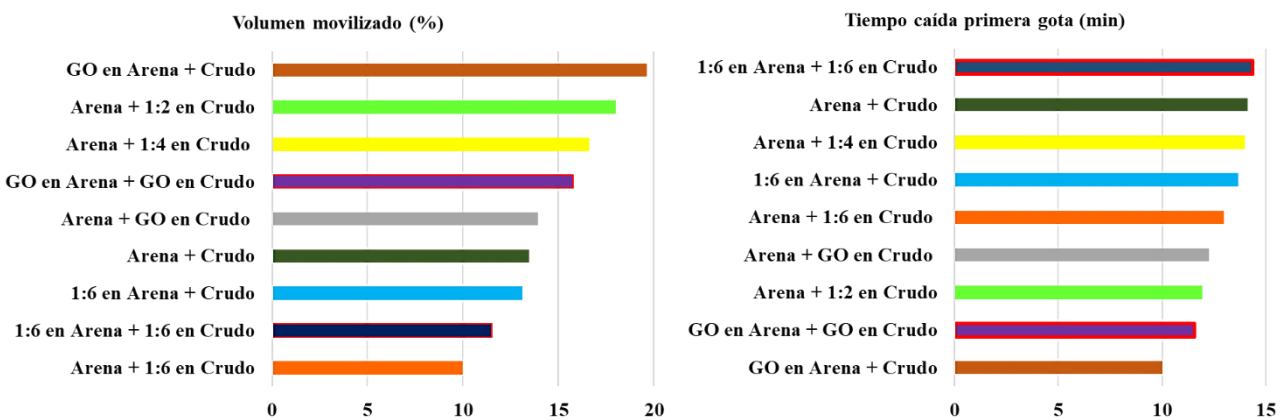
Resultados de movilidad del crudo en sistemas con calentamiento electromagnético

Sistema	Composición	Tiempo caída primera gota (Min)	Volumen desplazado (%)	Temperatura final (°C)
5	GO en Arena + Crudo	10	19,62	60.2
9	GO en Arena + GO en Crudo	11,57	15,77	59
13	Arena + 1:2 en Crudo	11,93	18	49,2
3	Arena + GO en Crudo	12,25	13,91	61.6
4	Arena + 1:4 en Crudo	13	16,62	48.5
7	1:6 en Arena + Crudo	13,67	13,11	48.3
12	Arena + 1:6 en Crudo	14	10	50.6
2	Arena + Crudo	14,12	13,46	44,7
10	1:6 en Arena + 1:6 en Crudo	14,38	11,5	55.3

El estudio se desarrolló a partir del diseño y ejecución de 9 sistemas experimentales, lo que permitió analizar de manera sistemática el efecto individual y combinado de la impregnación del medio poroso y la dispersión de nanomateriales en crudo en presencia de irradiación electromagnética en la *Figura 48* se presenta los resultados de manera esquemática.

Figura 48

(A) Volumen movilizado (B) Tiempo caída primera gota en presencia de MW



La **Tabla 33** y La **Figura 48** presentan el tiempo de caída de la primera gota y el porcentaje total del volumen movilizado para sistemas roca–fluido evaluados en presencia de calentamiento electromagnético, permitiendo analizar la movilidad inicial del crudo bajo distintas configuraciones.

Al aplicar irradiación electromagnética, se observa una reducción significativa del tiempo de caída de la primera gota en todos los sistemas evaluados, pasando de escalas prolongadas (≈ 1300 min) sin calentamiento a tiempos del orden de decenas de minutos (10 a 15 min), lo que evidencia una mejora sustancial en la movilidad del crudo.

El menor tiempo de caída de la primera gota se registra para el sistema GO en Arena + Crudo, indicando que la impregnación del GO en el medio poroso favorece la movilidad del crudo en la matriz en presencia de MW al favorecer simultáneamente la modificación de la mojabilidad (Gómez-Delgado et al, 2023; Radnia et al, 2017) y la reducción de las fuerzas capilares que retienen el crudo en los poros (Afrooz et al, 2024a; Arenas-Blanco et al, 2021). Adicionalmente, durante la irradiación electromagnética, el GO contribuye a una distribución más eficiente del calentamiento a nivel del medio poroso, lo que induce una disminución localizada de la viscosidad del crudo en contacto con las paredes del poro (Sivakumar et al, 2020); este efecto sinérgico entre la impregnación del GO en la roca y el calentamiento electromagnético facilita el desprendimiento y la movilización del crudo (Afrooz et al, 2024b; Roa Ardila et al, 2020b).

Cuando el GO se dispersa en el crudo y no en la matriz, es decir, en el sistema Arena + GO en crudo (Sistema 3), los tiempos de caída de la primera gota y los porcentajes totales de volumen movilizado se ven afectados. Se observa un incremento del tiempo de caída de la primera gota en un 18.4%, es decir, pasando de 10 min en el sistema GO en Arena + Crudo a 12.25 min en el sistema Arena + GO en crudo. Asimismo, se presenta una disminución del porcentaje total de

volumen movilizado, de 19.62% a 13.91%, lo que indica una reducción en la movilidad del crudo en la matriz. El sistema GO en crudo + arena incrementa la resistencia al movimiento del crudo, posiblemente debido a interacciones entre el GO y los componentes polares del crudo, generando agregación y un aumento de la fricción interna. En la *Figura 49* se observa el cambio físico que sufre el crudo al adicionar el GO: en la imagen de la izquierda (GO disperso en crudo) se aprecia una textura ligeramente grumosa, en contraste con la imagen de la derecha, donde se observa solo crudo que fluye de manera lisa y homogénea.

Figura 49

A la izquierda GO disperso en crudo y a la derecha Crudo



A pesar de que el sistema Arena + GO en Crudo alcanza la temperatura final más alta de las distintas configuraciones experimentales (61,6 °C) no se evidencia que un mayor calentamiento global del sistema se traduzca necesariamente en una mejora de la movilidad (Tiempo de caída de la primera gota y porcentaje total de volumen movilizado), y sugiere que la localización del nanomaterial en el crudo puede generar interacciones que limitan el flujo, como incremento de la fricción interna o retención parcial del fluido en el medio poroso.

Los sistemas donde los nanomateriales se dispersan tanto en la arena como en el crudo GO en Arena + GO en Crudo y 1:6 en Arena + 1:6 en Crudo presentan un desempeño inferior con valores de tiempos de caída de la primera gota de 11.57 min y 14.38 min, un porcentaje total de volumen movilizado de 15.77% y 11.50 % y unas temperaturas finales de 59°C y 55.3°C respectivamente lo que sugiere que una carga excesiva de nanomaterial en ambas fases puede atribuirse a fenómenos de aglomeración de las nanopartículas y retención de nanomateriales que limitan la movilización del crudo en la matriz, los cuales reducen la eficiencia del calentamiento electromagnético y aumentan la resistencia al flujo dentro del medio poroso.

Al comparar el Sistema 9 (GO en Arena + GO en Crudo) es decir GO tanto en la matriz como en el crudo se evidencia que presenta un tiempo de caída de la primera gota de 11,57 min, inferior al del Sistema 3 GO disperso únicamente en crudo, que tiene un tiempo de caída de la primera gota de 12,25 min, lo que representa una reducción aproximada del 5,6 %. Adicionalmente, el Sistema 9 (GO en Arena + GO en Crudo) logra un porcentaje mayor de volumen movilizado 15,77 % frente al 13,91 % del Sistema 3 (Arena + GO en Crudo), evidenciando un incremento de 1,87 % en el porcentaje total del volumen recuperado del crudo; sin embargo, este comportamiento ocurre a una temperatura final ligeramente menor (59,0 °C) respecto al Sistema 3 (61,6 °C). Este resultado sugiere que la incorporación de GO tanto en la arena como en el crudo favorece una interacción más eficiente entre el campo electromagnético y el sistema, mejorando la movilidad del crudo sin requerir temperaturas finales más elevadas.

En presencia de irradiación electromagnética, el sistema base Arena + Crudo presenta un tiempo de caída de la primera gota de 14,12 min, un volumen movilizado de 13,46 % y una temperatura final de 44,7 °C, lo que establece la referencia para evaluar el efecto de los nanomateriales que contienen Fe_3O_4

En los sistemas con GO@Fe₃O₄, el desempeño depende tanto de la relación como de la ubicación del nanocompuesto. La dispersión en el crudo con relación 1:2 muestra un comportamiento favorable (11,93 min, 18,00 %, 49,2 °C), mientras que al aumentar la relación a 1:4 y 1:6 se observa un incremento progresivo del tiempo de caída y una disminución del volumen movilizado, aun cuando las temperaturas finales se mantienen entre 48 y 55 °C. De manera similar, los sistemas con GO@Fe₃O₄ en la arena o simultáneamente en arena y crudo presentan tiempos de caída más elevados y volúmenes movilizados menores, destacándose el sistema 1:6 en Arena + 1:6 en Crudo como el de peor desempeño (14,38 min y 11,50 %), pese a alcanzar 55,3 °C.

En función de este análisis los resultados confirman que bajo calentamiento electromagnético la mejora en la movilidad del crudo no depende únicamente del incremento de temperatura, sino de la naturaleza del nanomaterial, su concentración y, de manera crítica, su localización dentro del sistema roca–fluido, Esto indica que la presencia simultánea del material en ambas fases no genera un efecto sinérgico en términos de movilidad, y que, en el caso del material magnético, puede intensificar fenómenos de retención o bloqueo parcial del flujo.

La impregnación del medio poroso con GO se identificó como la estrategia más efectiva para mejorar la movilización del crudo por la matriz y el volumen total movilizado, mientras que el uso de nanopartículas magnéticas requiere un control cuidadoso de su ubicación y proporción para evitar efectos adversos sobre la movilidad.

5.12 Extra: Desplazamiento en roca de nanofluido

Como información complementaria se evaluó el comportamiento de un nanofluido magnético (500 ppm de GO@Fe₃O₄) en condiciones representativas de yacimiento mediante pruebas de coreflooding en una muestra de roca Berea, con el fin de analizar su interacción con el

medio poroso, la retención de hierro y los cambios de permeabilidad, como criterio de viabilidad para un eventual piloto en campo. La roca presentó una permeabilidad inicial de referencia de 843 mD, la cual no se vio afectada negativamente durante la inyección del nanofluido; por el contrario, tras la etapa de retorno con salmuera se registró una permeabilidad de 935 mD, evidenciando ausencia de daño a la formación y una adecuada estabilidad del sistema bajo 120 °F y 500 psi de presión de poro. El balance de masas indicó que, de 266.806 mg de Fe inyectados, se recuperaron 159.201 mg, resultando en una retención de 107.605 mg ($\approx 40\%$) asociada a procesos de adsorción y atrapamiento controlado de nanopartículas, sin provocar taponamiento significativo. La evolución de la concentración de hierro en los efluentes, que alcanzó valores estables entre 160–200 mg/L durante la inyección y descendió a valores cercanos a cero en la etapa final, confirmó un comportamiento transitorio y estable del nanofluido. Adicionalmente, se determinaron valores de $S_{wirr} = 25,1\%$ y $S_{or} = 31,5\%$, coherentes con una roca Berea de mojabilidad preferencial al agua y una permeabilidad efectiva final de 134 mD para el aceite. En conjunto, los resultados demuestran que el nanofluido magnético puede desplazarse en medio poroso con retención parcial, permeabilidad conservada o incluso mejorada, y sin daño permanente a la roca, lo que respalda su viabilidad técnica para ser considerado en pruebas piloto a escala de campo. En el Anexo 1 se presenta la metodología, el objetivo de la prueba, las curvas de absorción atómica.

6. Conclusiones

La síntesis del óxido de grafeno magnético (GO@Fe₃O₄) fue exitosa, obteniéndose un material con respuesta magnética y estabilidad en medio acuoso. El óxido de grafeno actuó como material soporte, favoreciendo la dispersión homogénea de las nanopartículas y limitando su aglomeración.

Según los resultados del FTIR se forma de manera exitosa los nanocompuestos GO@Fe₃O₄, donde se evidencia la coexistencia de bandas características del óxido de grafeno y de la magnetita. La presencia de la banda C=C (~1620 cm⁻¹) en todas las formulaciones (1:2 1:4 1:6) demuestra que la estructura basal del GO se conserva tras la incorporación de Fe₃O₄ confirmando que el anclaje de la fase magnética ocurre sin una alteración significativa del GO el cual interactúa como material soporte.

Los resultados obtenidos mediante espectroscopía Raman confirman que la modificación del GO con magnetita fue exitosa y que el grado de perturbación estructural de la red carbonosa no depende de la relación GO@Fe₃O₄. El máximo nivel de desorden estructural se alcanza para la relación 1:4, lo que sugiere un equilibrio óptimo entre interacción efectiva y exposición del GO al láser, mientras que a concentraciones más altas de magnetita se presentan efectos de agregación y cobertura.

El análisis termogravimétrico (TGA) confirma que la incorporación de Fe₃O₄ en la matriz de óxido de grafeno incrementa su estabilidad térmica. A 600 °C el óxido de grafeno presenta una disminución de masa del 60% mientras que los compositos 1:2 1:4 y 1:6 presenta una disminución de masa del 26% 15% y 10 % respectivamente. Estos resultados demuestran que la magnetita actúa como una fase estabilizadora, incrementando la resistencia térmica de

los nanocompuestos y ampliando su viabilidad para aplicaciones bajo condiciones térmicas exigentes.

Mediante la DLS se confirmó que todos los materiales se encuentran en el rango nanométrico, con diámetros promedio inferiores a 350 nm. La magnetita (Fe_3O_4) presentó el mayor tamaño, con un Z-average cercano a 340 nm y un PDI elevado (0,640), evidenciando una fuerte tendencia a la aglomeración. El óxido de grafeno mostró un tamaño promedio de 209 nm, con un pico principal entre 75–80 nm, indicando una dispersión más estable asociada a su estructura laminar. La incorporación de Fe_3O_4 sobre el GO redujo significativamente el tamaño hidrodinámico, alcanzándose valores de 30–35 nm para el composito 1:2, mientras que en las relaciones 1:4 y 1:6 los tamaños aumentaron gradualmente a 35–40 nm y 50–60 nm, respectivamente. Estos resultados confirman que el GO actúa como un soporte efectivo que limita la aglomeración de la magnetita y permite controlar el tamaño y la estabilidad coloidal de los nanocompuestos.

En los compositos $\text{GO}@\text{Fe}_3\text{O}_4$, los difractogramas presentan características intermedias entre ambos materiales, con una clara predominancia de los picos correspondientes a Fe_3O_4 . La coincidencia en la posición angular de estos picos con respecto al Fe_3O_4 indica que la estructura cristalina de Fe_3O_4 se mantiene tras su incorporación sobre el GO. A medida que aumenta la proporción de magnetita, se observa un incremento progresivo en la intensidad relativa de los picos, lo cual refleja directamente el mayor contenido de fase inorgánica en los compositos

La síntesis de óxido de grafeno (GO) y de los compositos $\text{GO}@\text{Fe}_3\text{O}_4$ en relaciones 1:2, 1:4 y 1:6 fue exitosa, obteniéndose materiales con contenidos de hierro de 51,8 %, 57,9 % y 63,3 % en peso, respectivamente, de acuerdo con los resultados de ICP-OES. Estos valores

confirman una incorporación controlada de la fase magnética sobre la matriz de GO y una adecuada reproducibilidad del método de síntesis empleado.

Los resultados obtenidos confirman que fue posible evaluar cuantitativamente el comportamiento de la viscosidad del crudo pesado Jazmín ($\approx 12,2^\circ$ API) en presencia de nanomateriales y bajo irradiación de microondas en un equipo de cavidad modificado.

El montaje realizado para medir viscosidad en presencia de MW es sensible a cambios reológicos inducidos por calentamiento electromagnético y su respuesta es medible y consistente a la calibración del viscosímetro de bola modelada bajo la regresión $\mu = 1909,7 \cdot t + 139,66$ con un $R^2 = 0,99$, la cual permite comparar sistemas en el mismo marco experimental. Al contrastar las viscosidades obtenidas por calibración frente a las medidas con reómetro comercial se evidencia una buena concordancia respaldada por errores relativos bajos $\leq 3\%$ en 9 de 10 sistemas.

Las muestras irradiadas con MW presentaron una reducción promedio en el tiempo de caída de la bola de 78% , adicionalmente el GO y los compositos GO@Fe₃O₄ potencian el efecto del calentamiento electromagnético alcanzando temperaturas de hasta 58°C (38°C), lo que favorece la disminución de la viscosidad. Cuando no hay calentamiento, la presencia de nanopartículas sólidas restringen el flujo, lo que se traduce en tiempos de caída más prolongados y por ende mayores viscosidades.

La aplicación de MW mejora la viscosidad y movilización del crudo en el medio poroso, logrando reducir el tiempo de caída en todas las muestras hasta en un 98,85% y alcanzando un volumen movilizado del 43,58%. El material más eficiente fue el GO, ya que permitió alcanzar mayores temperaturas y su impregnación en la roca modifica la mojabilidad del sistema logrando un volumen movilizado del 6% adicional respecto al blanco.

7.Recomendaciones

Realizar estudios a escala piloto y en núcleos de roca natural, para evaluar el desempeño del sistema GO@Fe₃O₄ + MW bajo condiciones representativas de yacimiento, incluyendo presión, saturación de fluidos y heterogeneidad del medio poroso.

Analizar el efecto del tratamiento combinado sobre la composición química del crudo, especialmente en las fracciones SARA, para determinar posibles alteraciones inducidas por la radiación electromagnética y el uso de nanomateriales.

Evaluar diferentes concentraciones de Np y tiempos de irradiación, con el fin de optimizar el balance entre eficiencia térmica, reducción de viscosidad y consumo energético.

Investigar la recuperación, reutilización y estabilidad a largo plazo de las Nps GO@Fe₃O₄ tras múltiples ciclos de irradiación, con el objetivo de analizar la viabilidad económica y ambiental del sistema.

Complementar este estudio con simulaciones numéricas y análisis tecnoeconómicos que permitan estimar el impacto potencial de esta tecnología en operaciones reales de recobro mejorado de crudos pesados.

Se recomienda que en trabajos futuros se incorpore un diseño experimental factorial que permita la aplicación de análisis estadísticos como ANOVA, para cuantificar la influencia de cada variable y sus posibles interacciones sobre la viscosidad y movilidad del sistema.

Estimar en futuros trabajos la tasa de cizallamiento del viscosímetro de esfera descendente para crudos no newtonianos, lo cual permitiría una comparación más rigurosa entre metodologías reológicas y reducir la incertidumbre asociada a la dependencia de la viscosidad con la tasa de cizalla

Referencias Bibliográficas

Adil, M., Lee, K. C., Zaid, H. M., & Manaka, T. (2020). Role of phase-dependent dielectric properties of alumina nanoparticles in electromagnetic-assisted enhanced oil recovery. *Nanomaterials*, *10*(10), 1–32. <https://doi.org/10.3390/NANO10101975>

Al-Asadi, A., Rodil, E., & Soto, A. (2022). Nanoparticles in chemical EOR: a review on flooding tests. *Nanomaterials*, *12*(23), 4142. <https://doi.org/10.3390/nano12234142>

Ali, J. A., Kolo, K., Manshad, A. K., & Stephen, K. D. (2019). Potential application of low-salinity polymeric-nanofluid in carbonate oil reservoirs: IFT reduction, wettability alteration, rheology and emulsification characteristics. *J Mol Liq*, *284*, 735–747. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2019.04.053>

Alomair, O., Jumaa, M., Alkorie, A., & Hamed, M. (2016). Heavy oil viscosity and density prediction at normal and elevated temperatures. *Journal of Petroleum Exploration and Production Technology*, *6*(2), 253–263. <https://doi.org/10.1007/S13202-015-0184-8>

Aristizábal-Fontal, J. E., Cortés, F. B., & Franco, C. A. (2018a). Viscosity reduction of extra heavy crude oil by magnetite nanoparticle-based ferrofluids. *Adsorption Science and Technology*, *36*(1–2), 23–45. <https://doi.org/10.1177/0263617417704309>

Aristizábal-Fontal, J. E., Cortés, F. B., & Franco, C. A. (2018b). Viscosity reduction of extra heavy crude oil by magnetite nanoparticle-based ferrofluids. *Adsorption Science and Technology*, *36*(1–2), 23–45. <https://doi.org/10.1177/0263617417704309;PAGE:STRING:ARTICLE/CHAPTER>

Bera, A., & Babadagli, T. (2015). Status of electromagnetic heating for enhanced heavy oil/bitumen recovery and future prospects: A review. *Applied Energy*, *151*, 206–226. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2015.04.031>

Bhattad, A. (2023). Review on viscosity measurement: devices, methods and models. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* 2023 148:14, 148(14), 6527–6543. <https://doi.org/10.1007/S10973-023-12214-0>

Taheri-Shakib, M., Petarca, L., Cerutti, A., Bandinelli, M., De Simoni, M., Manotti, M., & Maddinelli, G. (2013). A radiofrequency/microwave heating method for thermal heavy oil recovery based on a novel tight-shell conceptual design. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 107, 18–30. <https://doi.org/10.1016/J.PETROL.2013.02.014>

Boukadi, F. H., Bemani, A. S., Maamari, R., Wadhahi, M., Shahin, G., & Moosa, R. (2007). Thermally-assisted gas-oil gravity drainage. *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization and Environmental Effects*, 29(3), 271–276. <https://doi.org/10.1080/009083190965046>

Brady, J., Campbell, T., Fenwick, A., Ganz, M., Sandberg, S. K., Pereira, M. P., Luiz, B., Rodrigues, F., Campbell, C., Ferster, A., Umbach, K. E., Labruzzo, T., Zerilli, A., Nichols, E. A., Patmore, S., & Stilling, J. (2009). *Sondeos electromagnéticos para la exploración de petróleo y gas*. <http://www.nasa.gov/home/hqnews/2008/>

Chen, H., Wei, C., Liu, Y., Yao, X., Zhang, Z., Wang, H., & Yang, S. (2023a). Application of Microwave Absorbent in Microwave Thermal Recovery of Oil and Gas Resources: A Review. *Chemistry and Technology of Fuels and Oils* 2023 59:1, 59(1), 166–181. <https://doi.org/10.1007/S10553-023-01514-8>

Chen, H., Wei, C., Liu, Y., Yao, X., Zhang, Z., Wang, H., & Yang, S. (2023b). Application of Microwave Absorbent in Microwave Thermal Recovery of Oil and Gas Resources: A Review. *Chemistry and Technology of Fuels and Oils* 2023 59:1, 59(1), 166–181. <https://doi.org/10.1007/S10553-023-01514-8>

Chen, Q., Ye, M., Wang, D., Yin, X., Lu, J., Pu, W., Zhong, J., & Shui, B. (2025). Development and evaluation of a Janus amphiphilic carbon nanotube-based nanofluid for enhanced heavy oil recovery. *Physics of Fluids*, 37(5). <https://doi.org/10.1063/5.0269551>

Chen, X., Du, S., Hong, R., & Chen, H. (2023). Preparation of RGO/Fe₃O₄ Nanocomposites as a Microwave Absorbing Material. *Inorganics 2023, Vol. 11, Page 143, 11(4)*, 143. <https://doi.org/10.3390/INORGANICS11040143>

Compton, O. C., & Nguyen, S. T. (2010). Graphene oxide, highly reduced graphene oxide, and graphene: Versatile building blocks for carbon-based materials. *Small*, 6(6), 711–723. <https://doi.org/10.1002/SMLL.200901934>;WGROU:STRING:PUBLICATION

Corredor-Marín, F., Cardenas-Montes, J., Ariza-León, E., Mejía-Ospino, E., & Rojas-Plata, J. (2024). Design and evaluation of a nanofluid containing magnetite and graphene oxide nanocomposites to prevent asphaltenes precipitation in porous media. *CT&F - Ciencia, Tecnología y Futuro*, 14(2), 79–91. <https://doi.org/10.29047/01225383.694>

Cui, G., Lu, Y., Zhou, W., Lv, X., Hu, J., Zhang, G., & Gu, G. (2019). Excellent Microwave Absorption Properties Derived from the Synthesis of Hollow Fe₃O₄@Reduced Graphite Oxide (RGO) Nanocomposites. *Nanomaterials 2019, Vol. 9, Page 141, 9(2)*, 141. <https://doi.org/10.3390/NANO9020141>

Delgadillo, C., Espinosa, C., Díaz, V., Ruiz, M., & Manrique, E. (2020). New chemical recovery technologies and their applicability in Colombian fields. *Fuentes El Reventon Energetico*, 18(2), 9–24. <https://doi.org/10.18273/REVFUE.V18N2-2020001>

Dreyer, D. R., Park, S., Bielawski, C. W., & Ruoff, R. S. (2009a). The chemistry of graphene oxide. *Chemical Society Reviews*, 39(1), 228–240. <https://doi.org/10.1039/B917103G>

Dreyer, D. R., Park, S., Bielawski, C. W., & Ruoff, R. S. (2009b). The chemistry of graphene oxide. *Chemical Society Reviews*, 39(1), 228–240. <https://doi.org/10.1039/B917103G>

ecopetrol. (2025). *INFORMACION-ECP-PUBLICA*.

Fan, X., Jiao, Y., Shang, H., Li, J., & Duan, A. (2023). Effect of microwave electric field on asphaltene aggregation in a heavy oil system: MD and DFT investigation. *Journal of Molecular Liquids*, 372, 121212. <https://doi.org/10.1016/J.MOLLIQ.2023.121212>

Farajzadeh, R., Wassing, B. L., & Lake, L. W. (2019). Insights into design of mobility control for chemical enhanced oil recovery. *Energy Reports*, 5, 570–578. <https://doi.org/10.1016/J.EGYR.2019.05.001>

Fisher Scientific, T. (n.d.). *PRODUCT SPECIFICATIONS The HAAKE Falling Ball Viscometer Type C*.

Garcia, W. J. S., Salles, T. R., Bruckmann, F. S., Sulzenco, J. B., Rhoden, C. R. B., & Harres, A. (2022). Magnetic Properties of Graphene Oxide Decorated with Magnetite Nanoparticles. *SSRN Electronic Journal*. <https://doi.org/10.2139/SSRN.4241871>

Ghannam, M. T., Hasan, S. W., Abu-Jdayil, B., & Esmail, N. (2012). Rheological properties of heavy & light crude oil mixtures for improving flowability. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 81, 122–128. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2011.12.024>

Gharbi, K., Benyounes, K., & Khodja, M. (2017). Removal and prevention of asphaltene deposition during oil production: A literature review. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 158, 351–360. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2017.08.062>

Gómez Robayo, I. D. (2019). *Síntesis de compositos magnéticos a base de óxido de grafeno y grafeno químicamente reducido funcionalizados con nanopartículas de magnetita y su aplicación en la remoción de colorantes orgánicos y metales tóxicos disueltos en agua*. Universidad Industrial de Santander. <https://noesis.uis.edu.co/handle/20.500.14071/12773>

Gonzalez, S. (2006). REGIONAL DEVELOPMENT IN SPAIN SINCE 1986: BETWEEN EUROPEANISATION AND DECENTRALISATION. *Regions Magazine*, 262(1), 12–13. <https://doi.org/10.1080/780346487>

Guerrero-Martin, C. A., Montes-Pinzon, D., Meneses Motta da Silva, M., Montes-Paez, E., Guerrero-Martin, L. E., Salinas-Silva, R., Camacho-Galindo, S., Fernandes Lucas, E., & Szklo, A. (2023). Asphaltene Precipitation/Deposition Estimation and Inhibition through Nanotechnology: A Comprehensive Review. *Energies*, 16(13). <https://doi.org/10.3390/EN16134859>

Guide for the Use of the Joint API and ASTM Adjunct for Temperature and Pressure Volume Correction Factors for Generalized Crude Oils, Refined Products, and Lubricating Oils: API MPMS Chapter 11.1. (2025). <https://doi.org/10.1520/D1250-25>

Harres, A., Garcia, W. J. S., Salles, T. R., Bruckmann, F. S., Sulzenco, J. B., Schneider, A. D., & Rhoden, C. R. B. (2023). Magnetic properties of graphene oxide decorated with magnetite nanoparticles. *Diamond and Related Materials*, 138, 110238. <https://doi.org/10.1016/J.DIAMOND.2023.110238>

Hasan, S. W., Ghannam, M. T., & Esmail, N. (2010). Heavy crude oil viscosity reduction and rheology for pipeline transportation. *Fuel*, 89(5), 1095–1100. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2009.12.021>

Hong, R. Y., Pan, T. T., & Li, H. Z. (2006). Microwave synthesis of magnetic Fe₃O₄ nanoparticles used as a precursor of nanocomposites and ferrofluids. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 303(1), 60–68. <https://doi.org/10.1016/J.JMMM.2005.10.230>

Hu, C., Mou, Z., Lu, G., Chen, N., Dong, Z., Hu, M., & Qu, L. (2013). 3D graphene–Fe₃O₄ nanocomposites with high-performance microwave absorption. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 15(31), 13038–13043. <https://doi.org/10.1039/C3CP51253C>

Hummers, W. S., & Offeman, R. E. (2002a). Preparation of Graphitic Oxide. *Journal of the American Chemical Society*, 80(6), 1339. <https://doi.org/10.1021/JA01539A017>

Hummers, W. S., & Offeman, R. E. (2002b). Preparation of Graphitic Oxide. *Journal of the American Chemical Society*, 80(6), 1339. <https://doi.org/10.1021/JA01539A017>

Jang, H., & Lee, J. (2023). Enhancing Oil Recovery and Altering Wettability in Carbonate Reservoir Rocks through (3-Glycidoxypropyl)trimethoxysilane–SiO₂ Nanofluid Injection. *Applied Sciences (Switzerland)*, 13(19). <https://doi.org/10.3390/APP131911105>

Jang, H., Lee, W., & Lee, J. (2018). Nanoparticle dispersion with surface-modified silica nanoparticles and its effect on the wettability alteration of carbonate rocks. *Colloids Surf A*, 554, 261–271. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2018.06.045>

Kandiel, Y. E., Attia, G. M., Metwalli, F. I., Khalaf, R. E., & Mahmoud, O. (2025). Nanoparticles in enhanced oil recovery: state-of-the-art review. *Journal of Petroleum Exploration and Production Technology* 2025 15:4, 15(4), 66-. <https://doi.org/10.1007/S13202-025-01965-1>

Kang, J.-B., Li, H.-Y., Zhang, C.-Y., Xie, Y.-W., Su, Y., Yang, Z.-M., Su, H., & Zhang, J.-J. (2025). Electrorheological effect enhancement of waxy crude oil with graphene

nanoparticles and its mechanism. *Petroleum Science*.

<https://doi.org/10.1016/J.PETSCI.2025.10.017>

Karimov, D., & Toktarbay, Z. (2024). Enhanced Oil Recovery: Techniques, Strategies, and Advances. *ES Materials and Manufacturing*, 23.

<https://doi.org/10.30919/ESMM1005>

Khalil, M. I. (2015). Co-precipitation in aqueous solution synthesis of magnetite nanoparticles using iron(III) salts as precursors. *Arabian Journal of Chemistry*, 8(2), 279–284. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2015.02.008>

Kolhatkar, A. G., Chen, Y.-T., Chinwangso, P., Nekrashevich, I., Dannangoda, G. C., Singh, A., Jamison, A. C., Zenasni, O., Rusakova, I. A., Martirosyan, K. S., Litvinov, D., Xu, S., Willson, R. C., & Randall Lee, T. (2021). Fe₃O₄ Nanoparticles: Structures, Synthesis, Magnetic Properties, Surface Functionalization, and Emerging Applications. *Applied Sciences 2021, Vol. 11, Page 11301, 11(23)*, 11301. <https://doi.org/10.3390/APP112311301>

Konoplev, Yu. P., & Gerasimov, I. V. (2017). 80 years of oil production on the Yaregskoye field of high-viscosity oil. *Neftyanoe Khozyaystvo - Oil Industry*, (7), 30–32. <https://doi.org/10.24887/0028-2448-2017-7-30-32>

León, P. A., Ortíz, A. F., Gómez-Delgado, J., Barrera, D., Tapias, F., Santos, N., & Mejía-Ospino, E. (2025). Numerical Modeling and Multiscale Evaluation of Fe₃O₄–Graphene Oxide Nanofluids in Electromagnetic Heating for Colombian Heavy Oil Recovery. *Energies*, 18(22), 5868. <https://doi.org/10.3390/EN18225868>

Lerf, A., He, H., Forster, M., & Klinowski, J. (1998). Structure of Graphite Oxide Revisited. *Journal of Physical Chemistry B*, 102(23), 4477–4482. <https://doi.org/10.1021/JP9731821>

Li, Y., Duan, Y., & Wang, C. (2020). Enhanced Microwave Absorption and Electromagnetic Properties of Si-Modified rGO@Fe₃O₄/PVDF-co-HFP Composites. *Materials* 2020, Vol. 13, Page 933, 13(4), 933. <https://doi.org/10.3390/MA13040933>

Liu, M., Ye, Y., Ye, J., Gao, T., Wang, D., Chen, G., & Song, Z. (2023). Recent Advances of Magnetite (Fe₃O₄)-Based Magnetic Materials in Catalytic Applications. *Magnetochemistry* 2023, Vol. 9, Page 110, 9(4), 110. <https://doi.org/10.3390/MAGNETOCHEMISTRY9040110>

Lu, A. H., Salabas, E. L., & Schüth, F. (2007). Magnetic nanoparticles: Synthesis, protection, functionalization, and application. *Angewandte Chemie - International Edition*, 46(8), 1222–1244. <https://doi.org/10.1002/ANIE.200602866>

Mai, A., & Kantzas, A. (2009). Heavy oil waterflooding: Effects of flow rate and oil viscosity. *Journal of Canadian Petroleum Technology*, 48(3), 42–51. <https://doi.org/10.2118/09-03-42>

Marcano, D. C., Kosynkin, D. V., Berlin, J. M., Sinitskii, A., Sun, Z., Slesarev, A., Alemany, L. B., Lu, W., & Tour, J. M. (2010). Improved Synthesis of Graphene Oxide. *ACS Nano*, 4(8), 4806–4814. <https://doi.org/10.1021/NN1006368>

Martins, C., Rolo, C., Cacho, V. R. G., Pereira, L. C. J., Borges, J. P., Silva, J. C., Vieira, T., & Soares, P. I. P. (2025). Enhancing the magnetic properties of superparamagnetic iron oxide nanoparticles using hydrothermal treatment for magnetic hyperthermia application. *Materials Advances*, 6(5), 1726–1743. <https://doi.org/10.1039/D4MA01120A>

Masrour, R., Hlil, E. K., Hamedoun, M., Benyoussef, A., Mounkachi, O., & El Moussaoui, H. (2015). Electronic and magnetic structures of Fe₃O₄ ferrimagnetic investigated by first principle, mean field and series expansions calculations. *Journal of*

Magnetism and Magnetic Materials, 378, 37–40.

<https://doi.org/10.1016/J.JMMM.2014.10.135>

Medición de la gravedad API para la norma ASTM D-1250. (n.d.). Retrieved January 9, 2026, from <https://rudolphresearch.com/es/application-density-meter-petroleum/>

Mohammed, I., Mahmoud, M., Al Shehri, D., El-Husseiny, A., & Alade, O. (2021). Asphaltene precipitation and deposition: A critical review. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 197. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2020.107956>

Muthukumar, T., & Philip, J. (2024). A review on synthesis, capping and applications of superparamagnetic magnetic nanoparticles. *Advances in Colloid and Interface Science*, 334, 103314. <https://doi.org/10.1016/J.CIS.2024.103314>

Nwufoh, P., Hu, Z., Wen, D., & Mi, W. (2019). Nanoparticle assisted EOR during sand-pack flooding: Electrical tomography to assess flow dynamics and oil recovery. *Sensors (Switzerland)*, 19(14). <https://doi.org/10.3390/S19143036>

Ogolo, N. A., Olafuyi, O. A., & Onyekonwu, M. O. (2012). Enhanced oil recovery using nanoparticles. *Society of Petroleum Engineers - SPE Saudi Arabia Section Technical Symposium and Exhibition 2012*, 276–284. <https://doi.org/10.2118/160847-MS>

Okassa, F., Godi, A., De Simoni, M., Matteo, M., Misenta, M., & Maddinelli, G. (2010). A non conventional EOR technology using RF/MW heating coupled with a new patented well/reservoir interface. *Proceedings - SPE Annual Technical Conference and Exhibition*, 3, 2198–2208. <https://doi.org/10.2118/134324-MS>

Optimización de nanopartículas de carbón activado para la recuperación de petróleo pesado asistida por microondas: Efectos de la salinidad y la concentración de nanopartículas

[v1] | *Preprints.org*. (n.d.). Retrieved January 9, 2026, from https://www.preprints.org/manuscript/202411.1908?utm_source=chatgpt.com

Oscar Baigorria. (n.d.). *Proyecto Integrador Profesional ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO REOLÓGICO DE CRUDOS PESADOS Y SU VINCULACIÓN CON LA PRESENCIA DE ASFALTENOS*.

Othman, H. A., & Soliman, M. Y. (2017). Combining microwave and activated carbon for oilfield applications: Thermal-electromagnetic analysis of activated carbon. *Society of Petroleum Engineers - SPE Kingdom of Saudi Arabia Annual Technical Symposium and Exhibition 2017*, 31–47. <https://doi.org/10.2118/188130-MS>

Pérez-Rodríguez, E. M., Gutierrez-Niño, N., Santos-Santos, N., Cabanzo-Hernandez, R., & Mejia-Ospino, E. (2024). Synthesis and characterization of magnetic graphene oxide: nanomaterial to reduce heavy oil viscosity. *Emergent Materials 2024 7:5*, 7(5), 1953–1960. <https://doi.org/10.1007/S42247-024-00642-Z>

Pu, W., He, M., Yang, X., Liu, R., & Shen, C. (2022). Experimental study on the key influencing factors of phase inversion and stability of heavy oil emulsion: Asphaltene, resin and petroleum acid. *Fuel*, 311. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2021.122631>

Roa Ardila, M., Gómez, I., Mejia, E., & Correa, R. (2020). Interacción con microondas de las nanopartículas magnéticas y óxido de grafeno magnético y sus aplicaciones como susceptores en el calentamiento electromagnético de crudo pesado. *Investigación e Innovación En Ingenierías*, 8(2), 184–198. <https://doi.org/10.17081/invinno.8.2.3770>

Seidy-Esfahlan, M., Tabatabaei-Nezhad, S. A., & Khodapanah, E. (2024). Comprehensive review of enhanced oil recovery strategies for heavy oil and bitumen

reservoirs in various countries: Global perspectives, challenges, and solutions. *Heliyon*, 10(18), e37826. <https://doi.org/10.1016/J.HELIYON.2024.E37826>

Sezer, N., Arı, İ., Biçer, Y., & Koç, M. (2021). Superparamagnetic nanoarchitectures: Multimodal functionalities and applications. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 538, 168300. <https://doi.org/10.1016/J.JMMM.2021.168300>

Shamsi Armandi, H., Jafari, A., & Gharibshahi, R. (2021a). Nanoparticles assisted microwave radiation: Fluid-rock interactions in oil reservoirs. *Petroleum Science*, 18(6), 1797–1812. <https://doi.org/10.1016/J.PETSCI.2021.09.002>

Shamsi Armandi, H., Jafari, A., & Gharibshahi, R. (2021b). Nanoparticles assisted microwave radiation: Fluid-rock interactions in oil reservoirs. *Petroleum Science*, 18(6), 1797–1812. <https://doi.org/10.1016/J.PETSCI.2021.09.002>

Shang, H., Yue, Y., Zhang, J., Wang, J., Shi, Q., Zhang, W., Liu, L., & Omar, S. (2018a). Effect of microwave irradiation on the viscosity of crude oil: A view at the molecular level. *Fuel Processing Technology*, 170, 44–52. <https://doi.org/10.1016/J.FUPROC.2017.10.021>

Shang, H., Yue, Y., Zhang, J., Wang, J., Shi, Q., Zhang, W., Liu, L., & Omar, S. (2018b). Effect of microwave irradiation on the viscosity of crude oil: A view at the molecular level. *Fuel Processing Technology*, 170, 44–52. <https://doi.org/10.1016/J.FUPROC.2017.10.021>

Shukla, V. (2019). Review of electromagnetic interference shielding materials fabricated by iron ingredients. *Nanoscale Advances*, 1(5), 1640–1671. <https://doi.org/10.1039/C9NA00108E>

Song, C., & Elsworth, D. (2020). Microbially Induced Calcium Carbonate Plugging for Enhanced Oil Recovery. *Geofluids*, 2020. <https://doi.org/10.1155/2020/5921789>

Sun, X., Zhang, Y., Chen, G., & Gai, Z. (2017). Application of nanoparticles in enhanced oil recovery: A critical review of recent progress. *Energies*, 10(3). <https://doi.org/10.3390/EN10030345>

Syahputra, I., Darvina, Y., Ratnawulan, R., & Hidayat, R. (2024). Microwave Absorption Properties of Fe₃O₄/Graphene Oxide Nanocomposites Synthesized from Coconut Shell Waste. *Journal of Experimental and Applied Physics*, 2(3), 50. <https://doi.org/10.24036/JEAP.V2I3.69>

Taheri-Shakib, J., Shekarifard, A., & Naderi, H. (2017). The experimental study of effect of microwave heating time on the heavy oil properties: Prospects for heavy oil upgrading. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 128, 176–186. <https://doi.org/10.1016/J.JAAP.2017.10.012>

Thancy Minotta Perea, J., Javier Ramírez Bayona, A., & John Jairo Rodríguez Molina, C. (2022). *Evaluación del cambio de la mojabilidad de la roca mediante el uso de nanopartículas de óxido de grafeno en presencia de un surfactante comercial y fluidos de formación de un campo colombiano*. Universidad Industrial de Santander. <https://noesis.uis.edu.co/handle/20.500.14071/11888>

Torkaman, P., Karimzadeh, R., & Jafari, A. (2023). Assessment of the synthesis method of Fe₃O₄ nanocatalysts and its effectiveness in viscosity reduction and heavy oil upgrading. *Scientific Reports* 2023 13:1, 13(1), 18151-. <https://doi.org/10.1038/s41598-023-41441-6>

Vargas-Solano, E. M., & Abril Valencia, D. F. (2008). *Diseño, construcción y validación de un viscosímetro de caída de bola para medir viscosidades dinámicas de productos líquidos alimenticios*. Revista de alimentos hoy - Asociación Colombiana de ciencia y tecnología de alimentos. <https://hdl.handle.net/20.500.12010/12651>

Wang, N. (2020). *SPE-201365-MS Microfluidic and Numerical Investigation of Trapped Oil Mobilization with Hydrophilic Magnetic Nanoparticles*. <http://onepetro.org/SPEATCE/proceedings-pdf/20ATCE/3-20ATCE/D031S029R008/2370578/spe-201365-ms.pdf/1>

Yan, D., Yin, K., He, Y., Liu, Y., Wang, L., Deng, Q., He, J., Awan, S. U., & Khalil, A. S. G. (2024). Recent advances in functional micro/nanomaterials for removal of crude oil via thermal effects. *Nanoscale*, *16*(15), 7341–7362. <https://doi.org/10.1039/D4NR00501E>

Yusuff, A. O., Yahya, N., Zakariya, M. A., & Sikiru, S. (2021). Investigations of graphene impact on oil mobility and physicochemical interaction with sandstone surface. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, *198*, 108250. <https://doi.org/10.1016/J.PETROL.2020.108250>

Zhou, X., Zeng, F., Zhang, L., & Wang, H. (2016). Foamy oil flow in heavy oil-solvent systems tested by pressure depletion in a sandpack. *Fuel*, *171*, 210–223. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2015.12.070>

Zhu, Y., Murali, S., Cai, W., Li, X., Suk, J. W., Potts, J. R., & Ruoff, R. S. (2010). Graphene and Graphene Oxide: Synthesis, Properties, and Applications. *Advanced Materials*, *22*(35), 3906–3924. <https://doi.org/10.1002/ADMA.201001068>

Anexo 1. Desplazamiento en roca de nanofluido

Objetivo: Evaluar el comportamiento del nanofluido en medio poroso, mediante pruebas de coreflooding, utilizando muestras de roca de yacimiento, para determinar el rango de saturaciones de fluidos (S_{wirr} , S_{or}), los cambios de permeabilidad y la retención de Nps.

1.1 Materiales:

1.1.1 Nanofluido magnético.

El nanofluido magnético empleado tiene una concentración de 500 ppm de GO@ Fe₃O₄ y sus características medidas se observan en la *Tabla 34*.

Tabla 34

Características nanofluido magnético



Propiedad	Valor
Conductividad [ms/cm]	54,62
Resistividad [$\Omega \cdot \text{cm}$]	18
Sólidos totales disueltos [g/l]	27,31
Salinidad [PSU]	36,11
Temperatura [°C]	28,39
pH	7,74

1.1.2 Salmuera.

Para la saturación inicial de la muestra de roca y el posterior desplazamiento del nanofluido, se empleó una salmuera sintética preparada con base en la composición química del agua de formación del yacimiento principal del campo Jamin que se observa en la *Tabla 35*. El uso de una salmuera representativa del yacimiento permite reproducir de manera más realista las propiedades fisicoquímicas de la salmuera preparada se observan en la *Tabla 36*.

Tabla 35*Análisis Fisicoquímico del agua de formación campo Jazmín*

Na ⁺	K ⁺	Ca ⁺⁺	Mg ⁺⁺	Ba ⁺⁺	Sr ⁺⁺	Fe ⁺⁺	Cl ⁻	So ₄ ⁻	Co ₃ ⁻	Hco ₃ ⁻
7250	142	5122	683	32,3	17.1	8.07	22243	5	169	206,18

*[ppm]

Tabla 36*Propiedades fisicoquímicas de la salmuera*

Propiedad	Valor
Conductividad [ms/cm]	54,83
Resistividad [$\Omega \cdot \text{cm}$]	18
Sólidos totales disueltos [g/l]	27,42
Salinidad [PSU]	36,25
Temperatura [°C]	27,62
pH	7,34

1.1.3 Muestra de roca Berea.

Para la realización de las pruebas de coreflooding, se utilizó una muestra de roca estándar tipo Berea, seleccionada por su homogeneidad y por ser ampliamente empleada como material de referencia en estudios de desplazamiento de fluidos en medio poroso. Los resultados de las propiedades petrofísicas se observan en la **Tabla 37** y la caracterización mineralógica mediante DRX de la muestra se presentan en la **Tabla 38**.

Previo a la ejecución de los análisis petrofísicos y de desplazamiento, la muestra de roca fue sometida a un proceso de limpieza tipo Soxhlet, utilizando tolueno y metanol, con el fin de remover residuos de hidrocarburos y sales presentes en los poros. Posteriormente, la muestra fue secada por método convencional durante 24 horas, garantizando la eliminación completa de fluidos

antes de la etapa de saturación. Este procedimiento permitió asegurar condiciones iniciales controladas y reproducibles para la evaluación del comportamiento del nanofluido magnético durante las pruebas de desplazamiento en medio poroso.

Tabla 37*Propiedades petrofísicas Roca Desplazamiento*

Propiedad	Valor
Tipo	Berea
Identificación	B4-2b
Longitud (cm)	3,9980
Diámetro (cm)	3,7800
Peso (g)	91,5040
Área (cm ²)	11,2221
Volumen poroso (mL)	17.984
Porosidad (%)	22,33
Permeabilidad (mD)	959,7

Tabla 38*DRX Roca desplazamiento*

Nombre	Cuantitativo
Bulk	
Cuarzo	57.59%
Microlina	17.30%
Albita	4.59%
Arcillas	
Caolinita 1 A	14.47%
Moscovita 2 M1	3.97%
Nacrita	1.48%
Annita 1 M	< 1%

1.1.4 Equipo de desplazamiento.

Para la realización de las pruebas de desplazamiento de fluidos (coreflooding), se utilizó un equipo de medición de permeabilidad relativa marca Vinci Technologies como se observa en la *Figura 50*, diseñado para la ejecución de ensayos en corazón de roca con el fin de determinar permeabilidades relativas y evaluar el daño a la formación bajo condiciones controladas de laboratorio. Este sistema permite simular el flujo de distintos fluidos a través del medio poroso y analizar su efecto sobre la permeabilidad de retorno del yacimiento, posibilitando la evaluación del impacto de fluidos de fracturamiento, ácidos, lodos de perforación, fluidos de control y modificadores de permeabilidad relativa. En este estudio, el equipo fue empleado para evaluar el comportamiento del nanofluido magnético durante su desplazamiento en la muestra de roca Berea, así como los cambios en la permeabilidad y el potencial daño a la formación.

Figura 50

Sistema de permeabilidad relativa de Vinci Technologies



1.2 Metodología.

Con el fin de determinar la adsorción de material ferromagnético en la roca, se realizó el muestreo sistemático de los efluentes producidos durante las pruebas de desplazamiento como se

observa en la *Figura 51* se recolectaron muestras del efluente por cada volumen poroso producido, las cuales fueron utilizadas para la cuantificación de hierro y la medición de pH. Las primeras tres (3). muestras de efluente se midieron con el propósito de establecer la curva base de concentración de hierro. Posteriormente, en la etapa de desplazamiento, se recolectaron cincuenta (48). muestras de efluente en viales de 18 cc, correspondientes a cada volumen poroso de fluido producido. La concentración de hierro en las muestras fue determinada mediante un espectrofotómetro de absorción atómica utilizando lámpara específica para Fe. Previo al análisis de los efluentes, se prepararon soluciones estándar en un rango de 0 a 200 ppm, a partir de las cuales se midió la absorbancia para la construcción de la curva de calibración empleada en la cuantificación de hierro.

Las pruebas de desplazamiento se llevaron a cabo bajo condiciones controladas de laboratorio, establecidas con el fin de simular el entorno del yacimiento. La temperatura de operación fue fijada en 120 °F, mientras que la presión de poro (BPR). se mantuvo constante en 500 psi. Adicionalmente, la presión de confinamiento aplicada a la muestra de roca fue de 1500 psi, garantizando la integridad mecánica del corazón y evitando el bypass de fluidos durante el desplazamiento. La inyección de fluidos se realizó a caudales constantes de 0,5 ml/min y 1,0 ml/min, permitiendo evaluar el comportamiento del nanofluido y los cambios de permeabilidad bajo diferentes condiciones de flujo.

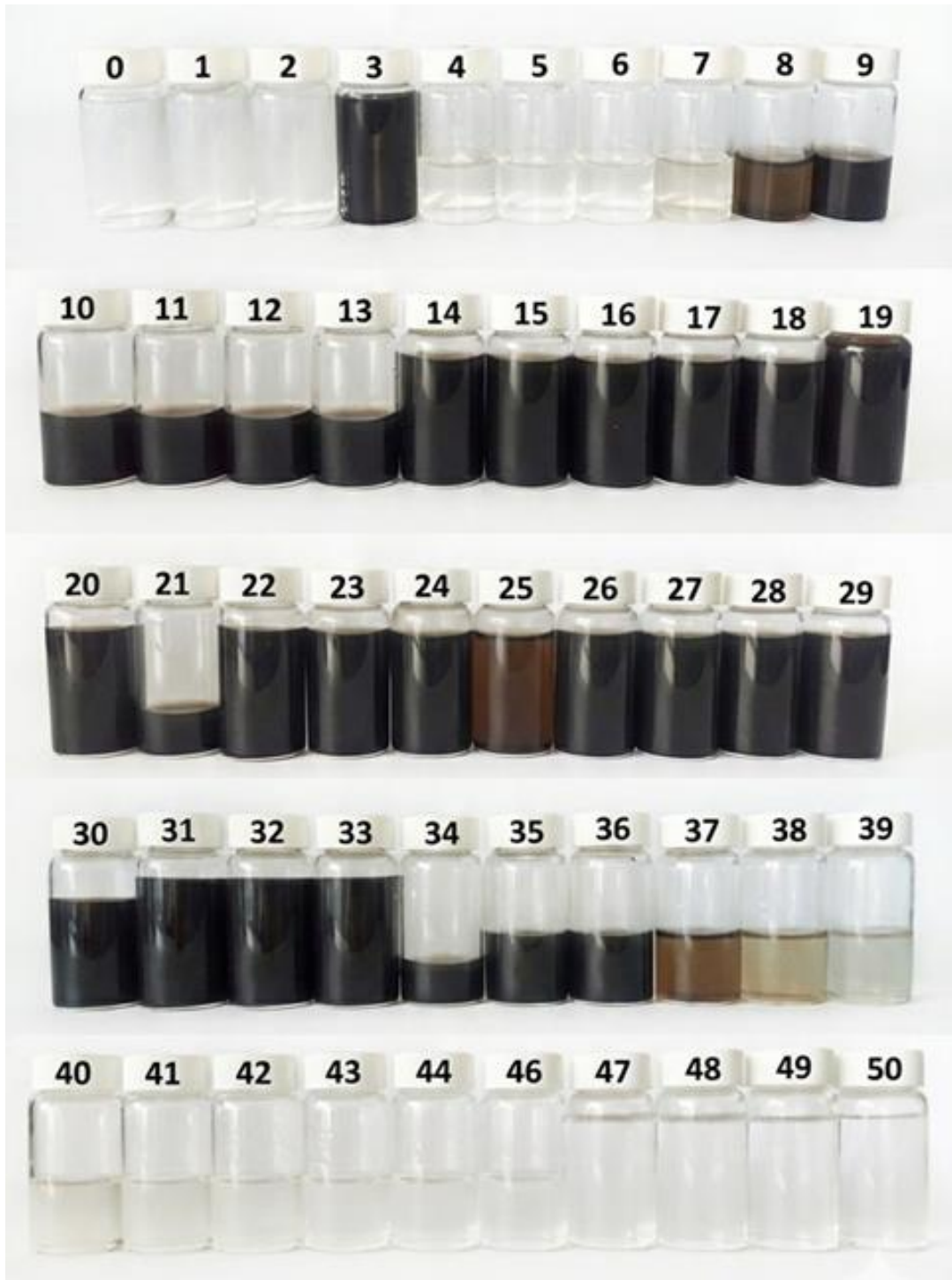
1.3 Resultados.

Con base en la metodología descrita para el muestreo y análisis de los efluentes producidos durante las pruebas de desplazamiento, a continuación, se presentan los resultados experimentales obtenidos del ensayo de coreflooding, los cuales permiten evaluar la adsorción y retención de material ferromagnético, así como su impacto sobre el comportamiento hidráulico del medio

poroso. En la *Figura 51* se muestran los efluentes recolectados durante la prueba de desplazamiento, evidenciando los cambios asociados a las distintas etapas de inyección, mientras que la **Figura 52** ilustra la evolución del contenido de hierro (Fe). en los efluentes en función del volumen poroso inyectado. Adicionalmente, la *Figura 53* resume el comportamiento de la permeabilidad, la caída de presión (ΔP) y la tasa de inyección a lo largo de la prueba, permitiendo analizar posibles efectos de daño o mejora de la formación. Finalmente, se presenta un resumen integral de los resultados del coreflooding, en el que se incluyen la permeabilidad, así como las saturaciones irreducibles de agua (S_{wirr}) y residuales de aceite (S_{or}) para los diferentes fluidos inyectados, proporcionando una visión global del desempeño del nanofluido magnético durante su interacción con el sistema roca–fluido.

Figura 51

Efluentes resultantes prueba desplazamiento.



# Muestra	Tiempo de recolección (min)	Tasa de inyección
0		
1		
2		
3		
4	18	0,5
5	18	0,5
6	18	0,5
7	18	0,5
8	18	0,5
9	18	0,5
10	18	0,5
11	18	0,5
12	18	0,5
13	18	0,5
14	36	0,5
15	36	0,5
16	36	0,5
17	36	0,5
18	36	0,5
19	40	0,5
20	36	0,5
21	12	0,5
22	18	1
23	18	1
24	18	1
25	946	0,019027484
26	18	1
27	18	1
28	18	1
29	18	1
30	18	1
31	18	1
32	18	1
33	18	1
34	7	1
35	9	1
36	9	1
37	9	1
38	9	1
39	9	1
40	9	1

41	9	1
42	9	1
43	9	1
44	9	1
45	18	1
46	18	1
47	18	1
48	18	1
49	18	1
50	18	1
51	18	1
52	18	1
53	18	1
54	18	1
55	18	1

Figura 52

Contenido de hierro (Fe) en los efluentes

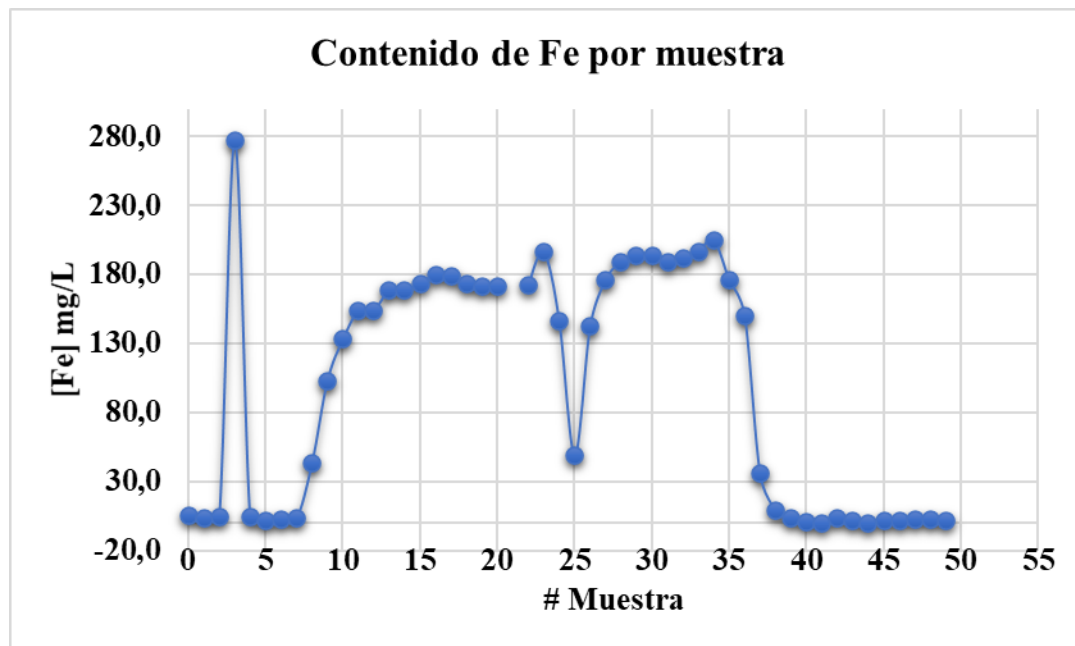
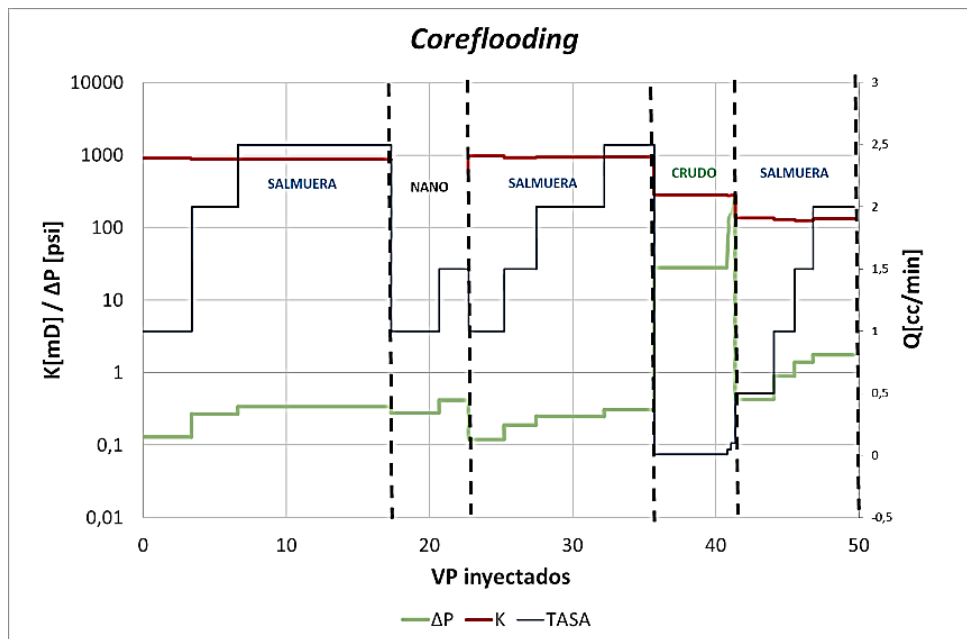
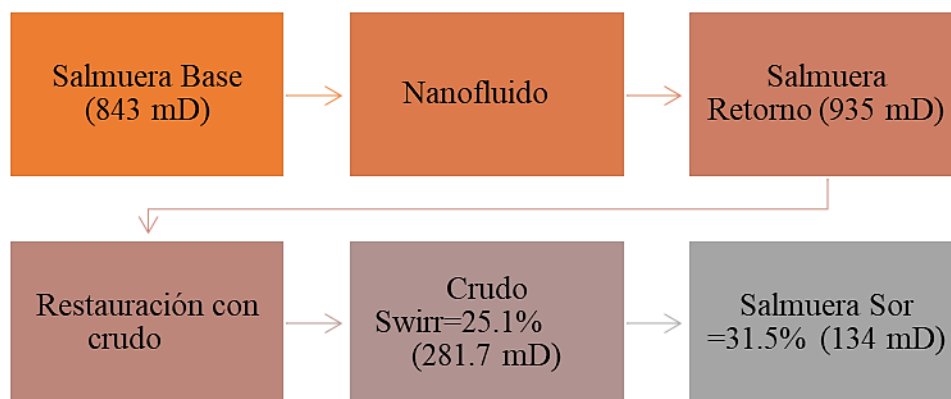


Figura 53

Comportamiento de la permeabilidad, caída de presión (ΔP), y tasa de inyección en función de los volúmenes porosos inyectados durante la prueba de coreflooding.

**Figura 54**

Resumen de resultados del coreflooding: permeabilidad, saturaciones irreducibles y residuales para los diferentes fluidos inyectados.



La retención de material ferromagnético en la muestra de roca fue determinada a partir del balance de masas de hierro entre el fluido inyectado y el fluido producido durante la prueba de coreflooding así:

$$\text{Masa retenida} = \text{masa inyectada} - \text{masa producida}$$

La masa total de hierro inyectada con el nanofluido magnético fue de 266.806 mg, mientras que la masa total recuperada en los efluentes correspondió a 159.201 mg. A partir de estos valores, se calculó una masa retenida de 107.605 mg de Fe, la cual se asocia a procesos de adsorción y atrapamiento de las Nps en el medio poroso.

Este nivel de retención confirma la interacción del nanofluido magnético con la superficie de la roca Berea, sin que ello haya generado un daño significativo a la permeabilidad del sistema, como se evidenció en el incremento de la permeabilidad de retorno respecto al valor de referencia. La retención parcial del material ferromagnético sugiere la existencia de mecanismos favorables como la adsorción superficial y la posible modificación de la mojabilidad, los cuales pueden contribuir al desempeño del nanofluido en aplicaciones de recuperación mejorada.

Los resultados de la prueba de desplazamiento en roca evidencian el comportamiento del nanofluido magnético durante su flujo en medio poroso, así como su impacto sobre la permeabilidad y las saturaciones de los fluidos. Inicialmente, durante la inyección de salmuera de referencia, se obtuvo una permeabilidad absoluta de 843 mD, la cual se tomó como valor base para la evaluación de posibles efectos asociados a la inyección posterior del nanofluido.

La inyección del nanofluido magnético no ocasionó una disminución significativa de la permeabilidad del sistema. Por el contrario, durante la etapa de retorno con salmuera se registró una permeabilidad de 935 mD, superior al valor inicial, lo cual indica que no se presentó daño a la formación como se observa en la *Figura 54*. Este comportamiento sugiere una posible redistribución de partículas finas o una modificación de la mojabilidad del medio poroso inducida por el nanofluido, y es consistente con una adecuada estabilidad del sistema bajo las condiciones de presión, temperatura y salinidad.

En la *Figura 52* se presenta el resultado del contenido de hierro en los efluentes el cual muestra un incremento significativo durante la etapa de inyección del nanofluido, con concentraciones que se estabilizan en un rango aproximado de 160 a 200 mg/L. Posteriormente, durante el desplazamiento con salmuera, se observa una disminución progresiva de la concentración de hierro hasta valores cercanos a cero. Este comportamiento indica que una fracción del material ferromagnético fue producida en los efluentes, mientras que otra fracción fue retenida o adsorbida en la roca. La ausencia de hierro en las muestras finales sugiere que el sistema alcanza un estado de equilibrio, en el cual ya no se presenta arrastre significativo de Nps.

En cuanto a las saturaciones, se determinó una saturación irreducible de agua (S_{wirr}) de 25,1 % durante la etapa de restauración con crudo, valor característico de una roca tipo Berea con mojabilidad preferencial al agua. Posteriormente, durante el desplazamiento con salmuera, se obtuvo una saturación residual de aceite (S_{or}) de 31,5 %, asociada a una permeabilidad efectiva de 134 mD. Estos resultados reflejan una adecuada capacidad de desplazamiento del sistema.

Finalmente, la permeabilidad, la caída de presión y la producción de hierro sugiere que el nanofluido magnético presenta una interacción controlada con el medio poroso, logrando una retención parcial de material ferromagnético sin generar taponamiento significativo ni daño permanente a la formación. En general, los resultados demuestran la viabilidad del nanofluido magnético para su aplicación en procesos de desplazamiento en roca, destacando su estabilidad y su potencial para modificar las propiedades del sistema roca-fluido sin comprometer la permeabilidad del yacimiento.