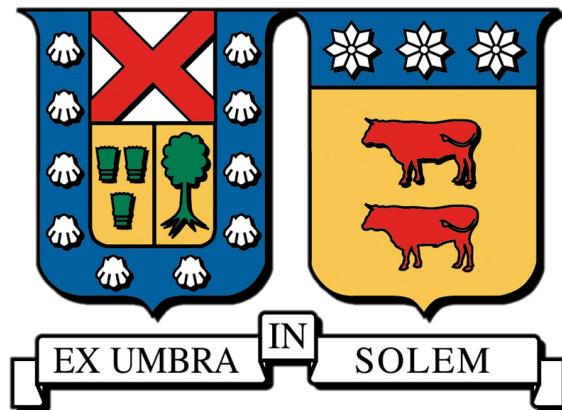




“Estudio de las propiedades dieléctricas y estabilidad coloidal de nanofluidos Aceite/ CoMn_2O_4 preparados mediante un método Two-step modificado”

Valentina Belén Gatica Ibarra

MEMORIA DE TITULACIÓN PARA OPTAR AL TÍTULO DE
INGENIERO CIVIL ELECTRICISTA

Profesor Guía:

Dr. Leonardo Alfredo Vivas

Co-referente:

Dr. Jorge Ardila Rey



CONSTANCIA DE VALIDACIÓN Y CONFIDENCIALIDAD DE MONOGRAFÍA A REPOSITORIO ACADÉMICO

1.- IDENTIFICACIÓN DEL TRABAJO ACADÉMICO

Tipo de monografía (marcar una opción): ☒ Memoria o trabajo de título ☐ Tesis de Postgrado

Título del trabajo: Estudio de las propiedades dieléctricas y estabilidad Coloidal de nanofluidos Aceite/ $CoMn_2O_4$ preparados mediante un método Two-step modificado.

Nombre del candidato(a): Valentina Belén Gatica Ibarra.

Carrera / Grado: Ingeniería Civil Eléctrica.

Campus: San Joaquín – CSSJ.

Departamento: Ingeniería Eléctrica.

2.- VALIDACIÓN DEL PROFESOR GUÍA/DIRECTOR DE TESIS

Yo, _____ Leonardo Vivas _____, en mi calidad de profesor(a) guía/director(a) del trabajo académico mencionado anteriormente **DEJO CONSTANCIA** que:

- He revisado esta versión del documento y corresponde a la versión final aprobada del trabajo.
- El trabajo cumple con los requisitos académicos y de formato establecidos por la institución.

3.- EVALUACIÓN DE CONFIDENCIALIDAD POR PROPIEDAD INDUSTRIAL (marcar una opción)

☒ El trabajo **NO contiene** información que amerite confidencialidad y puede ser publicado de inmediato en repositorio con acceso abierto.

☐ El trabajo **CONTIENE** información con potenciales implicancias de propiedad industrial o intelectual y requiere un periodo de confidencialidad (**embargo**) por (**marcar una opción**):

☐ 6 meses ☐ 12 meses ☐ 2 años ☐ 3 años ☐ 5 años ☐ 10 años

Fundamentación de la necesidad de confidencialidad (obligatorio si se solicita embargo):

4.- FIRMAS

Profesor(a) guía o director(a) de memoria o tesis:

Fecha: 13/08/2026

Firma:

Estudiante o Candidato(a):

Fecha: 13/08/2026

Firma:

Este formulario debe ser insertado como página 2 de la memoria o tesis, completado y firmado por estudiante y profesor(a) antes de la entrega en portal PRISMA de Biblioteca USM.

*“La única diferencia entre quien fracasa y quien tiene éxito es que este último no se
rindió.”*
— *Jack Ma*

Agradecimientos

En primer lugar, quiero agradecer profundamente a mi familia, mi mayor fuente de apoyo durante todo este largo y desafiante camino. A mi madre, especialmente, por su amor incondicional, su presencia constante en cada momento y su confianza inquebrantable. A toda mi familia, que creyó en mí y me acompañó durante estos años de carrera, brindándome su aliento, comprensión y sacrificio. Este trayecto fue difícil, lleno de obstáculos y momentos de incertidumbre, pero nunca renuncié. Fue su apoyo constante lo que me permitió seguir adelante. Sin ustedes, este logro no habría sido posible.

En segundo lugar, deseo expresar mi más sincero agradecimiento a mi profesor guía Leonardo Vivas por su disposición, compromiso y dedicación constante. Su actitud siempre positiva y su esfuerzo por apoyar este trabajo fueron fundamentales para que esta memoria pudiera desarrollarse y completarse satisfactoriamente.

Asimismo, quiero reconocer el aporte de todos los profesores que tuve a lo largo de esta carrera. A través de sus enseñanzas, orientación y experiencia, contribuyeron significativamente a mi formación académica y profesional. También agradezco a los académicos que participaron en el proceso de esta memoria, cuya disposición, orientación y enseñanzas mejoraron significativamente la calidad de este trabajo.

A mis compañeros y amigos, gracias por hacer esta travesía mucho más llevadera. Las largas jornadas de estudio, las experiencias compartidas, las risas en medio del estrés y el apoyo mutuo fueron fundamentales para avanzar en conjunto. La universidad me dio la oportunidad de conocer a personas maravillosas que se convirtieron en amistades. Sin ustedes, este camino habría sido mucho más pesado. A mi pareja, gracias por acompañarme en este proceso, por el apoyo emocional y por estar ahí para celebrar cada pequeño avance.

Finalmente, agradezco a todos aquellos que creyeron en mí durante este camino, que confiaron en mis capacidades.

Este documento es el resultado del esfuerzo constante, la dedicación y la perseverancia invertidos durante estos años de carrera. Cada desafío superado me hizo más fuerte.

Índice de Contenidos

Índice de Contenidos	I
Índice de Figuras	IV
Índice de Tablas	VII
Resumen	1
Capítulos	2
1. Introducción	2
1.1. Objetivos	4
1.1.1. Objetivo General	4
1.1.2. Objetivos específicos	4
2. Estado del arte	6
2.1. Aceite dieléctrico en transformadores	6
2.2. Nanopartículas	8
2.3. Nanofluidos eléctricos	11
2.3.1. Métodos de preparación de nanofluidos	11
2.3.2. Influencia del tamaño, concentración y morfología de nanopartículas	12
2.3.3. Estabilidad, sedimentación y aglomeración coloidal	13
2.4. Recubrimiento	14
2.5. Pruebas en nanofluidos	16
2.5.1. Evaluación de estabilidad	16
2.5.2. Tensión de impulso	19
2.5.3. Rigidez dieléctrica	23
2.5.4. Tangente delta	24
2.6. Situación actual	26
2.6.1. Líneas de investigación: tipo de nanopartícula y fluido base	27

2.6.2. Mecanismos de mejora y concentración óptima	27
2.6.3. Estabilidad coloidal, surfactantes y métodos de preparación	28
2.6.4. CoMn_2O_4	28
2.6.5. Síntesis de los vacíos y posicionamiento del trabajo	29

Capítulos 30

3. Metodología experimental	30
3.1. Síntesis de nanopartículas	30
3.2. Síntesis de nanofluido	32
3.3. Estabilidad coloidal	33
3.4. Tangente delta	36
3.5. Rigidez dieléctrica	37
3.6. Impulso tipo rayo	38

Capítulos 41

4. Análisis y resultados	42
4.1. Síntesis de nanopartículas	42
4.2. Síntesis de nanofluido	44
4.3. Estabilidad coloidal	45
4.4. Impulso tipo rayo	48
4.5. Rigidez dieléctrica	55
4.6. Tangente delta	57

Capítulos 60

5. Conclusiones	61
------------------------	-----------

Apéndices 65

A. Especificación de materiales	65
A.1. Ácido Oleico	65
B. Resultados experimentales	66
B.1. Estabilidad coloidal	66
B.2. Impulso tipo rayo	74
B.2.1. Tablas de resultados	74

B.2.2. Curvas características	81
B.2.3. Curvas características ampliadas comparadas con el impulso base . .	83
B.3. Rigidez dieléctrica	85
B.4. Tangente Delta	85
Bibliografía	93

Índice de Figuras

2.1.	Estadística de fallas en transformadores de potencia.	7
2.4.	Mecanismo de recubrimiento de una nanopartícula con ácido oleico. (a)	
	Nanopartícula recubierta por moléculas de ácido oleico. (b) Representa-	
	ción esquemática de una molécula de ácido oleico [Elaboración propia]. .	15
3.1.	Nanopartículas creadas mediante el Método I (330 mg) y el Método II	
	(650 mg) [Elaboración propia].	31
3.2.	Proceso de síntesis del nanofluido [Elaboración propia].	33
3.3.	Muestras de nanofluido almacenadas en viales de vidrio óptico previo a la	
	realización de las mediciones. [Elaboración propia]	34
3.4.	Equipo Thermo Scientific Orion AQUAfast AQ4500 [Elaboración propia].	36
3.7.	Diagrama para la generación de impulso tipo rayo [Elaboración propia]. .	41
4.1.	Micrografías TEM de las nanopartículas sintetizadas mediante el método I.	43
4.2.	Micrografías TEM de las nanopartículas sintetizadas mediante el método II.	43
4.3.	Aglomeración de partículas observada en la mezcla II tras aplicar sonica-	
	ción [Elaboración propia].	45
4.4.	Variación temporal de la turbidez relativa normalizada de los nanofluidos	
	preparados mediante los Métodos I y II [Elaboración propia].	46
4.5.	Variación temporal de la espectroscopía UV-Visible a 519nm normalizada	
	de los nanofluidos preparados mediante los Métodos I y II [Elaboración	
	propia].	48
4.6.	Valores medios de la tensión de ruptura al impulso de los nanofluidos de	
	aceite mineral con nanopartículas para distintas concentraciones, prepa-	
	rados mediante los métodos I y II. La línea representa la tensión media	
	de ruptura al impulso del aceite base [Elaboración propia].	49
4.7.	Estado del objeto de ensayo al finalizar la aplicación de los impulsos tipo	
	rayo [Elaboración propia].	51
4.8.	Curvas de impulsos para la muestra de aceite base [Elaboración propia]. .	52
4.9.	Curvas de impulsos para la muestra con concentración 0,001 % [Elabora-	
	ción propia].	52

4.10.	Curvas de impulsos para la muestra con concentración 0,003 % [Elaboración propia].	53
4.11.	Curvas de impulsos para la muestra con concentración 0,005 % [Elaboración propia].	54
4.12.	Valores medios de rigidez dieléctrica para las mezclas I y II a distintas concentraciones de nanopartículas, comparados con el aceite base [Elaboración propia].	56
4.13.	Valores del factor de disipación ($\tan \delta$) obtenidos para el aceite base y los nanofluidos preparados mediante los Métodos I y II en ambos ensayos. La línea punteada indica el valor de referencia establecido por la norma IEC 60296 [Elaboración propia].	58
4.14.	Resistividad relativa de las muestras de aceite base y nanofluidos obtenidos mediante los Métodos I y II para ambos ensayos [Elaboración propia]. . .	58
A.1.	Etiqueta del ácido oleico utilizado. [Elaboración propia]	65
B.1.	Variación de la absorbancia a 519 nm en función del tiempo de medición para los nanofluidos de aceite mineral con nanopartículas de $CoMn_2O_4$, preparados a diferentes concentraciones [Elaboración propia].	68
B.2.	Variación de la absorbancia a 906 nm en función del tiempo de medición para los nanofluidos de aceite mineral con nanopartículas de $CoMn_2O_4$, preparados a diferentes concentraciones [Elaboración propia].	69
B.3.	Variación de la turbidez promedio en función del tiempo de medición para los nanofluidos de aceite mineral con nanopartículas de $CoMn_2O_4$, preparados a diferentes concentraciones.	72
B.4.	Curvas de impulsos para la muestra de aceite base.	81
B.5.	Curvas de impulsos para la muestra con concentración 0,001 %.	81
B.6.	Curvas de impulsos para la muestra con concentración 0,003 %.	82
B.7.	Curvas de impulsos para la muestra con concentración 0,005 %.	82
B.8.	Curvas de impulsos para la muestra de aceite base.	83
B.9.	Curvas de impulsos para la muestra con concentración 0,001 %.	83
B.10.	Curvas de impulsos para la muestra con concentración 0,003 %.	84
B.11.	Curvas de impulsos para la muestra con concentración 0,005 %.	84
B.12.	Registro completo de ensayo de tangente delta para la muestra de aceite base. [Elaboración propia]	86
B.13.	Registro completo de ensayo de tangente delta para la muestra 0,001 % I. [Elaboración propia]	87
B.14.	Registro completo de ensayo de tangente delta para la muestra 0,003 % I. [Elaboración propia]	88
B.15.	Registro completo de ensayo de tangente delta para la muestra 0,005 % I. [Elaboración propia]	89

B.16.	Registro completo de ensayo de tangente delta para la muestra 0,001 %	
II.	<i>Elaboración propia</i>	90
B.17.	Registro completo de ensayo de tangente delta para la muestra 0,003 %	
II.	<i>Elaboración propia</i>	91
B.18.	Registro completo de ensayo de tangente delta para la muestra 0,005 %	
II.	<i>Elaboración propia</i>	92

Índice de Tablas

2.1.	Resultados experimentales representativos de la mejora de la tensión de ruptura en corriente alterna (AC BDV) para distintas nanopartículas y aceites base.	10
4.1.	Condiciones ambientales registradas durante las mediciones.	49
B.1.	Absorbancia UV-visible a 519 y 906 nm de la muestra 0,001 % I según la fecha de medición.	66
B.2.	Absorbancia UV-visible a 519 y 906 nm de la muestra al 0,003 % I según la fecha de medición.	66
B.3.	Absorbancia UV-visible a 519 y 906 nm de la muestra al 0,005 % I según la fecha de medición.	67
B.4.	Absorbancia UV-visible a 519 y 906 nm de la muestra al 0,001 % II según la fecha de medición.	67
B.5.	Absorbancia UV-visible a 519 y 906 nm de la muestra al 0,003 % II según la fecha de medición.	67
B.6.	Absorbancia UV-visible a 519 y 906 nm de la muestra al 0,005 % II según la fecha de medición.	67
B.7.	Síntesis de las mediciones de absorbancia UV-visible a 519 nm. Seguimiento de la pérdida relativa de absorbancia.	68
B.8.	Turbidez de la muestra al 0,001 % I según la fecha de medición.	69
B.9.	Turbidez de la muestra al 0,003 % I según la fecha de medición.	70
B.10.	Turbidez de la muestra al 0,005 % I según la fecha de medición.	70
B.11.	Turbidez de la muestra Aceite/CoMn ₂ O ₄ al 0,001 % II según la fecha de medición.	71
B.12.	Turbidez de la muestra Aceite/CoMn ₂ O ₄ al 0,003 % II según la fecha de medición.	71
B.13.	Turbidez de la muestra Aceite/CoMn ₂ O ₄ al 0,005 % II según la fecha de medición.	72

B.14. Síntesis de las mediciones de turbidez. Se reporta el valor promedio del primer y el último día de seguimiento, la duración del seguimiento y la pérdida relativa de turbidez como indicador inverso de estabilidad coloidal.	73
B.15. Tensiones de ruptura para la muestra de Aceite Base.	74
B.16. Tensiones de ruptura para la muestra 0,001 % I.	75
B.17. Tensiones de ruptura para la muestra 0,001 % II.	76
B.18. Tensiones de ruptura para la muestra 0,003 % I.	77
B.19. Tensiones de ruptura para la muestra 0,003 % II.	78
B.20. Tensiones de ruptura para la muestra 0,005 % I.	79
B.21. Tensiones de ruptura para la muestra 0,005 % II.	80
B.22. Resumen tensión de ruptura de las muestras [kV].	80
B.23. Resultados de rigidez dieléctrica de las muestras analizadas.	85
B.24. Tabla resumen resultados de tangente delta, capacidad y resistividad relativa de las muestras analizadas (IEC 60247:2004, $T = 90^{\circ}\text{C}$, $V_{\text{AC}} = 1500\text{ V}$, $f = 51\text{ Hz}$).	85

Resumen

Los nanofluidos dieléctricos se han propuesto como una alternativa para mejorar el desempeño del aislamiento líquido de los transformadores de potencia. Sin embargo, su aplicación se encuentra limitada por la aglomeración y sedimentación de las nanopartículas, así como por el posible aumento de las pérdidas dieléctricas asociado al uso de surfactantes. Este trabajo evaluó la influencia del recubrimiento previo de nanopartículas de CoMn_2O_4 con ácido oleico sobre la estabilidad coloidal y las propiedades dieléctricas de nanofluidos basados en aceite mineral. Se comparó el método two-step convencional, denominado Método I, en el que las nanopartículas y el ácido oleico se incorporaron directamente al aceite, con un método two-step modificado, denominado Método II, en el que las nanopartículas fueron recubiertas durante su síntesis antes de ser dispersadas. Se prepararon nanofluidos con tres concentraciones de 0,001 %, 0,003 % y 0,005 % en masa. La estabilidad se evaluó mediante espectroscopía UV-Visible y turbidimetría, mientras que el comportamiento eléctrico se caracterizó mediante ensayos de tensión de ruptura en corriente alterna, tensión de ruptura bajo impulso tipo rayo y tangente delta.

Los nanofluidos preparados mediante el Método I perdieron entre 76 % y 82 % de su señal óptica inicial. En contraste, las formulaciones de 0,003 % y 0,005 % obtenidas mediante el Método II presentaron pérdidas de 41 % y 27 %, conservando 59 % y 73 % de la señal inicial, respectivamente. El Método II presentó valores medios de tensión de ruptura en corriente alterna superiores a los del Método I en todas las concentraciones y alcanzó 45,0 kV a 0,003 %, frente a 43,2 kV para el aceite base. Bajo impulso tipo rayo, ambos métodos registraron incrementos máximos cercanos al 13 %. No obstante, las formulaciones del Método II presentaron valores de tangente delta superiores al valor de referencia considerado. En consecuencia, el recubrimiento previo con ácido oleico favoreció la estabilidad coloidal y el desempeño eléctrico respecto del método convencional, aunque no permitió satisfacer simultáneamente todos los criterios dieléctricos evaluados. Dentro del intervalo estudiado, la concentración de 0,003 % preparada mediante el Método II presentó el mejor compromiso global.

Capítulo 1

Introducción

Los transformadores de potencia son componentes fundamentales de los sistemas de transmisión y distribución de energía eléctrica. Su confiabilidad depende, en gran medida, del desempeño del sistema de aislamiento interno, constituido principalmente por el aislamiento sólido de celulosa y el fluido aislante. Las estadísticas de fallas reportadas para estos equipos muestran que los devanados y el sistema de aislamiento concentran una proporción importante de las fallas registradas, lo que los posiciona entre los elementos más críticos del transformador [1]. Por esta razón, conservar y mejorar las propiedades del sistema aislante resulta esencial para reducir el riesgo de falla y prolongar la vida útil del equipo.

En los transformadores sumergidos en aceite, el fluido aislante cumple simultáneamente funciones eléctricas y térmicas. Por una parte, proporciona aislamiento entre componentes sometidos a diferentes niveles de potencial y, por otra, contribuye a evacuar el calor generado por las pérdidas en el núcleo y los devanados. El aceite mineral continúa siendo uno de los fluidos más utilizados debido a su disponibilidad, costo y adecuado comportamiento dieléctrico. Sin embargo, durante la operación se encuentra sometido a esfuerzos térmicos, eléctricos y químicos que pueden favorecer su oxidación, la formación de compuestos polares y la incorporación de humedad, modificando progresivamente sus propiedades dieléctricas [2].

En este contexto, los nanofluidos dieléctricos se han propuesto como una alternativa para modificar y potencialmente mejorar el desempeño del aislamiento líquido sin introducir cambios sustanciales en el diseño del transformador. Estos materiales se obtienen mediante la dispersión de pequeñas concentraciones de nanopartículas sólidas en un fluido base, como aceite mineral, ésteres naturales o ésteres sintéticos [3]. Bajo determinadas condiciones, la presencia de nanopartículas puede alterar los mecanismos de transporte y acumulación de carga, retrasar la propagación de las descargas eléctricas y aumentar la tensión de ruptura del fluido [4]. No obstante, el efecto obtenido depende de la composición, el tamaño, la

morfología y la concentración de las nanopartículas, así como del procedimiento empleado para dispersarlas en el aceite [5].

Uno de los principales obstáculos para la aplicación de estos materiales es su estabilidad coloidal. Debido a su elevada energía superficial, las nanopartículas tienden a atraerse, formar aglomerados y sedimentar con el tiempo. Este fenómeno modifica la concentración efectiva de la suspensión, reduce la homogeneidad del fluido y puede generar regiones con una elevada concentración local de partículas. Como consecuencia, un nanofluido que presente inicialmente un comportamiento dieléctrico favorable puede perder sus propiedades si las nanopartículas no permanecen adecuadamente dispersas durante el almacenamiento y la operación [4].

Para reducir la aglomeración se emplean agentes surfactantes, cuyas moléculas interactúan con la superficie de las nanopartículas y aumentan su compatibilidad con el fluido base [4]. Sin embargo, la incorporación de estos agentes puede introducir moléculas polares, residuos o portadores de carga que incrementen la conductividad eléctrica y las pérdidas dieléctricas del aceite, especialmente cuando se utilizan en cantidades superiores a las necesarias [6]. Por lo tanto, la preparación de un nanofluido no debe orientarse únicamente a maximizar su estabilidad coloidal, sino a alcanzar un equilibrio entre la permanencia de las nanopartículas en suspensión y la conservación de las propiedades dieléctricas requeridas para un fluido aislante.

Entre las rutas empleadas para preparar nanofluidos se encuentran los métodos de uno y dos pasos. El método de un solo paso consiste en sintetizar y dispersar las nanopartículas directamente en el fluido base, lo que puede reducir su aglomeración, aunque presenta mayores dificultades de implementación y escalamiento. En cambio, el método de dos pasos o two-step separa la síntesis de las nanopartículas de su posterior dispersión en el aceite, por lo que es ampliamente utilizado debido a su simplicidad, versatilidad y potencial de aplicación a mayor escala. En el procedimiento two-step convencional, denominado en este trabajo Método I, las nanopartículas previamente sintetizadas y el ácido oleico se incorporan directamente al aceite mineral, y posteriormente la suspensión se somete a procesos de agitación y sonicación. En estas condiciones, la adsorción del surfactante ocurre dentro del fluido, por lo que puede generarse una cobertura heterogénea de la superficie de las nanopartículas y permanecer una fracción de ácido oleico libre en el aceite [7].

Como alternativa, en esta memoria se estudia un procedimiento two-step modificado, denominado Método II, en el que las nanopartículas son recubiertas con ácido oleico durante su síntesis y posteriormente dispersadas en el aceite mineral. El recubrimiento previo busca producir una cobertura más homogénea de la superficie, aumentar la afinidad de las nanopartículas con el medio no polar y reducir su tendencia a la aglomeración [8]. Sin embargo, esta modificación también puede alterar la respuesta dieléctrica del nanofluido, por lo que es necesario determinar experimentalmente si la mejora esperada en la estabilidad se obtiene sin incrementar de manera inaceptable las pérdidas dieléctricas.

El ácido oleico fue seleccionado como agente de recubrimiento debido a su capacidad para estabilizar óxidos metálicos en medios no polares. Su grupo carboxilo puede interactuar con la superficie de la nanopartícula, mientras que su cadena hidrocarbonada presenta afinidad con el aceite mineral, generando una barrera estérica que dificulta el contacto directo entre partículas. La eficacia de este mecanismo depende de la cantidad de ácido oleico utilizada, del grado de cobertura superficial y de la presencia de moléculas libres en el aceite [6,7].

Como fase nanométrica se seleccionó $CoMn_2O_4$, un óxido mixto con estructura tipo espinela y comportamiento semiconductor, cuya brecha energética ha sido reportada en torno a 1,61 eV [9]. Su aplicación en nanofluidos dieléctricos ha sido escasamente estudiada en comparación con materiales como TiO_2 , Fe_3O_4 , Al_2O_3 y SiO_2 [4]. No obstante, su posible contribución al desempeño eléctrico del aceite no puede establecerse únicamente a partir de su comportamiento semiconductor, ya que también depende de su tamaño, concentración, estabilidad coloidal y estado superficial dentro del fluido.

A partir de estos antecedentes, el problema abordado en esta memoria consiste en determinar si el recubrimiento previo de nanopartículas de $CoMn_2O_4$ con ácido oleico permite mejorar la estabilidad coloidal de nanofluidos basados en aceite mineral sin provocar un deterioro inaceptable de sus propiedades dieléctricas. Para responder esta pregunta, se comparan dos rutas de preparación bajo condiciones equivalentes: el Método I convencional, en el que las nanopartículas y el ácido oleico se incorporan directamente al aceite, y el Método II modificado, en el que las nanopartículas son recubiertas con ácido oleico durante su síntesis antes de ser dispersadas en el fluido, con el propósito de evaluar posteriormente la estabilidad coloidal y el comportamiento dieléctrico de los nanofluidos obtenidos.

1.1. Objetivos

1.1.1. Objetivo General

- Evaluar la influencia del método de preparación two-step modificado, basado en el recubrimiento previo de las nanopartículas $CoMn_2O_4$ con ácido oleico, en las propiedades dieléctricas y la estabilidad coloidal de nanofluidos Aceite/ $CoMn_2O_4$ para su aplicación en transformadores, mediante la comparación de su desempeño con el de nanofluidos preparados mediante el método two-step convencional.

1.1.2. Objetivos específicos

- Sintetizar nanopartículas de $CoMn_2O_4$, recubiertas y no recubiertas con ácido oleico, mediante el método de coprecipitación, para ser adaptadas al esquema two-step modificado.

- Fabricar nanofluidos Aceite/ $CoMn_2O_4$ por dos rutas de preparación: (a) two-step modificado, utilizando nanopartículas previamente recubiertas con ácido oleico; y (b) two-step clásico, mezclando directamente nanopartículas, ácido oleico y aceite base.
- Evaluar la estabilidad coloidal de los nanofluidos Aceite/ $CoMn_2O_4$ mediante espectroscopía UV-Visible, monitoreando la evolución de la absorbancia en función del tiempo como indicador del grado de dispersión y sedimentación.
- Comparar las propiedades dieléctricas entre los nanofluidos Aceite/ $CoMn_2O_4$ formulados para ser usados en transformadores y el aceite base, determinando rigidez dieléctrica, impulso tipo rayo y tangente delta, de acuerdo con normas IEC y ASTM, para correlacionar el método de preparación con el desempeño eléctrico.

Capítulo 2

Estado del arte

2.1. Aceite dieléctrico en transformadores

Los transformadores son componentes esenciales en los sistemas eléctricos, responsables de transferir energía entre circuitos de diferentes niveles de tensión con alta eficiencia. Estos dispositivos garantizan una transmisión y distribución de energía segura y estable, permitiendo el funcionamiento de redes eléctricas, desde subestaciones hasta sistemas industriales.

Uno de los tipos de transformadores más utilizados en aplicaciones de potencia es el transformador sumergido en aceite. En general, estos equipos operan bajo condiciones exigentes, caracterizadas por altas temperaturas y niveles de potencia elevados.

En los transformadores sumergidos en aceite, el fluido cumple dos funciones fundamentales. En primer lugar, actúa como medio de refrigeración, evacuando el calor generado por las pérdidas en el núcleo y los devanados. En segundo lugar, proporciona aislamiento eléctrico entre componentes sometidos a diferentes niveles de potencial. Además, este aceite, normalmente mineral, protege las partes internas contra la humedad, el polvo y la oxidación, contribuyendo de forma directa a la eficiencia, el rendimiento y la vida útil del transformador.

Para cumplir adecuadamente ambas funciones, el aceite aislante debe satisfacer un conjunto de propiedades físico-químicas y dieléctricas. Entre las más relevantes se encuentran una elevada rigidez dieléctrica (la máxima intensidad de campo eléctrico que el fluido soporta antes de producirse la ruptura), bajas pérdidas dieléctricas (cuantificadas mediante el factor de disipación o tangente delta), una conductividad térmica suficiente para evacuar el calor, una viscosidad adecuada que favorezca la circulación del fluido y una buena estabilidad química frente a la oxidación.

Ahora bien, durante la operación del transformador el aceite se ve sometido de for-

ma continua a esfuerzos térmicos, eléctricos y químicos que provocan su envejecimiento progresivo. La combinación de altas temperaturas con la presencia de oxígeno y humedad desencadena procesos de oxidación que generan ácidos, lodos y compuestos polares, los cuales incrementan el factor de disipación y deterioran las propiedades del fluido [27].

A medida que el aislamiento se degrada, las impurezas, burbujas y trazas de humedad intensifican localmente el campo eléctrico, dando origen a descargas parciales: rupturas dieléctricas localizadas que, sin llegar a cortocircuitar completamente el espacio entre electrodos, erosionan de forma paulatina tanto el aceite como el aislamiento sólido (papel). La actividad sostenida de estas descargas, junto con la pérdida gradual de rigidez dieléctrica, puede culminar en una ruptura total del aislamiento y en la formación de arcos eléctricos entre los devanados [10]. Por esta razón, el estado del aceite se monitorea periódicamente mediante ensayos de diagnóstico, que permiten anticipar la degradación del sistema aislante.

A continuación se muestra una estadística del porcentaje de falla según cada componente del transformador de potencia, identificando así como elemento más crítico con un 41 % del total el bobinado y aislamiento. Estas partes son componentes activos del transformador que participan en el proceso energético, por lo tanto, una falla en estos puede comprometer la continuidad operativa del transformador y conducir a una falla total del equipo.

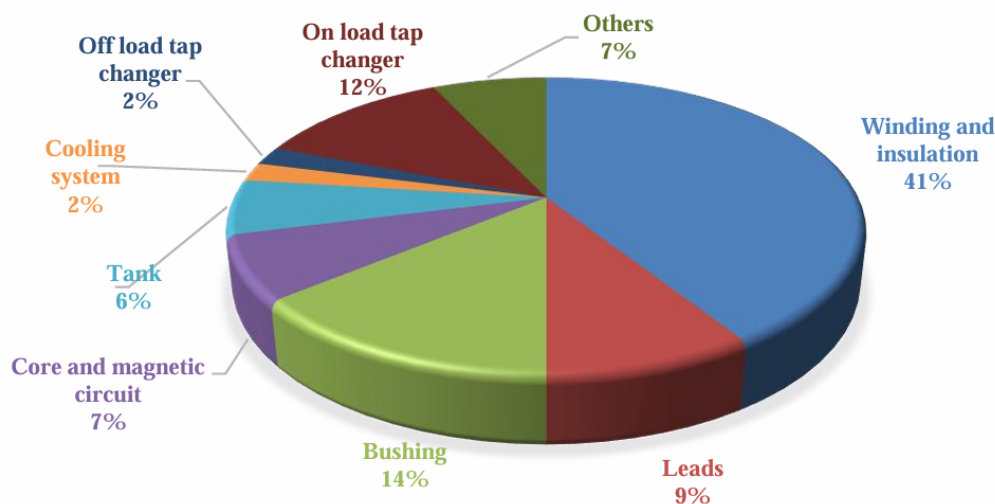


Figura 2.1: Estadística de fallas en transformadores de potencia [1].

Dado que la mayoría de las fallas en transformadores de potencia se concentran en los devanados y el sistema de aislamiento, resulta fundamental fortalecer los mecanismos asociados a la disipación térmica y al comportamiento dieléctrico del sistema aislante. En

este contexto, el aceite aislante juega un rol clave tanto en la evacuación de calor como en la rigidez dieléctrica del transformador. Por ello, recientes investigaciones han explorado el uso de nanofluidos, aceites dieléctricos mejorados con nanopartículas, como una alternativa para incrementar la conductividad térmica, mejorar la estabilidad del aislamiento y reducir la probabilidad de fallas en las partes activas. Esta línea de investigación se posiciona como una estrategia prometedora para aumentar la vida útil y confiabilidad de los transformadores de potencia.

2.2. Nanopartículas

Las nanopartículas (NP) son partículas sólidas que tienen una dimensión inferior a 100 nm. Estos materiales pueden originarse a partir de diversos compuestos, tales como metales, óxidos, cerámicas o estructuras de carbono, y se distinguen por poseer una superficie de contacto muy amplia en relación con su pequeño volumen. En el ámbito de la ingeniería, su integración en fluidos convencionales busca aprovechar estas dimensiones reducidas para optimizar la transferencia de calor y reforzar las capacidades aislantes, gracias a la intensa interacción que generan con el líquido base a nivel molecular. [7]

En este contexto, la modificación de las propiedades del aceite aislante mediante la incorporación de nanopartículas ha cobrado especial interés, ya que permite intervenir directamente a nivel microscópico en los mecanismos de transporte térmico y comportamiento dieléctrico del fluido. A diferencia de los aceites convencionales, los nanofluidos presentan interacciones mejoradas entre partículas y el medio base, lo que puede traducirse en una mayor disipación de calor y en una mitigación de fenómenos eléctricos adversos. La incorporación de nanopartículas podría contribuir al desarrollo de sistemas de aislamiento con mejores propiedades térmicas y dieléctricas. Esto ha motivado múltiples estudios orientados a evaluar el desempeño de distintos tipos de nanopartículas en aplicaciones dieléctricas.

La literatura agrupa las nanopartículas empleadas en nanofluidos dieléctricos, de acuerdo con su comportamiento eléctrico, en tres familias: aislantes, semiconductoras y conductoras [11]. Esta clasificación es relevante porque la brecha de energía (bandgap) de la partícula condiciona su capacidad para capturar cargas libres y, con ello, su contribución a la rigidez dieléctrica del medio en que se dispersa [12].

La amplitud de la brecha de energía entre E_v y E_c condiciona directamente la capacidad de las nanopartículas para actuar como trampas de carga durante el proceso de ruptura dieléctrica; las partículas aislantes y semiconductoras, al presentar una mayor separación entre ambas bandas, exhiben tiempos de relajación dieléctrica más elevados y, por consiguiente, mayor resistencia a la propagación de streamers [4], tal como se esquematiza en la Figura 2.2.

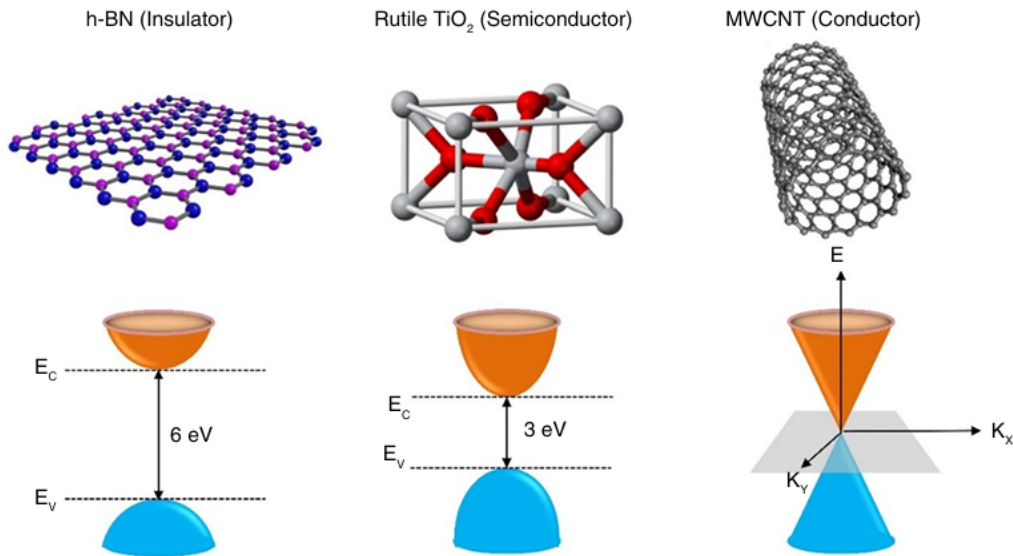


Figura 2.2: Comparación de nanopartículas, aislantes (h-BN), semiconductoras (TiO_2) y conductoras (MWCNT) mediante sus diagramas de bandas de energías. E_c : banda de conducción, E_v : banda de valencia [4].

El mecanismo que se atribuye a la captura de electrones por parte de la nanopartícula polarizada, es que esta transforma los electrones rápidos generados durante la ionización del aceite en portadores lentos, retrasando el avance de los streamers y elevando la tensión de ruptura. La eficacia de este proceso depende de la constante de relajación dieléctrica de la partícula, $\tau = \epsilon/\sigma$, función de su permitividad ϵ y su conductividad σ . Se mostró que las nanopartículas conductoras, con τ corto, actúan como captadores (*scavengers*) eficientes de los electrones rápidos del *streamer*, reduciendo su movilidad efectiva en varios órdenes de magnitud y aumentando la tensión de ruptura al impulso [13]. Revisiones más recientes matizan este resultado y señalan que las partículas aislantes y semiconductoras, con τ elevado, ofrecen mejoras más consistentes de la rigidez en corriente alterna [4]. Lejos de ser contradictorias, ambas posturas delimitan un compromiso: las partículas con brecha de energía intermedia (semiconductoras), aproximadamente entre 0,5 y 3[eV], combinan una buena captura de carga con un bajo aporte a la conducción, por lo que suelen señalarse como las candidatas más favorables [14].

A continuación, se revisan los materiales más representativos de cada grupo y los mecanismos mediante los cuales contribuyen a mejorar las propiedades dieléctricas del fluido base.

Aislantes: Óxidos de brecha significativa como Al_2O_3 , SiO_2 , ZrO_2 y MgO , junto con cerámicas como el nitrato de boro (BN), presentan τ elevado y actúan como barreras frente a la propagación de descargas. Esta característica se ve limitada por su baja capacidad de

acumulación de carga, lo que obliga a emplear concentraciones comparativamente altas para lograr mejoras apreciables [15]. Se compararon directamente MgO, Al₂O₃ y SiO₂ en un mismo aceite mineral, un tipo de comparación controlada: la Al₂O₃ alcanzó el mayor incremento promedio de la tensión de ruptura en corriente alterna (33 % a 0,05[g/L]), por sobre el MgO (18,9 % a 0,5[g/L]) y la SiO₂ (12,5 % a 0,05[g/L]) [16].

Semiconductoras: Los materiales semiconductores de brecha de banda intermedia, como TiO₂, ZnO, SiC y CuO, logran el equilibrio descrito anteriormente: capturan carga de forma apreciable sin aportar demasiado a la conducción del fluido. El TiO₂ es el más estudiado; en un éster natural se reporta un aumento del 22,4 % en la tensión de ruptura en corriente alterna, con un óptimo en torno al 0,02 % en volumen. No obstante, en estos materiales la mejora no se explica por la captura de electrones rápidos, ya que su constante de relajación (del orden de 0,2 [s]) es muy superior a la escala de tiempo del *streamer*, que se desarrolla en nanosegundos; dicho de otro modo, la nanopartícula es demasiado lenta para atrapar los electrones veloces del frente de descarga. La mejora se atribuye, en cambio, a la alta densidad de trampas superficiales poco profundas, que atrapan y liberan portadores de carga de forma sucesiva y, con ello, retrasan el avance de la descarga [17]. Por su parte, los carburos metálicos como el SiC mejoran de forma conjunta la tensión de ruptura y el voltaje de inicio de descargas parciales [18].

Conductoras: Nanopartículas como la magnetita (Fe₃O₄), el grafeno y los nanotubos de carbono destacan por su elevada conductividad térmica y por su eficacia como captadores de electrones, lo que les confiere mejoras notables de la tensión de ruptura, en especial bajo impulso tipo rayo [19]. Su incorporación exige, sin embargo, concentraciones muy bajas, ya que un exceso favorece la formación de cadenas conductoras que degradan el comportamiento dieléctrico [12].

La Tabla 2.1 reúne resultados experimentales representativos de la literatura reciente, que ilustran tanto el orden de magnitud de las mejoras como la fuerte dependencia del óptimo respecto del sistema aceite-nanopartícula.

Tabla 2.1: Resultados experimentales representativos de la mejora de la tensión de ruptura en corriente alterna (AC BDV) para distintas nanopartículas y aceites base.

Nanopartícula	Clase	Aceite base	Mejora AC BDV	Conc. óptima	Ref.
Al ₂ O ₃	Aislante	Mineral	+33 %	0,05[g/L]	[16]
MgO	Aislante	Mineral	+18,9 %	0,5[g/L]	[16]
SiO ₂	Aislante	Mineral	+12,5 %	0,05[g/L]	[16]
TiO ₂	Semiconductora	Éster natural	+22,4 %	0,02 % vol	[17]
ZnFe ₂ O ₄	Semiconductora	Mineral	+17,3 %	0,1 % peso	[20]

Más allá de las familias monocomponentes, la investigación reciente ha explorado nanoestructuras híbridas, que combinan dos o más materiales para aprovechar sinergias entre sus propiedades. Es el caso de las estructuras núcleo-coraza Fe₃O₄/SiO₂, de las ferritas

mixtas como la de zinc (ZnFe_2O_4), para la que se ha reportado un aumento de 17,3 % en la tensión de ruptura en corriente alterna a 0,1 % en peso [20], y de óxidos decorados, que permiten optimizar de manera conjunta el desempeño térmico y dieléctrico [21].

Dentro de las semiconductoras se encuentran los óxidos espinela de metales de transición mixtos, como el CoMn_2O_4 ($E_g \approx 1,61[\text{eV}]$), que constituye el objeto de este trabajo y cuyo posicionamiento respecto del estado del arte se desarrolla en la Sección 2.6 [9].

2.3. Nanofluidos eléctricos

Los nanofluidos (NFs) constituyen una clase de fluidos funcionales obtenidos mediante la dispersión estable de nanopartículas (NPs) sólidas, en un fluido base convencional como el aceite mineral, el aceite vegetal o los ésteres sintéticos [7]. El concepto fue introducido por Choi en 1995, al demostrar que la suspensión de NPs en un líquido portador incrementa sustancialmente su conductividad térmica, lo que abrió una línea de investigación orientada a sistemas de enfriamiento y aislamiento de alto rendimiento [3].

En el contexto de los transformadores de potencia, la incorporación de nanopartículas en el aceite aislante ha mostrado un crecimiento sostenido en la investigación durante la última década. Su interés radica en que la fase nanométrica permite mejorar de forma simultánea las propiedades dieléctricas y térmicas respecto del fluido sin aditivos, lo que prolonga la vida útil del equipo y aumenta su confiabilidad operativa [2].

2.3.1. Métodos de preparación de nanofluidos

En cuanto a los métodos de preparación, la literatura reporta dos aproximaciones principales. El método de un solo paso consiste en sintetizar y dispersar las NPs simultáneamente en el fluido base, lo que minimiza la aglomeración y mejora la estabilidad coloidal, aunque presenta limitaciones de escalabilidad y elevado coste. Por otro lado el método de dos pasos, ampliamente adoptado en la práctica por su versatilidad y compatibilidad con la producción a escala industrial, consiste en sintetizar primero las NPs de forma independiente y dispersarlas posteriormente en el fluido base mediante técnicas de sonicación, agitación magnética o ultrasonificación [7].

Diversos estudios indican que el método de un solo paso permite obtener nanofluidos con una distribución más homogénea de nanopartículas y menor tendencia a la aglomeración. Sin embargo, el método de dos pasos continúa siendo el más utilizado debido a su menor costo de implementación y a la disponibilidad comercial de nanopartículas sintetizadas previamente [22].

La Figura 2.3 ilustra esquemáticamente el proceso de preparación por el método de dos pasos.

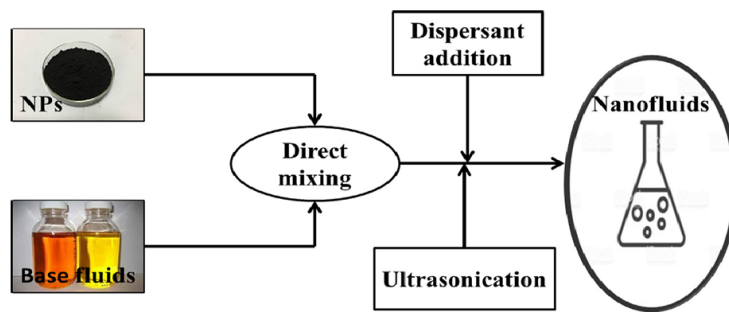


Figura 2.3: Esquema del método de dos pasos para la preparación de nanofluidos [7].

2.3.2. Influencia del tamaño, concentración y morfología de nanopartículas

El desempeño de un nanofluido dieléctrico no depende únicamente de la composición química de la nanopartícula, sino también de tres parámetros físicos fuertemente acoplados: su tamaño, su concentración y su morfología. La literatura coincide en que estos factores gobiernan tanto la capacidad de captura de carga como la estabilidad de la suspensión, aunque difieren en la magnitud de sus efectos, lo que evidencia la dificultad de aislar una variable sin modificar las demás [5].

Tamaño: A igualdad de concentración, las nanopartículas de menor tamaño tienden a producir mayores tensiones de ruptura, comportamiento atribuido al aumento de la superficie interfacial específica y, con ello, de las trampas superficiales que inmovilizan a los electrones rápidos, así como a la modificación de la constante de relajación de la partícula [5]. Este beneficio no es ilimitado, las partículas más pequeñas poseen mayor energía superficial y mayor tendencia a aglomerarse, por lo que la ventaja del tamaño reducido puede perderse si la dispersión no es estable [4]. El tamaño, además, no actúa de forma aislada. En ensayos con nanopartículas de Al_2O_3 y SiC de dimensiones homólogas (~ 50 nm) dispersas en éster natural a una concentración de 0,004 % en peso (esto es, el 0,004 % de la masa total de la mezcla corresponde a nanopartículas), se concluyó que la conductividad superficial y la carga inducida por cada material gobiernan la respuesta dieléctrica: el SiC, de conductividad intermedia, favorece la captura de portadores y mejora la tensión de ruptura en corriente alterna junto con el voltaje de inicio de descargas parciales (PDIV), mientras que la Al_2O_3 , cargada positivamente, mejora el impulso tipo rayo de polaridad positiva pero deteriora el desempeño bajo polaridad negativa [12]. Este contraste muestra que, a igualdad de tamaño, la conductividad eléctrica de la nanopartícula, más que su composición química elemental, actúa como el factor crítico del mecanismo de mejora.

Concentración: La influencia de la concentración es uno de los hallazgos más consistentes de la literatura: para cada combinación de nanopartícula y fluido base existe un valor óptimo, por encima del cual el desempeño dieléctrico se deteriora. El rendimiento bajo es-

fuerzo eléctrico elevado depende del tipo, la fracción volumétrica, la forma y el tamaño de las nanopartículas dispersadas, si se agregan demasiadas nanopartículas, estas pueden facilitar la formación de cargas eléctricas dentro del aceite, haciendo que la descarga eléctrica aparezca más rápidamente y disminuyendo la tensión de ruptura [11]. Esta dependencia se manifiesta como una relación no monótona: la rigidez dieléctrica crece hasta un máximo a concentraciones bajas y luego decae al aumentar la carga de nanopartículas, debido a la aglomeración, a la distorsión del campo eléctrico local y a la eventual formación de cadenas conductoras, fenómenos que además elevan la viscosidad y las pérdidas dieléctricas [5]. Los valores reportados ilustran este comportamiento: en éster natural, el TiO_2 alcanza su óptimo en torno a $0,5[\text{g/L}]$, con un aumento cercano a 33 % en la rigidez dieléctrica en corriente alterna [5], este valor no contradice el óptimo de 0,02 % en volumen señalado en la Sección 2.2, corresponden a estudios independientes, con aceites base, tamaños de partícula y unidades de concentración distintos, y esa dispersión entre trabajos ilustra justamente que el óptimo no es transferible entre formulaciones. Las nanopartículas semiconductoras de SiC presentan su máximo cerca de 0,004 % en peso, con un incremento próximo a 37 % [5]. Y para óxidos aislantes como la ZrO_2 se han documentado óptimos tan bajos como 0,001 % en peso [5]. El valor óptimo depende, en consecuencia, de cada combinación de aceite y nanopartícula considerada.

Morfología: La forma de la nanopartícula, esférica, tipo varilla, laminar o irregular, condiciona la distribución del campo eléctrico en su entorno, su grado de polarización y la superficie efectiva de captura de carga [5]. Se ha señalado que la tensión de ruptura del nanofluido depende, junto con el tamaño y la constante de relajación, de la geometría de la partícula [5].

En síntesis, el desempeño dieléctrico óptimo surge de un compromiso multivariable entre tamaño, concentración y morfología, condicionado en todo momento por la estabilidad coloidal de la suspensión.

2.3.3. Estabilidad, sedimentación y aglomeración coloidal

La estabilidad coloidal de los nanofluidos dieléctricos representa uno de los desafíos más críticos para su escalabilidad industrial. La tendencia termodinámica natural de las nanopartículas a la aglomeración y posterior sedimentación (gobernada por las fuerzas de atracción de van der Waals) limita la persistencia temporal de las mejoras y puede inducir zonas de alta concentración local que degraden catastróficamente las propiedades dieléctricas. La literatura establece que la ultrasonificación es la herramienta primaria para asegurar la dispersión; parámetros operativos como la amplitud, el tiempo de residencia y la temperatura del baño influyen directamente en el diámetro hidrodinámico final y la estabilidad termodinámica del sistema [23].

El empleo de agentes tensioactivos o surfactantes resulta fundamental para el control

interfacial. Estos aditivos, sean iónicos o no iónicos, modifican la energía libre superficial de las partículas, reducen el potencial atractivo interparticular y prolongan la vida útil de la suspensión [6]. Sin embargo, una dosificación excesiva de surfactante introduce portadores de carga libres que elevan el factor de disipación y degradan la rigidez dieléctrica, requiriendo un proceso cuidadoso de optimización. Para nanofluidos de TiO_2 con CTAB, se determinó que una relación estequiométrica del 1 wt % de CTAB respecto a la masa de la nanopartícula preserva la estabilidad coloidal por un periodo aproximado de ocho semanas, umbral tras el cual se inicia la sedimentación macroscópica [24].

La cuantificación de la estabilidad coloidal se realiza típicamente mediante la determinación del potencial zeta (ζ). En formulaciones de ZnFe_2O_4 , el análisis conjunto del potencial zeta y la dispersión dinámica de luz (DLS) ha permitido validar la calidad cinético-coloidal de la mezcla [20].

En conjunto, el hecho de que la mejora de la estabilidad coloidal pueda comprometer la rigidez dieléctrica o el factor de disipación, como ilustra el caso del exceso de surfactante, evidencia por qué el desarrollo de nanofluidos exige una optimización y una evaluación multiparamétricas, antes que la maximización de un único indicador de desempeño [4].

2.4. Recubrimiento

Uno de los principales desafíos para aprovechar las propiedades de las nanopartículas a largo plazo es su limitada estabilidad coloidal, que favorece la aglomeración y la sedimentación descritas en la Sección 2.3.3. Para mitigar este fenómeno, el recubrimiento superficial de las nanopartículas mediante surfactantes constituye una etapa fundamental de la preparación del nanofluido. Estos agentes se ubican en la interfaz entre la nanopartícula y el aceite, modifican su afinidad con el medio y evitan que las partículas entren en contacto directo. Entre todas las alternativas, el ácido oleico (AO) y el bromuro de cetiltrimetilamonio (CTAB) son los surfactantes más empleados en la formulación de nanofluidos dieléctricos, y el ácido oleico destaca por su reconocida eficacia en la estabilización de óxidos metálicos [4].

El ácido oleico es una molécula anfifílica, es decir, posee un grupo funcional carboxilo ($-\text{COOH}$) en un extremo y una cadena hidrocarbonada de dieciocho carbonos, con una insaturación, en el otro. El grupo carboxilo se enlaza químicamente, mediante quimisorción, a la superficie de la nanopartícula, mientras que la cola hidrocarbonada apolar se orienta hacia el aceite circundante (Figura 2.4). De este modo, cada partícula queda envuelta por una capa molecular que limita su crecimiento y mantiene separadas a las partículas vecinas. Esta separación física, conocida como estabilización estérica, es el mecanismo dominante en medios no polares como el aceite mineral o los ésteres, donde la baja permitividad del fluido restringe la eficacia de la estabilización electrostática [4]. Su eficacia se refleja en la persistencia de la suspensión, se ha documentado que el recubrimiento con ácido oleico mantiene nanopartículas de Fe_3O_4 dispersas en aceite mineral, sin signos de sedimentación,

por periodos de hasta siete años, muy por encima de las semanas o meses que ofrecen otros agentes [4].

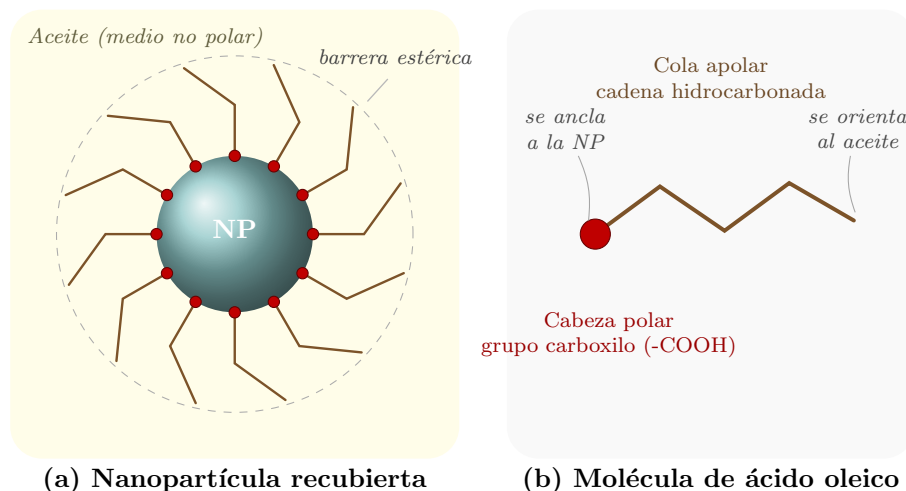


Figura 2.4: Mecanismo de recubrimiento de una nanopartícula con ácido oleico. (a) Nanopartícula recubierta por moléculas de ácido oleico. (b) Representación esquemática de una molécula de ácido oleico [Elaboración propia].

De manera más general, los surfactantes estabilizan las suspensiones por dos mecanismos complementarios. En la estabilización electrostática, característica de los surfactantes iónicos, la partícula queda rodeada por una doble capa eléctrica que genera repulsión entre partículas del mismo signo, su eficacia se cuantifica mediante el potencial zeta. En la estabilización estérica, propia de los surfactantes no iónicos y del propio ácido oleico, la repulsión proviene del impedimento físico que ofrecen las capas moleculares adsorbidas. Según la polaridad de su grupo de cabeza, los surfactantes se clasifican en catiónicos (carga positiva, como el CTAB), aniónicos (carga negativa, como el ácido oleico, el dodecilsulfato de sodio (SDS) y el dodecylbencensulfonato de sodio (SDBS)), no iónicos (sin carga, como los Span, los Tween, el Triton X-100 o el Brij-35) y anfóteros (ambas cargas). Estos últimos apenas se han explorado en nanofluidos dieléctricos, lo que constituye una línea de investigación abierta [4].

La elección del surfactante condiciona tanto la estabilidad como el desempeño dieléctrico, y el agente óptimo depende del par nanopartícula-aceite. En aceite mineral con nanopartículas de SiO_2 , el Span 80 superó al ácido oleico y al CTAB, con incrementos de la tensión de ruptura en corriente alterna de 20 %, 17 % y 11 %, respectivamente [4]. Para Al_2O_3 en aceite mineral, en cambio, el ácido oleico resultó el más favorable frente a otros recubrimientos ensayados [4].

La proporción de surfactante respecto de la nanopartícula admite un valor óptimo. Una

dosis insuficiente deja la superficie parcialmente descubierta y no impide la aglomeración, mientras que un exceso introduce portadores de carga libres que elevan el factor de disipación y degradan la rigidez dieléctrica [6]. Así, para nanopartículas de TiO_2 recubiertas con CTAB se identificó una relación de 1 wt % de surfactante respecto de la masa de nanopartícula como adecuada para preservar la estabilidad durante unas ocho semanas [24], mientras que para sistemas de TiO_2 con Triton X-100 la razón másica 1:3 (nanopartícula a surfactante) maximizó la estabilidad, con una caída de absorbancia de apenas 5,74 % tras 30 días. Como criterio práctico, un potencial zeta de magnitud superior a 30[mV] suele asociarse a suspensiones con buena estabilidad a largo plazo [4].

Un aspecto decisivo para aprovechar al máximo el recubrimiento es el momento en que se incorpora el surfactante. En el método two-step clásico, las nanopartículas, el surfactante y el aceite base se mezclan de manera simultánea, por lo que el recubrimiento depende de una adsorción parcial y competitiva en el fluido y tiende a dejar surfactante libre en exceso. En el método two-step modificado, en cambio, las nanopartículas se recubren previamente con el surfactante, idealmente durante o inmediatamente después de su síntesis, lo que genera una capa más completa y ordenada sobre la superficie antes de la dispersión. Este recubrimiento previo se traduce en mejoras sustanciales de la estabilidad y del desempeño dieléctrico. En nanofluidos de TiO_2 recubierto con ácido oleico en aceite de transformador, las partículas pre-recubiertas conservaron su tamaño tras 168[h] de envejecimiento y el fluido alcanzó una mejora de la tensión de ruptura de hasta 32,8 % [8]. En la misma línea, nanopartículas de sílice funcionalizadas en su superficie antes de la dispersión permanecieron sin sedimentación durante más de tres meses, frente a las pocas horas que resistieron las partículas sin tratar, con un incremento de la tensión de ruptura cercano al 60 % [25].

En síntesis, el recubrimiento con ácido oleico combina un anclaje químico estable del grupo carboxilo con una barrera estérica eficaz en medios no polares, lo que lo convierte en el surfactante de referencia para nanofluidos basados en aceite. Sobre esta base se sustenta el método two-step modificado adoptado en este trabajo, en el cual las nanopartículas de CoMn_2O_4 se recubren con ácido oleico antes de su dispersión en el aceite, con el propósito de favorecer la estabilidad coloidal del nanofluido resultante.

2.5. Pruebas en nanofluidos

2.5.1. Evaluación de estabilidad

Espectroscopía UV-Visible

La espectroscopia UV-Vis es una técnica analítica fundamental que estudia la absorción o reflectancia de la radiación electromagnética por parte de las sustancias en las regiones ultravioleta (10 a 400 nm) y visible (380 a 760 nm). Se destaca por ser un método rápido, económico, versátil y no destructivo, lo que permite su aplicación tanto en la investigación

científica básica como en diversas industrias. Su objetivo principal es obtener información sobre la estructura electrónica de las moléculas y cuantificar la presencia de la sustancia en una muestra.

Su principio fundamental es la excitación electrónica, donde la energía lumínica hace que los electrones de grupos específicos, llamados cromóforos, salten de un estado de baja energía (HOMO) a uno más alto (LUMO). Esta absorción se rige por la Ley de Beer-Lambert, la cual establece una relación lineal entre la absorbancia de la luz y la concentración del compuesto absorbente, el camino óptico (longitud de la celda) y la absorptividad molar. Aunque es una herramienta poderosa para medir concentraciones, su precisión puede verse afectada por factores como el uso de soluciones muy concentradas (que se desvían de la linealidad), la limpieza de las celdas o la elección del solvente adecuado, que debe ser ópticamente transparente en la región de interés.

En cuanto a su instrumentación, un espectrofotómetro básico (Figura 2.5) consta de una fuente de luz (como lámparas de deuterio o tungsteno), un monocromador para seleccionar longitudes de onda específicas, un compartimento para la muestra (utilizando cubetas de cuarzo para UV o vidrio para el visible) y un detector (como tubos fotomultiplicadores o arreglos de diodos) que mide la intensidad de la luz transmitida. Dependiendo del diseño, los instrumentos pueden ser de haz simple o de doble haz, siendo estos últimos más precisos al compensar variaciones en la fuente de luz mediante una muestra de referencia.

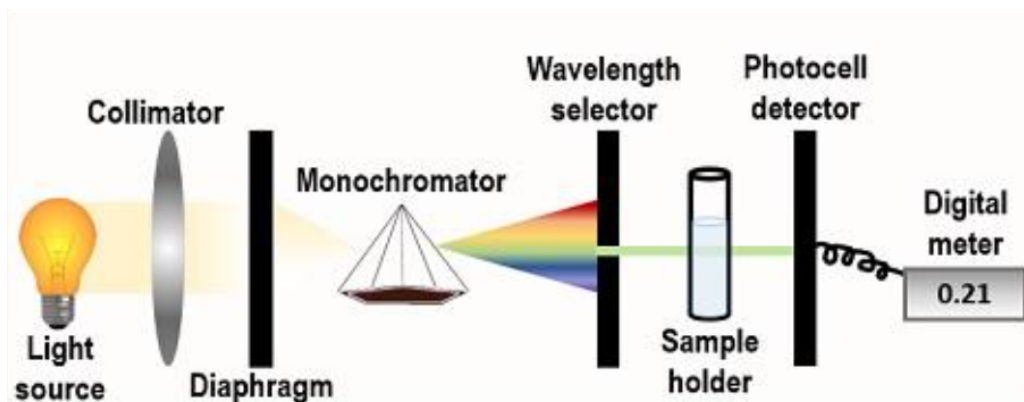


Figura 2.5: Diagrama de espectrofotómetro de haz simple [26].

Las aplicaciones de esta técnica son extensas y fundamentales, por ejemplo en la ingeniería química, donde se emplea para cuantificar concentraciones, determinar cinéticas de reacción en fase líquida y estudiar mecanismos a escala molecular. Su versatilidad permite su uso en procesos críticos como el tratamiento de aguas residuales, la degradación de colorantes, entre otros.

En el ámbito de la nanotecnología, la espectroscopia UV-Vis es una de las herramientas

más confiables para la caracterización sobre la estabilidad de las nanopartículas, incluso a escala industrial. Esta técnica aprovecha fenómenos donde cambios en el tamaño, la forma o la aglomeración de las partículas generan desplazamientos espectrales hacia el rojo o el azul, permitiendo estimar su distribución y estabilidad en tiempo real. Además, mediante el monitoreo de la intensidad de absorbancia en función del tiempo, es posible deducir la actividad de estos nanomateriales durante procesos de síntesis o degradación.

Cuando las partículas pierden estabilidad, comienzan a aglomerarse y eventualmente precipitan o decantan hacia el fondo del recipiente. Este proceso disminuye la cantidad de partículas suspendidas en el camino óptico del haz de luz, lo que se refleja como una reducción progresiva en la altura de los picos del espectro. Asimismo, el instrumento puede detectar desplazamientos de las bandas de absorción hacia longitudes de onda mayores cuando las partículas crecen o se agrupan antes de decantar, permitiendo evaluar la estabilidad del coloide en tiempo real [26,27].

Turbidimetría

La turbidimetría es una técnica óptica analítica que mide la disminución de la intensidad de un haz de luz al atravesar una muestra con partículas en suspensión, debido al fenómeno de dispersión de la luz. Su principio de funcionamiento se basa en la relación entre la turbidez de una muestra y la concentración, el tamaño y la morfología de las partículas dispersas, a mayor concentración o tamaño de partícula, mayor es la cantidad de luz desviada de la trayectoria incidente y, en consecuencia, mayor es el valor de turbidez registrado [28]. Bajo la modalidad nefelométrica, que mide la intensidad de la luz dispersada a 90° respecto al haz incidente, el método permite obtener lecturas en Unidades de Turbidez Nefelométrica (NTU), unidad estandarizada y reproducible entre distintos instrumentos calibrados bajo el mismo protocolo [29].

Los cambios en la turbidez de una suspensión de nanopartículas son indicativos directos de tres fenómenos críticos para su estabilidad: aglomeración, sedimentación y pérdida de estabilidad coloidal. En el caso de la aglomeración, el crecimiento de los agregados incrementa la sección transversal de dispersión de las partículas, elevando la turbidez medida en etapas tempranas del proceso. A medida que los agregados alcanzan tamaños suficientemente grandes, comienza la sedimentación gravitacional, lo que se manifiesta como una disminución progresiva y sostenida de la turbidez a lo largo del tiempo, al retirarse masa del volumen de muestra iluminado [30]. Este comportamiento temporal, turbidez estable, seguida de un aumento transitorio y luego de un decaimiento hasta valores basales, ha sido documentado experimentalmente en sistemas de nanopartículas de sílice en agua, donde la velocidad de sedimentación depende del tamaño de partícula, la diferencia de densidades y la viscosidad del fluido [31].

Desde el punto de vista normativo, la medición cuantitativa de turbidez en el presente

trabajo se realiza bajo el protocolo EPA Method 180.1 [29], que establece los criterios de diseño de nefelómetros de luz blanca (fuente tungsteno, detector a 90° , longitud de trayectoria óptica máxima de 10 cm) y define el rango operativo primario entre 0 y 40 NTU, con extensión por dilución para valores superiores. Esta norma asegura la comparabilidad y trazabilidad de las mediciones entre instrumentos conformes, como el turbidímetro Orion AQ4500 utilizado en la caracterización experimental de los nanofluidos estudiados en este trabajo.

2.5.2. Tensión de impulso

Las perturbaciones ocurridas en transmisión y distribución son comúnmente causadas por tensiones transitorias cuyo valor excede el normal de operación. Existen dos tipos de tensiones transitorias, las de tipo rayo y las tipo maniobra.

Las primeras nombradas ocurren debido a algún tipo de sobretensión como lo puede ser algún rayo que impacte las instalaciones eléctricas, esta descarga llega a ser de 100 [kA] o más, la cual produce una onda viajera con orden de frente pronunciado, estos valores de tensión degradan equipos como lo son los aislamientos de los transformadores es por esto que existen los pararrayos los cuales tienen como objetivo ayudar a contener esta magnitud amortiguando y distorsionando las ondas viajeras.

Las tensiones tipo maniobra son producidas debido a cambios de estado que ocurren y generalmente están asociado al nivel de operación del sistema. En comparación a las tipo rayo la velocidad de aumento de voltaje es menor. Si bien en la realidad estas tensiones varían de forma es necesario tener un modelo de ellas para poder simularlas y hacer pruebas.

[10]

La norma IEC 60060-1 [32] define los parámetros relevantes para estas ondas, mostrados a continuación:

Tensión de impulso tipo rayo

La norma define la tensión de impulso tipo rayo como un impulso de tensión cuyo tiempo de frente es inferior a 20 [μ s]. La forma de onda normalizada es un impulso de rayo tiene un tiempo de frente de 1,2 [μ s] y un tiempo hasta la tensión cae al 50 % de su valor pico de 50 [μ s], por lo que se designa como impulso 1,2/50.

Se consideran tres formas de onda del impulso tipo rayo: la onda completa, la onda cortada en el frente y la onda cortada en la cola. La onda completa corresponde al impulso estándar aplicado sin interrupciones (Figura 2.6), mientras que las ondas cortadas (Figura 2.7) se obtienen mediante un dispositivo de corte que interrumpe el impulso, ya sea durante el frente o durante la cola, a causa de una descarga disruptiva. Para el impulso de rayo estándar, el corte se produce con un tiempo de corte de entre 2 [μ s] y 5 [μ s]. Estas formas

de onda se utilizan para evaluar el comportamiento dieléctrico de los equipos sometidos a sobretensiones transitorias.

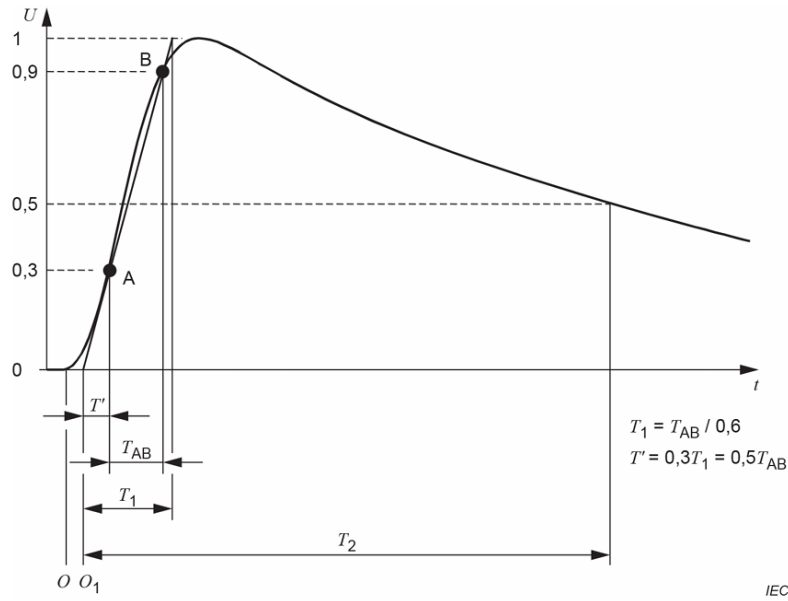
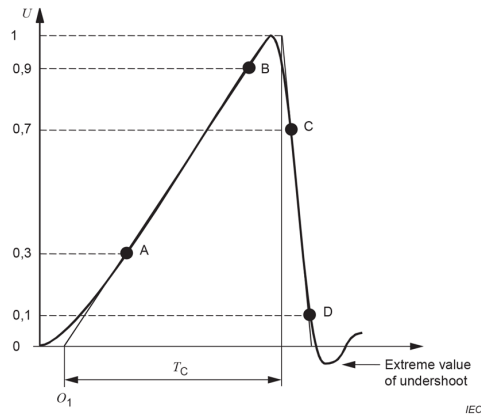
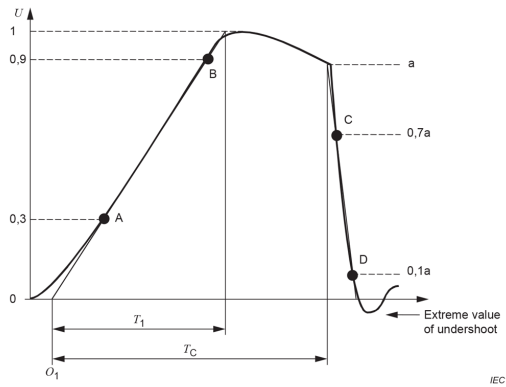


Figura 2.6: Forma de onda completa de la tensión de impulso tipo rayo [32].



((a)) Frente cortado.



((b)) Cola cortada.

Figura 2.7: Impulso tipo rayo cortado en el frente (a) y cortado en la cola (b) [32].

Donde:

- T_{AB} : intervalo de tiempo entre los instantes en que la tensión alcanza el 30 % (punto

A) y el 90 % (punto B) del valor de cresta.

- T_1 : tiempo de frente. Parámetro virtual igual a $1/0,6$ veces T_{AB} .
- O_1 : origen virtual. Instante que precede al punto A en un tiempo igual a $0,3 T_1$.
- T_2 : tiempo hasta el valor mitad. Parámetro virtual definido como el intervalo entre el origen virtual O_1 y el instante en que la tensión decae al 50 % del valor de cresta.
- T_C : tiempo hasta el corte. Intervalo de tiempo entre el origen virtual O_1 y el instante de corte.
- C : punto correspondiente al 70 % de la tensión inmediatamente antes del colapso.
- D : punto correspondiente al 10 % de la tensión inmediatamente antes del colapso.

Tensión de impulso tipo maniobra

La norma IEC 60060-1 [32] define la tensión de impulso tipo maniobra como un impulso de tensión cuyo tiempo de frente es de 20 $[\mu s]$ o más. La forma de onda normalizada es un impulso 170/2500, con un tiempo de frente T_1 de 170 $[\mu s]$ y un tiempo hasta el valor mitad T_2 de 2500 $[\mu s]$, correspondiendo este último al instante en que la tensión desciende al 50 % de su valor máximo. Un tiempo de frente de 170 $[\mu s]$ equivale aproximadamente al tiempo hasta el pico de 250 $[\mu s]$ utilizado en ediciones anteriores; en la edición vigente este último parámetro se considera obsoleto y se reemplaza por el tiempo de frente, de modo de emplear un único procedimiento de evaluación para los impulsos tipo rayo y tipo maniobra.

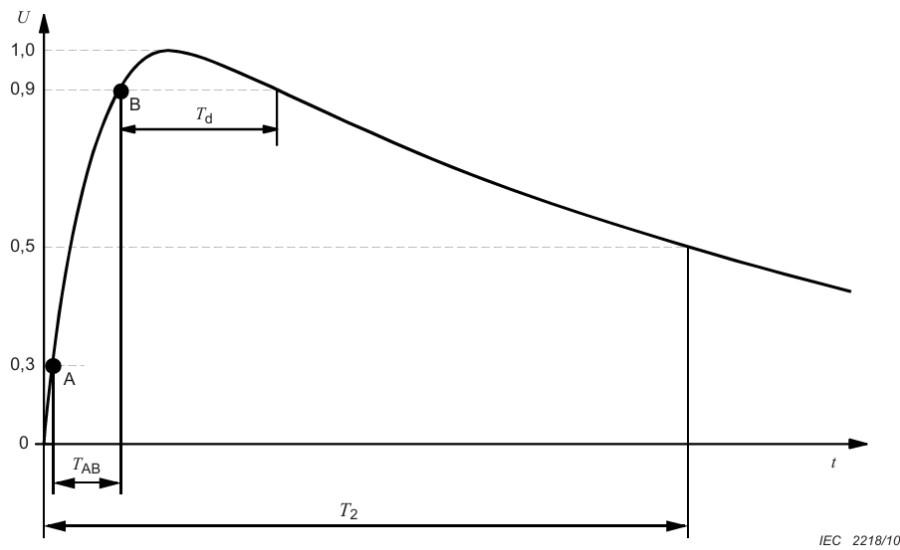


Figura 2.8: Impulso tipo maniobra, con sus parámetros representativos [32].

Cuyos parámetros son:

- T_{AB} : intervalo de tiempo entre los puntos A y B , es decir, el tiempo que tarda la onda en subir del 30 % al 90 % de su valor máximo.
- T_1 : tiempo de frente. Parámetro virtual igual a $1/0,6$ veces T_{AB} .
- T_d : tiempo por encima del 90 %, es decir, el intervalo durante el cual la tensión permanece por encima del 90 % de su valor máximo.
- T_2 : tiempo hasta el valor mitad. Intervalo entre el origen virtual y el instante en que la tensión desciende por primera vez al 50 % de su valor máximo.

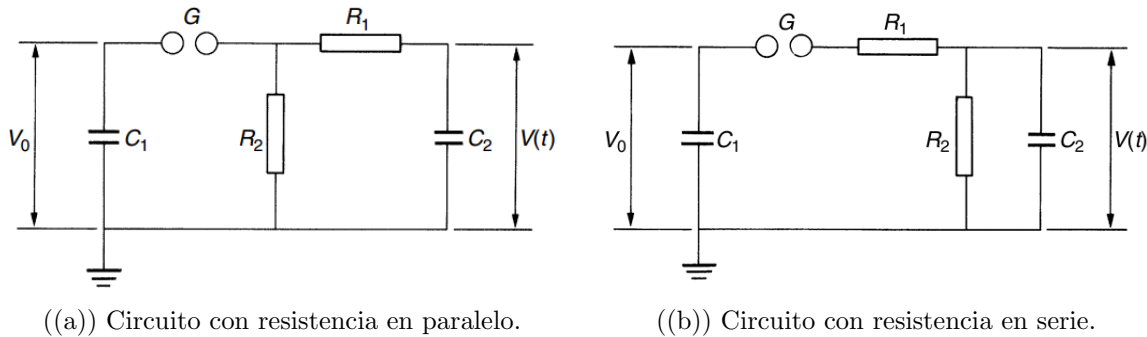
Circuito generador de impulsos

Para llevar a cabo ensayos de rigidez dieléctrica frente a sobretensiones atmosféricas, es necesario reproducir de manera controlada las ondas de impulso tipo rayo normalizadas por la IEC 60060-1. Con este propósito, se emplean generadores de impulso capaces de producir tensiones transitorias representativas de los esfuerzos eléctricos provocados por descargas atmosféricas sobre los sistemas de aislamiento. La conformación de estas ondas se realiza mediante elementos resistivo-capacitivos diseñadas específicamente para ajustar los parámetros característicos del impulso, tales como el tiempo de frente y el tiempo hasta el semivalor. De esta manera, se garantiza que las formas de onda generadas cumplan con las

tolerancias establecidas por la normativa, asegurando la reproducibilidad de los ensayos y la comparabilidad de los resultados obtenidos entre distintos laboratorios y configuraciones experimentales.

El circuito generador de impulso (Figura 2.10(a)) incluye la fuente de alimentación DC (V_0), el capacitor de carga y descarga (C_2 y C_1), resistencia de frente y cola (R_1 y R_2) y el entrehierro esférico (G). La red de conformación de onda está compuesta por las resistencias (R_1 y R_2) y el condensador (C_2). En esta configuración, R_1 amortigua el circuito y controla el tiempo de frente de la onda, mientras que R_2 controla la descarga de los condensadores, determinando principalmente el tiempo de cola. Por su parte, C_2 representa la capacitancia total de carga, incluyendo el objeto bajo ensayo y los elementos capacitivos conectados en paralelo [10].

En la Figura 2.9 se presentan las configuraciones típicas de circuitos generadores de impulso de una etapa empleados para la obtención de ondas de impulso atmosférico normalizadas. En estas configuraciones se observa la red conformada por las resistencias y capacitancias, encargadas de modelar el frente y la cola de la onda de impulso, permitiendo reproducir formas de onda compatibles con los requerimientos establecidos por la IEC 60060-1.



((a)) Circuito con resistencia en paralelo.

((b)) Circuito con resistencia en serie.

Figura 2.9: Circuitos generadores de impulsos de una sola etapa [10].

2.5.3. Rigidez dieléctrica

La rigidez dieléctrica de un líquido aislante constituye uno de los parámetros fundamentales para evaluar su capacidad de soportar campos eléctricos intensos sin que ocurra una descarga disruptiva. Esta propiedad no representa una característica intrínseca del material, sino que corresponde a un procedimiento empírico sensible a la presencia de contaminantes como agua y partículas en suspensión, la cuantificación resulta esencial tanto en pruebas de aceptación de líquidos nuevos como en el monitoreo de equipos en servicio [33].

La norma IEC 60156 sugiere dos ejemplos de celdas adecuados para realizar las pruebas

los cuales se muestran en la Figura 2.10, el primero son electrodos esféricos de 12,5 mm a 13 mm de diámetro. El otro ejemplo que se dan son los electrodos parcialmente esféricos de un radio de $25 \pm 0,25$ mm y un diámetro de 36 mm. Ambas configuraciones deben tener una separación entre ellos de igual manera de $2,50 \pm 0,05$ mm. El eje del sistema deberá estar en horizontal y estar al menos 40 mm por debajo de la superficie de prueba [33].

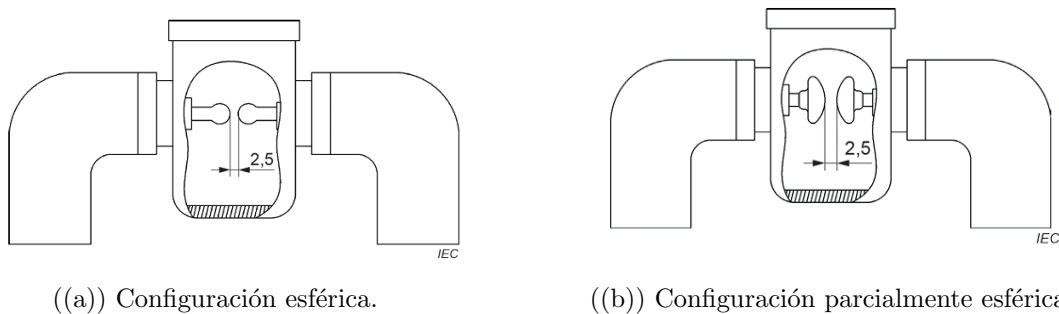


Figura 2.10: Ejemplos de celdas de prueba normalizadas [33].

Desde el punto de vista del procedimiento, la norma prescribe la aplicación de una rampa de tensión uniforme de $2,0 \pm 0,2$ [kV/s] desde cero hasta la ocurrencia de la ruptura, realizándose seis descargas consecutivas con intervalos de reposo de al menos 2 minutos entre cada evento. El valor reportado corresponde a la media aritmética de las seis mediciones, acompañada de la desviación estándar y el coeficiente de variación. [33].

2.5.4. Tangente delta

El factor de disipación dieléctrica (DF), también conocido como tangente de delta ($\tan \delta$), es un parámetro ampliamente utilizado para evaluar la condición y confiabilidad del sistema de aislamiento en transformadores de potencia. Un dieléctrico ideal se comporta como un capacitor perfecto y sin pérdidas, donde la corriente se encuentra desfasada 90° respecto de la tensión aplicada. Sin embargo, en sistemas reales aparece una componente resistiva de corriente I_R , asociada a fenómenos de envejecimiento, humedad y presencia de impurezas conductivas en el aceite y en el material aislante [34].

Como consecuencia, el desfase entre tensión y corriente disminuye respecto al caso ideal, originándose un ángulo de pérdidas δ , el cual refleja el nivel de contaminación y deterioro del aislamiento. La tangente de este ángulo representa la relación entre la corriente resistiva y la corriente capacitiva I_C , permitiendo cuantificar las pérdidas dieléctricas del sistema aislante:

$$DF = \tan(\delta) = \frac{|I_R|}{|I_C|} \quad (2.1)$$

La Figura 2.11 muestra la relación entre la corriente resistiva I_R y la corriente capacitiva I_C en un sistema de aislamiento. En un dieléctrico ideal, representado a la izquierda, la corriente es completamente capacitiva y se encuentra desfasada 90° respecto de la tensión, por lo que no existen pérdidas resistivas ($I_R = 0$). Sin embargo, en un aislamiento real, mostrado a la derecha, aparecen corrientes resistivas asociadas a humedad, envejecimiento y contaminación del material aislante. Estas pérdidas provocan que la corriente total I_{total} deje de estar en cuadratura perfecta con la tensión, originando un ángulo de pérdidas δ . La tangente de este ángulo corresponde a la relación entre la componente resistiva y la componente capacitiva de la corriente, permitiendo cuantificar las pérdidas dieléctricas del sistema aislante [34].

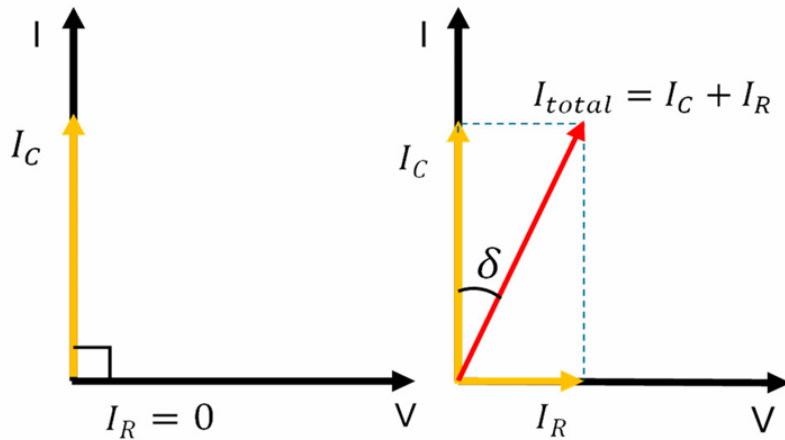


Figura 2.11: Diagrama fasorial de las corrientes capacitiva y resistiva en un aislamiento ideal (izquierda) y real (derecha), ilustrando el ángulo de pérdidas dieléctricas δ [34].

La medición normalizada de la tangente de delta en líquidos aislantes se encuentra establecida en la norma IEC 60247 [35], esta norma especifica las condiciones bajo las cuales debe efectuarse el ensayo: una temperatura de prueba de 90°C , una tensión alterna sinusoidal con frecuencia comprendida entre 40 y 62 Hz, y un esfuerzo eléctrico aplicado al líquido en el rango de 0,03 a 1 kV/mm. La medición se realiza mediante una celda de prueba de tres terminales construida en acero inoxidable, provista de un sistema de guarda que minimiza la influencia de las corrientes de fuga superficiales sobre la medición, mejorando la precisión de los resultados.

A frecuencia industrial y a temperatura suficientemente elevada, las pérdidas dieléctri-

cas pueden atribuirse principalmente a la conductividad del líquido, es decir, a la presencia de portadores de carga libres en el aceite [35]. Por esta razón, mientras que la permitividad relativa se ve escasamente alterada por la presencia de impurezas, la tangente de delta resulta fuertemente afectada por trazas de contaminantes disueltos o partículas coloidales, lo que la convierte en un indicador sensible del grado de contaminación y de la calidad del sistema aislante.

En el caso particular de los aceites minerales aislantes, la norma IEC 60296 establece los requisitos que debe cumplir el líquido e incorpora el factor de disipación dieléctrica como uno de sus parámetros de aceptación. Dicha norma dispone que este factor se mida según el método de referencia IEC 60247 a una temperatura de 90 °C, y fija para un aceite mineral nuevo, en estado de entrega, un valor de $\tan \delta$ no superior a 0,005 a dicha temperatura. Valores por sobre este límite evidencian la presencia de contaminantes polares o una calidad de refinación deficiente, de modo que el factor de disipación constituye un criterio normalizado para evaluar la pureza y el estado del aceite [36].

Este valor de referencia adquiere especial relevancia en el estudio de nanofluidos dieléctricos, dado que la incorporación de nanopartículas puede modificar el factor de disipación respecto del aceite base. Así, el límite de 0,005 a 90 °C constituye un punto de comparación para determinar si el nanofluido conserva un nivel de pérdidas dieléctricas dentro de lo aceptable para un aislamiento líquido. Esto debe ser considerado en este trabajo como referencia frente a la cual se contrasta el comportamiento del nanofluido.

2.6. Situación actual

El aceite mineral continúa siendo el aislamiento líquido predominante en transformadores de potencia, pese a limitaciones reconocidas: baja conductividad térmica, inflamabilidad, escasa biodegradabilidad y pérdida de rigidez dieléctrica frente a la humedad y al envejecimiento térmico [2]. Esta línea de mejora es especialmente pertinente si se considera que los devanados y el sistema de aislamiento concentran la mayor proporción de fallas en transformadores de potencia, del orden del 41 % según los registros de causas de falla [37]. En este contexto, los nanofluidos dieléctricos (DNFs) se han consolidado como la alternativa más estudiada de la última década, la dispersión de nanopartículas en el aceite base permitiría mejorar de forma simultánea la rigidez dieléctrica, la conductividad térmica y la estabilidad química. Se reportan, en condiciones óptimas, incrementos del orden de 35 % en la tensión de ruptura, 26 % en la conductividad térmica y reducciones cercanas a 33 % en la tangente delta respecto del aceite base [4]. Sin embargo, estas cifras provienen de condiciones experimentales heterogéneas y, como se discute a continuación, los beneficios reportados aún no se traducen en un criterio de diseño unificado ni en una adopción industrial consolidada [22].

2.6.1. Líneas de investigación: tipo de nanopartícula y fluido base

La investigación sobre DNFs se ha estructurado, en buena medida, en torno a la naturaleza de la nanopartícula y a su clasificación eléctrica en aislantes, semiconductoras y conductoras, desarrollada en la Sección 2.2. Cada familia ha sido evaluada de forma extensa, pero aún no está claro cuál ofrece el mejor compromiso entre rigidez dieléctrica, pérdidas y estabilidad. La evidencia es dispar: las nanopartículas conductoras destacan como captadores de electrones bajo impulso, mientras que en corriente alterna las mejoras más consistentes provienen de partículas de brecha intermedia o ancha, como ilustra la Tabla 2.1, donde la Al_2O_3 aislante encabeza el incremento de la tensión de ruptura. Las partículas más conductoras, además, elevan el riesgo de formar cadenas conductoras y de incrementar las pérdidas dieléctricas, de modo que el beneficio depende fuertemente de la concentración y de la calidad de la dispersión [7].

De manera análoga, la elección del fluido base define una segunda línea de trabajo. Frente al aceite mineral, los ésteres naturales y sintéticos y los aceites vegetales. Los aceites de origen vegetal presentan limitaciones estructurales (alta viscosidad, elevado punto de escurecimiento, mayores pérdidas dieléctricas y deficiente estabilidad a la oxidación) que obligan a corregirlos mediante nanopartículas [38]. La literatura presenta así un sesgo temático: gran parte de los esfuerzos recientes se concentra en ésteres y aceites vegetales, mientras que el aceite mineral, aún dominante en las instalaciones, ha sido comparativamente menos explorado en combinación con óxidos semiconductores no convencionales.

2.6.2. Mecanismos de mejora y concentración óptima

Los mecanismos por los que las nanopartículas elevan la rigidez dieléctrica (la captura de los electrones rápidos del frente de descarga por las partículas conductoras y el atrapamiento sucesivo en trampas superficiales en las semiconductoras, junto con la modificación del campo eléctrico local y la constante de relajación) se expusieron en la Sección 2.2. Conviene, en cambio, subrayar su principal limitación, estos modelos se infieren de forma indirecta a partir de mediciones macroscópicas y no constituyen una teoría unificada; persisten desafíos para explicar por qué una misma nanopartícula mejora el desempeño en un aceite y lo degrada en otro [7].

Algo análogo ocurre con la concentración. Como se mostró en la Subsección 2.3.2, existe un óptimo por encima del cual el desempeño decae, el punto no resuelto es que no hay consenso sobre el valor de esa concentración óptima. Los máximos reportados varían en órdenes de magnitud entre trabajos, en parte porque cada estudio emplea un aceite base, un tamaño de partícula, un surfactante y un método de dispersión distintos, y porque las concentraciones se expresan en unidades no homologables (% en peso, g/L o fracción volumétrica). La literatura presenta, por tanto, limitaciones serias de comparabilidad y reproducibilidad, lo que dificulta extraer reglas de diseño transferibles entre formulaciones

[4].

2.6.3. Estabilidad coloidal, surfactantes y métodos de preparación

La estabilidad coloidal persiste como el principal cuello de botella para la aplicación práctica de los DNFs. Los mecanismos en juego (aglomeración y sedimentación por fuerzas, papel del ácido oleico) se trataron en la Subsección [2.3.3] y en la Sección [2.4]; aquí interesa el límite que la literatura aún no resuelve. Por una parte, el surfactante impone una realidad, un exceso incrementa la viscosidad, eleva las pérdidas dieléctricas y deteriora la estabilidad, y su concentración óptima todavía no se encuentra estandarizada [5]. Por otra, su eficacia es sensible a la temperatura, en nanofluidos se ha reportado que los surfactantes pierden su capacidad estabilizadora por sobre los 60[°C], de modo que una suspensión estable durante años en almacenamiento puede degradarse a las temperaturas de operación del transformador [39].

El método de preparación condiciona directamente este balance. La ruta de dos pasos y su variante modificada, con recubrimiento previo de la nanopartícula, se describieron en la Sección [2.4]. Faltan estudios que comparen de forma sistemática, y bajo condiciones idénticas, el método two-step clásico y con sus variantes modificadas, por lo que el efecto neto del recubrimiento previo sobre la estabilidad y el desempeño dieléctrico permanece insuficientemente caracterizado. Para el seguimiento de esa estabilidad, la espectroscopía UV-Visible se ha consolidado como una técnica accesible y sensible, complementaria a la turbidimetría y al potencial zeta [26].

2.6.4. CoMn_2O_4

Entre las nanopartículas semiconductoras de brecha estrecha, los óxidos de estructura espinela han recibido atención por su capacidad de captura de carga y, en el caso de las ferritas, por su respuesta magnética. Las espinelas basadas en hierro, como la magnetita (Fe_3O_4) y la ferrita mixta de zinc (ZnFe_2O_4), ya se introdujeron en la Sección [2.2], la observación pendiente es que las espinelas de metales de transición sin hierro, y en particular la manganita de cobalto CoMn_2O_4 , permanecen prácticamente inexploradas como fase dispersa en nanofluidos dieléctricos para transformadores.

El CoMn_2O_4 es un semiconductor de estructura espinela con una brecha de energía cercana a 1,61[eV] [9], valor que lo sitúa dentro del rango considerado favorable para la captura de carga [14]. Su estudio, sin embargo, se ha circunscrito hasta ahora a la fotocatalisis [9] y al almacenamiento de energía [40], sin que exista evidencia sobre su comportamiento dieléctrico ni sobre su estabilidad coloidal al dispersarse en aceite.

2.6.5. Síntesis de los vacíos y posicionamiento del trabajo

En conjunto, la literatura revela un campo activo pero fragmentado. Aunque numerosos estudios confirman el potencial de los nanofluidos dieléctricos, persisten vacíos en cuatro frentes: (i) la ausencia de consenso respecto a la clase de nanopartícula y a la concentración óptimas, agravada por la baja comparabilidad entre estudios; (ii) la estabilidad coloidal a largo plazo y la dosificación del surfactante, aún no estandarizadas; (iii) la escasa comparación sistemática entre el método two-step clásico y sus variantes modificadas; y (iv) la limitada exploración de óxidos espinela mixtos, como el CoMn_2O_4 , sobre aceite mineral. Es precisamente en la intersección de estos vacíos donde se inscribe el presente trabajo, que evalúa un nanofluido Aceite/ CoMn_2O_4 preparado mediante un método two-step modificado (con recubrimiento previo de las nanopartículas con ácido oleico) y contrasta su estabilidad coloidal y sus propiedades dieléctricas frente al aceite base y a la ruta two-step convencional.

Capítulo 3

Metodología experimental

3.1. Síntesis de nanopartículas

Materiales

- Nitrato de manganeso (II) tetrahidratado ($Mn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$)
- Nitrato de cobalto (II) hexahidratado ($Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$)
- Etanol

Método experimental

- Nanopartícula método I: La espinela $CoMn_2O_4$ (CMO) fue sintetizada mediante un método de coprecipitación. Para ello, se disolvieron 1,67 mmol de $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ y 3,33 mmol de $Mn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ en 25 mL de agua ultrapura, manteniendo la mezcla bajo agitación magnética hasta alcanzar la completa disolución de los precursores. Posteriormente, la solución se calentó a 60 °C y se adicionó hidróxido de sodio (NaOH) concentrado de forma gradual hasta alcanzar un pH de 11.

Una vez alcanzado el pH deseado, la suspensión se mantuvo bajo agitación constante durante 30 minutos para favorecer la formación y crecimiento del precipitado. El producto obtenido fue recuperado mediante centrifugación a 9000 rpm durante 10 minutos y posteriormente sometido a tres ciclos de lavado con agua ultrapura y dos ciclos de lavado con etanol, con el objetivo de eliminar residuos de reactivos no reaccionados y subproductos de síntesis.

Finalmente, el material fue secado en estufa a 80 °C durante 12 horas, obteniéndose la espinela $CoMn_2O_4$ como producto final.

- Nanopartícula método II: La espinela $CoMn_2O_4$ (CMO) recubierta con ácido oleico fue sintetizada mediante un método de coprecipitación. Para ello, se disolvieron 1,67 mmol de $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ y 3,33 mmol de $Mn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ en 25 mL de agua ultrapura, manteniendo la mezcla bajo agitación magnética hasta lograr la completa disolución de los precursores.

Posteriormente, la solución se calentó a 60 °C y se añadió hidróxido de sodio (NaOH) concentrado de manera gradual hasta alcanzar un pH de 11. Una vez alcanzado el pH deseado, la suspensión se mantuvo bajo agitación constante durante 30 minutos para favorecer la formación del precipitado.

A continuación, se incorporó 1 mL de ácido oleico gota a gota, manteniendo la agitación durante 30 minutos adicionales con el propósito de promover el recubrimiento superficial de las nanopartículas.

El producto obtenido fue recuperado mediante centrifugación a 9000 rpm durante 10 minutos. Posteriormente, se realizaron tres lavados sucesivos con agua ultrapura y dos lavados con acetona para eliminar residuos de reactivos no reaccionados y subproductos de síntesis. Finalmente, el material fue secado en estufa a 80 °C durante 12 horas

A continuación se muestra las nanopartículas obtenidas mediante ambos métodos:



Figura 3.1: Nanopartículas creadas mediante el Método I (330 mg) y el Método II (650 mg) [Elaboración propia].

3.2. Síntesis de nanofluido

Materiales

- Aceite mineral
- Ácido oleico
- Nanopartículas CoMn_2O_4

Método experimental

Ambas mezclas fueron preparadas mediante el método de dos pasos (*two-step*), descrito en la Sección 2.3.1. Para cada nanofluido se evaluaron tres concentraciones de nanopartículas en la mezcla: 0,001 %, 0,003 % y 0,005 %.

- Mezcla I : Para la preparación de la mezcla, se añadió ácido oleico (especificaciones A.1) en una proporción equivalente al 0,1 % del volumen total, junto con la concentración de nanopartículas previamente seleccionada. Inicialmente, la mezcla fue preparada en un frasco pequeño que contenía 10 g de aceite base y posteriormente sometida a ultrasonificación mediante un equipo Digital Ultrasonic Cleaner durante 4:30 [h], con el objetivo de favorecer la dispersión de las nanopartículas y reducir su aglomeración. Una vez finalizada esta etapa, la suspensión obtenida fue incorporada al volumen total de aceite requerido en un recipiente de mayor capacidad y sometida a homogenización utilizando un agitador VELP modelo OV625 durante 1 h, con el fin de asegurar una dispersión uniforme de las nanopartículas en el aceite.
- Mezcla II: Para esta mezcla se siguió el mismo procedimiento descrito anteriormente. Sin embargo, en este caso no fue necesaria la incorporación de ácido oleico, debido a que las nanopartículas utilizadas ya contaban con dicho compuesto incorporado en su superficie.

El procedimiento de preparación del nanofluido se presenta en la Figura 3.2. En dicha figura, el ácido oleico se identifica mediante un asterisco (*), indicando que este aditivo fue utilizado únicamente en la mezcla I. En particular, para la mezcla II no se empleó ácido oleico; sin embargo, se mantuvo el mismo esquema con fines de uniformidad y facilitar la comparación entre los distintos procedimientos experimentales

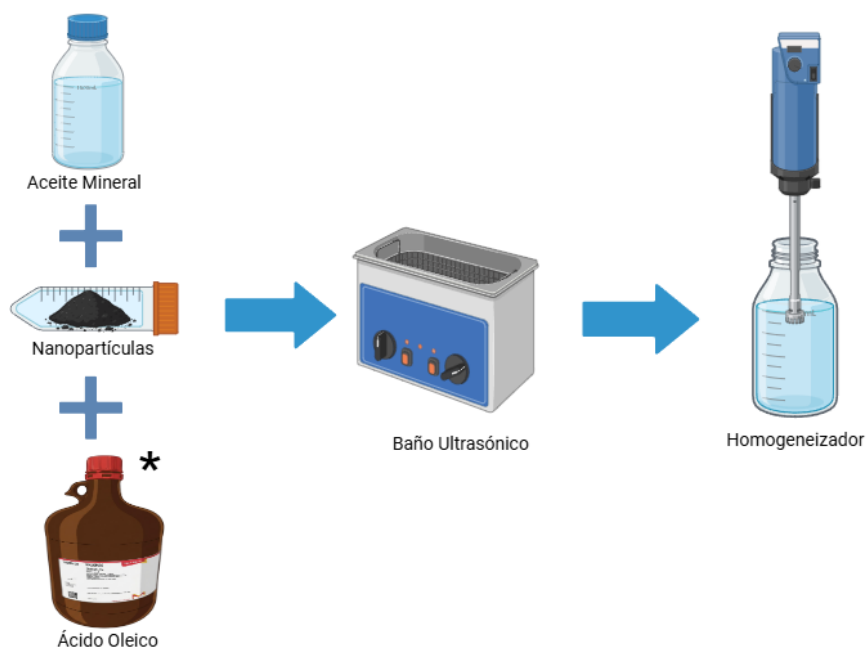


Figura 3.2: Proceso de síntesis del nanofluido [*Elaboración propia*].

3.3. Estabilidad coloidal

Materiales

- Espectrofotómetro Orion AquaMate 7100 Vis
- Turbidímetro Orion AQ4500

Método experimental

Con el objetivo de analizar la estabilidad coloidal de los nanofluidos, las muestras se monitorearon mediante turbidimetría y espectroscopia UV-visible a lo largo de aproximadamente diez semanas de almacenamiento. La frecuencia de medición no fue constante, en los primeros días posteriores a la preparación se registró con más frecuencia los valores ya que es ahí donde se muestran los cambios más evidentes, para posteriormente amplificar progresivamente a intervalos de 3 a 7 días durante el primer mes, y a intervalos de dos a tres semanas hacia el final del seguimiento, a medida que la evolución del sistema se hacía más lenta. Entre mediciones, las muestras permanecieron en reposo (sin agitación ni redispersión), a temperatura ambiente y resguardadas de la luz directa, con el fin de evitar perturbaciones externas que pudieran alterar el estado coloidal del sistema.

Espectroscopía UV-Visible

Para evaluar la estabilidad coloidal de las muestras se realizaron mediciones de espectroscopia UV-Vis mediante un espectrofotómetro Thermo Scientific Orion AquaMate 7100 VIS. Este equipo opera en un rango de longitudes de onda comprendido entre 325 y 1100 nm, utilizando una lámpara de tungsteno-halógena como fuente de radiación.

El análisis se basa en la interacción de la radiación electromagnética con la muestra, determinando la absorbancia en función de la longitud de onda. Para cada medición, las muestras fueron colocadas en cubetas de vidrio óptico limpias y libres de impurezas, evitando la presencia de huellas, manchas o residuos que pudieran afectar la transmisión de la luz, estos se muestran en la Figura 3.3.

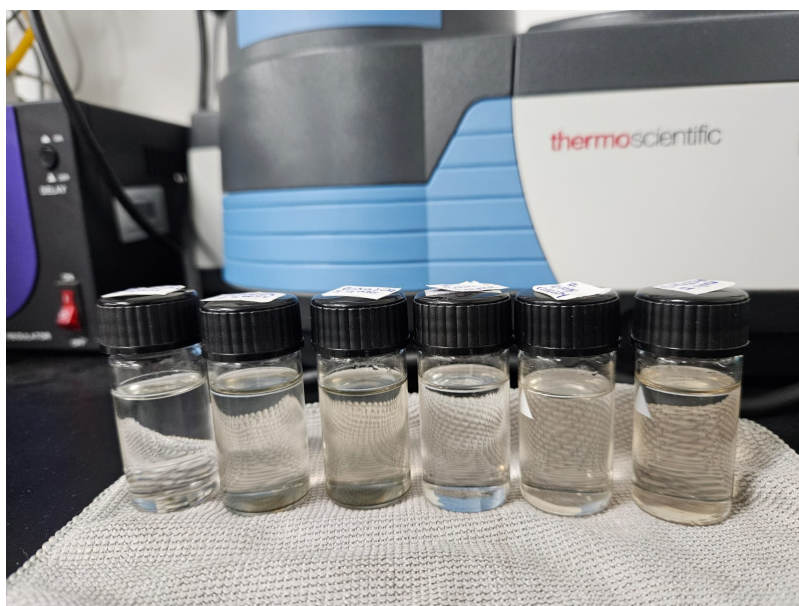


Figura 3.3: Muestras de nanofluido almacenadas en viales de vidrio óptico previo a la realización de las mediciones. [Elaboración propia]

Previo al análisis de las muestras, se realizó la corrección de línea base mediante una medición en blanco, utilizando el fluido base correspondiente sin nanopartículas, que en este caso es aceite mineral. Esta medición de referencia permitió compensar la absorbancia asociada al solvente y al sistema óptico del equipo. Posteriormente, se registró el espectro de absorbancia de cada muestra dentro del rango de longitudes de onda seleccionado. [41].

Antes de la primera medición, las muestras fueron previamente homogenizadas mediante agitación con el fin de asegurar una distribución uniforme de las nanopartículas en suspensión para cada caso. Luego se fue midiendo periódicamente para registrar la absor-

bancia con el paso del tiempo. Los cambios en la absorbancia obtenidos fueron utilizados como indicador indirecto de la estabilidad coloidal, ya que variaciones en la dispersión de las nanopartículas modifican la cantidad de radiación absorbida y transmitida a través del nanofluido.

Turbidimetría

Además, la estabilidad coloidal de los nanofluidos se evaluó mediante mediciones de turbidez utilizando un turbidímetro Thermo Scientific Orion AQUAfast AQ4500 (Figura 3.4). Para cada ensayo, las muestras fueron previamente homogenizadas mediante agitación suave con el fin de asegurar una distribución uniforme de las nanopartículas en suspensión. Posteriormente, se transfirieron aproximadamente 12 mL de muestra a viales de medición, los cuales fueron limpiados cuidadosamente para eliminar humedad, huellas dactilares o cualquier contaminante superficial que pudiera afectar las lecturas de turbidez.

Las mediciones se realizaron empleando el modo EPA 180.1 del equipo previamente calibrado. Cada vial fue introducido en la cámara de medición manteniendo una orientación constante y posteriormente cubierto mediante la tapa protectora del instrumento para evitar la interferencia de luz externa durante el análisis. Una vez posicionada la muestra, se efectuó la lectura de turbidez y el valor obtenido fue registrado en unidades nefelométricas de turbidez (NTU) [42].



Figura 3.4: Equipo Thermo Scientific Orion AQUAfast AQ4500 [Elaboración propia].

3.4. Tangente delta

Materiales

- Tangente Delta TOR-3 (TOR-3 LSL)

Método experimental

La tangente del ángulo de pérdida dieléctrica ($\tan \delta$) de cada muestra se determinó con el equipo Tangente Delta TOR-3 (TOR-3 LSL) Figura 3.5, siguiendo el procedimiento establecido en la norma IEC 60247:2004 [35] mencionados en la Sección 2.5.4.

Previamente a cada ensayo, la celda de medición y los electrodos se limpiaron cuidadosamente para eliminar residuos de muestras anteriores. La celda se enjuagó llenándola y drenándola con el propio fluido a ensayar, de manera de asegurar que la muestra medida fuera representativa. En el llenado definitivo se cargó la celda con el volumen requerido (aproximadamente 50 ml), se configuró la norma IEC 60247 en el software del equipo y se elevó la temperatura de la muestra hasta 90°C, lo establecido por la norma. Una vez alcanzada la temperatura, se aplicó una tensión sinusoidal de 1500 V a frecuencia indus-

trial de 51 Hz, que eran los valores a los que venía configurados el equipo para este ensayo, y el puente de medición registró el valor de $\tan \delta$ y resistividad relativa. Tras obtener la primera lectura, la muestra utilizada se descartó abriendo la compuerta de la celda desde el software del equipo y se realizó un nuevo llenado para efectuar una segunda medición. El procedimiento se repitió para el aceite mineral base y para cada una de las concentraciones de $CoMn_2O_4$ estudiadas.



Figura 3.5: TOR-3 (TOR-3 LSL) [43].

3.5. Rigidez dieléctrica

Materiales

- Equipo DPA 75C Baur

Método experimental

La rigidez dieléctrica de las muestras fue evaluada mediante un analizador de tensión de ruptura BAUR DPA 75 C (Figura 3.6), siguiendo el procedimiento establecido en la norma IEC 60156. Previamente a cada ensayo, el recipiente de medición y los electrodos fueron limpiados cuidadosamente para evitar contaminación de la muestra. Posteriormente, la celda de ensayo fue acondicionada mediante enjuague con el mismo aceite a evaluar y llenada cuidadosamente, evitando la formación de burbujas de aire que pudieran alterar los resultados de medición.



Figura 3.6: Equipo BAUR DPA 75 C utilizado en los ensayos de tensión de ruptura. [44]

Para los ensayos se utilizaron electrodos tipo semiesféricos con una separación de 2,5 mm, ajustada mediante el sistema de regulación incorporado en el equipo. Una vez preparada la muestra, la celda fue introducida en el compartimiento de medición y se ejecutó la secuencia automática de ensayo configurada según la norma IEC 60156:1995. Durante cada medición, la tensión aplicada entre los electrodos fue incrementada progresivamente hasta producir la ruptura dieléctrica del aceite, registrándose el valor correspondiente de tensión de ruptura.

De acuerdo con la metodología establecida en la norma, se realizaron seis mediciones consecutivas para cada muestra, manteniendo intervalos de tiempo entre ensayos con el fin de favorecer la dispersión de los productos generados por la descarga y restablecer las condiciones dieléctricas del fluido. Finalmente, la rigidez dieléctrica de cada muestra fue determinada a partir del valor promedio de las tensiones de ruptura registradas [44].

3.6. Impulso tipo rayo

Materiales

- HV9103, fuente de alta tensión, TERCO.

- HV9105, transformador para pruebas HV, 100 [kV], 0.1 [A], 10 [kVA], TERCO.
- HV9141, capacitor de medición, 100 [pF], 100 [kV], TERCO.
- HV9111, 2 diodos rectificadores, 100 [k Ω], 140 [kV], 20 [mA], TERCO.
- HV9121, resistencia, 10 [M Ω], 140 [kV], TERCO.
- HV9122, resistencia de frente, 350 [Ω], 140 [kV], TERCO.
- HV9123, resistencia de cola, 2800 [Ω], 140 [kV], TERCO.
- HV9126, drive para gap de esfera, 50/60 [Hz], 220 [kV], TERCO.
- HV9112, capacitor de suavizado, 25000 [pF], 140 [kV], TERCO.
- HV9120, capacitor de carga, 1.2 [nF], 140 [kV], TERCO.
- HV9113, resistencia de medición, 280 [M Ω], 140 [kV], 0.5 [mA], TERCO.
- HV9107, pértiga, TERCO.
- HV9130, divisor de bajo voltaje, TERCO.
- HV9125, electrodos esféricos, 140 [kV], TERCO.
- HV9114, descargador, 140 [kV], TERCO.
- HV9108, barras de conexión, TERCO.
- HV9109, conectores ,TERCO.
- HV9110, pedestales, TERCO.
- HV9119, barra espaciadora, TERCO.
- HV9133, Measuring Spark Gap, 100 [kV] (RMS AC), 140 [kV] (DC) , TERCO.
- HV9124, barra aislante, 100 [kV] (RMS AC), 140 [kV] (DC), TERCO.
- MSOX3014A, osciloscopio, Keysight Technologies.
- HV9150, voltímetro peak AC, TERCO.
- HV9151, voltímetro DC, TERCO.
- HV9152, voltímetro peak de impulso, TERCO.
- HV9131, cable de disparo óptico, TERCO.
- HV9132, esfera de disparo, TERCO.
- CT4028, punta de alta tensión, 27 [kV] (RMS AC), 39 [kV] (DC).

Montaje

Con el propósito de generar impulsos tipo rayo, se utiliza el circuito mostrado en la Figura 3.7, el cual está compuesto por el regulador de tensión Control Desk HV9103 acoplado al lado de baja de tensión del transformador de prueba HV9105. Conectado al devanado de alta tensión del transformador de prueba está el condensador de medición HV9141, el cual a su vez está conectado al terminal HV9150 para registrar la tensión. En paralelo al capacitor de medida HV9141, está conectado en serie un par de diodos HV9111, la resistencia limitante HV9121 y la conexión paralela entre capacitor de suavizado HV9112 y la resistencia de medición HV9113, la cual está conectada al terminal HV9151 para medir la tensión continua. Adicionalmente al circuito HVDC se conecta en estrella los electrodos esféricos HV9125, la resistencia de cola de onda HV9123 y el acoplamiento en serie de la resistencia de frente de onda HV9122 junto al capacitor de carga HV9120, el cual está conectado a través del divisor capacitivo HV9130 a la entrada del terminal HV9152. El osciloscopio está conectado a la salida del terminal HV9152.

Es importante señalar que los impulsos tipo rayo se imponen en el capacitor de carga HV9120 y para su generación se necesita cargar el condensador de suavizado HV9112 y luego de esto accionar de manera remota una descarga en el explosor de esferas HV9125. Además, como medida de seguridad se conecta el interruptor de descarga HV9114 al capacitor de suavizado HV9112.

La muestra bajo ensayo se dispuso en una celda de prueba con electrodos en configuración punta-plano, conectada en paralelo al capacitor de carga HV9120, de modo que cada impulso generado queda aplicado directamente sobre el fluido. Ambos electrodos permanecieron completamente sumergidos en la muestra, y la celda fue enjuagada con el propio fluido a ensayar antes de cada llenado para evitar la contaminación cruzada entre muestras. Esta configuración punta-plano genera un campo eléctrico fuertemente no uniforme en la punta, condición representativa del inicio y propagación de streamers, y es la empleada en los ensayos.

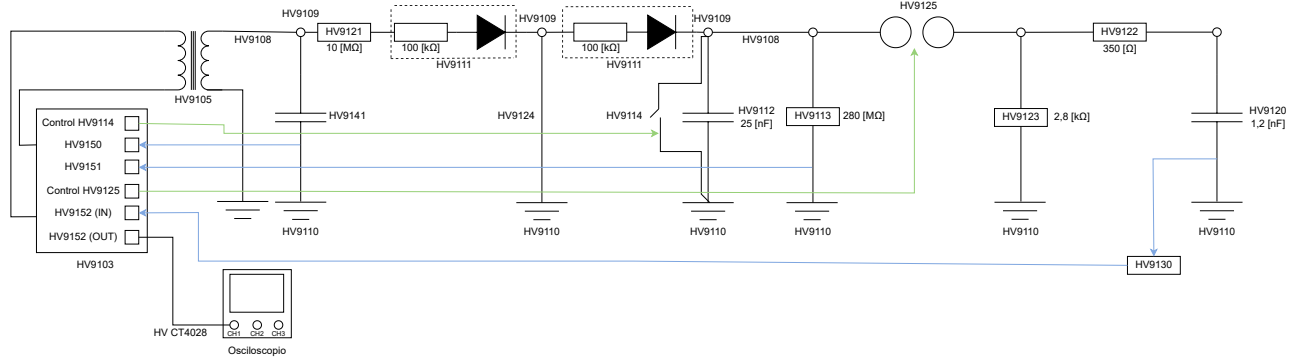


Figura 3.7: Diagrama para la generación de impulso tipo rayo [Elaboración propia].

Una vez cumplidos los pasos previos, se procede al armado del circuito mostrado en la Figura 3.7. Se aplica tensión hasta provocar la ruptura dieléctrica del aire entre las esferas, simulando una descarga tipo rayo. Para lograr esto, se ajusta la separación de los electrodos esféricos (HV9125) según la tensión objetivo, utilizando el control de separación disponible en el tablero de la fuente de alta tensión HV9103. El fenómeno de ruptura se registra mediante un osciloscopio, que detecta el cambio de tensión en el capacitor de carga. Manteniendo esa separación entre los electrodos esféricos, se conecta en paralelo al capacitor de carga (HV9120) el objeto de ensayo que será una celda con electrodos de configuración punta-plano separados por 1 mm entre si, todo esto sumergido en el nanofluido. Para luego proceder a aumentar la tensión hasta lograr ruptura, una vez ocurrida esta se repite el proceso para registrar 60 valores de rupturas consecutivas, con oscilogramas característicos, que se decidieron como las rupturas 1, 20, 30, 40 y 60.

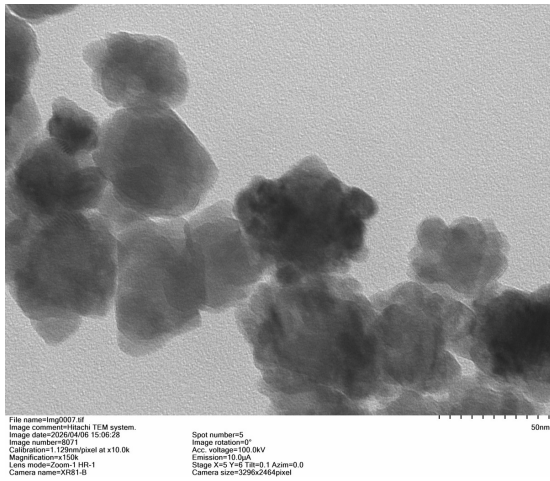
Capítulo 4

Análisis y resultados

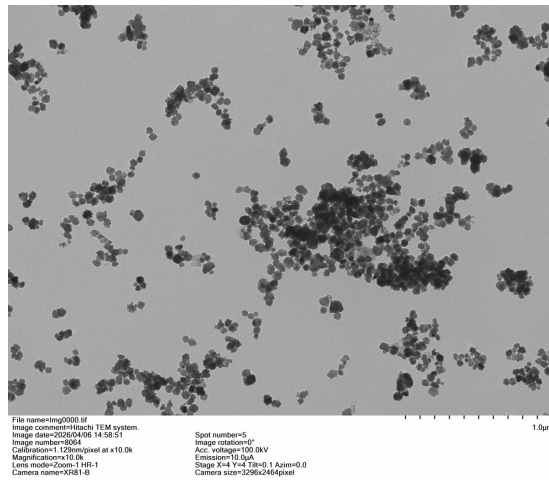
4.1. Síntesis de nanopartículas

La caracterización morfológica de las nanopartículas sintetizadas se llevó a cabo mediante microscopía electrónica de transmisión (TEM). Esta técnica permitió observar la forma, tamaño relativo y grado de aglomeración de las partículas obtenidas, así como evaluar el efecto del recubrimiento superficial con ácido oleico sobre su distribución. Las Figuras [4.1](#) y [4.2](#) presentan las micrografías TEM correspondientes a las nanopartículas obtenidas mediante los métodos de síntesis I y II, respectivamente.

Nanopartícula método I



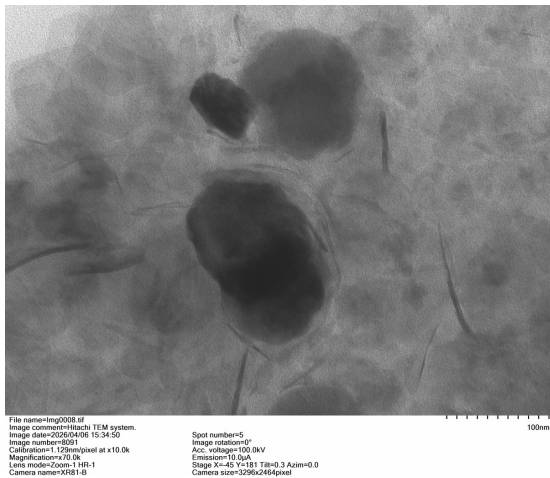
((a)) Distribución de nanopartículas presentes en la muestra a mayor aumento. .



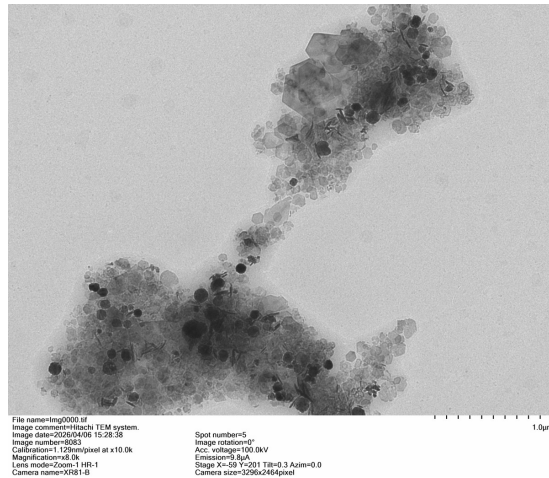
((b)) Distribución de nanopartículas presentes en la muestra a menor aumento.

Figura 4.1: Micrografías TEM de las nanopartículas sintetizadas mediante el método I.

Nanopartícula método II



((a)) Distribución de nanopartículas presentes en la muestra a mayor aumento.



((b)) Distribución de nanopartículas presentes en la muestra a menor aumento.

Figura 4.2: Micrografías TEM de las nanopartículas sintetizadas mediante el método II.

El tamaño de las nanopartículas se midió sobre las imágenes TEM con un programa en Python que detecta cada partícula de forma automática, siguiendo los criterios de la norma ISO 21363 ([45]) para medir tamaño y forma por TEM (ISO, 2020). Para evitar contar aglomerados como si fueran partículas, se usaron solo las imágenes de mayor aumento y con partículas mejor separadas (x60k), y se descartaron las regiones poco circulares, muy alargadas, de bajo contraste o cortadas por el borde de la imagen. Con estos criterios, las nanopartículas de CoMn_2O_4 sin recubrir presentan un diámetro promedio de $38,0 \pm 13,6$ nm ($N = 64$), con forma casi esférica. Para la muestra recubierta con ácido oleico el análisis automático no fue concluyente, ya que la capa orgánica reduce el contraste entre partícula y fondo y el programa solo logra detectar una fracción pequeña y sesgada de la población. Esto es esperable, porque el recubrimiento orgánico casi no genera contraste en TEM y dificulta definir el borde de cada partícula. Cualitativamente, en las micrografías de la muestra recubierta se observan partículas primarias del mismo tamaño que en la muestra sin recubrir, lo que es consistente con que el ácido oleico se adsorbe sobre la superficie sin modificar el núcleo inorgánico. En ambas muestras las partículas aparecen agrupadas en aglomerados de 100 a 400 nm, algo común en nanopartículas de óxidos magnéticos incluso cuando se recubren con ácido oleico [46].

4.2. Síntesis de nanofluido

En la preparación de la mezcla II se aplicó de forma preliminar el mismo protocolo de sonicación utilizado en la mezcla I, dado que en esta última dicha etapa resulta necesaria para promover la adhesión del ácido oleico sobre la superficie de las nanopartículas de CoMn_2O_4 . No obstante, al replicar este paso en la mezcla II se observó la formación de grumos y la aglomeración de las partículas, según se aprecia en la Figura 4.3. Este comportamiento se atribuye a que las partículas de la mezcla II ya se encontraban funcionalizadas con ácido oleico, por lo que la energía adicional aportada por la sonicación favorecía su aglomeración en lugar de mejorar su dispersión. En consecuencia, se determinó que la sonicación no constituye una etapa requerida para la mezcla II, siendo suficiente la homogeneización para obtener una suspensión adecuadamente dispersa.

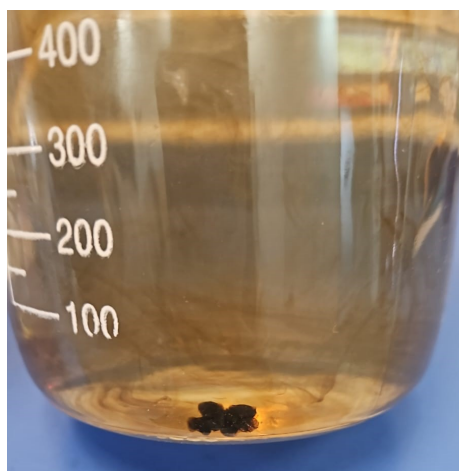


Figura 4.3: Aglomeración de partículas observada en la mezcla II tras aplicar sonicación [Elaboración propia].

4.3. Estabilidad coloidal

Turbidimetría

La estabilidad coloidal de las dispersiones Aceite/ CoMn_2O_4 se evaluó por turbidimetría con un turbidímetro Thermo Scientific Orion AQUAfast AQ4500, que reporta la fracción de luz dispersada a 90° respecto del haz incidente en unidades nefelométricas (NTU) con el principio de medición estandarizado en el método EPA 180 [29]. Cada muestra fue transferida a una celda de vidrio limpia y medida diez veces consecutivas en cada medición el valor reportado para cada fecha corresponde al promedio de esas diez lecturas. El seguimiento se realizó entre el 30 de marzo y el 9 de junio de 2026 sobre los dos métodos.

Los promedios diarios se reproducen en las Tablas B.8 a B.13 del Apéndice de resultados. La Figura 4.4 reúne las seis curvas de turbidez normalizadas al 100 % de su valor inicial frente al tiempo de envejecimiento, tomando como origen el día de la primera medición de cada muestra. La Tabla B.14 sintetiza el valor inicial, el valor de la última medición y la pérdida relativa de turbidez de cada muestra.

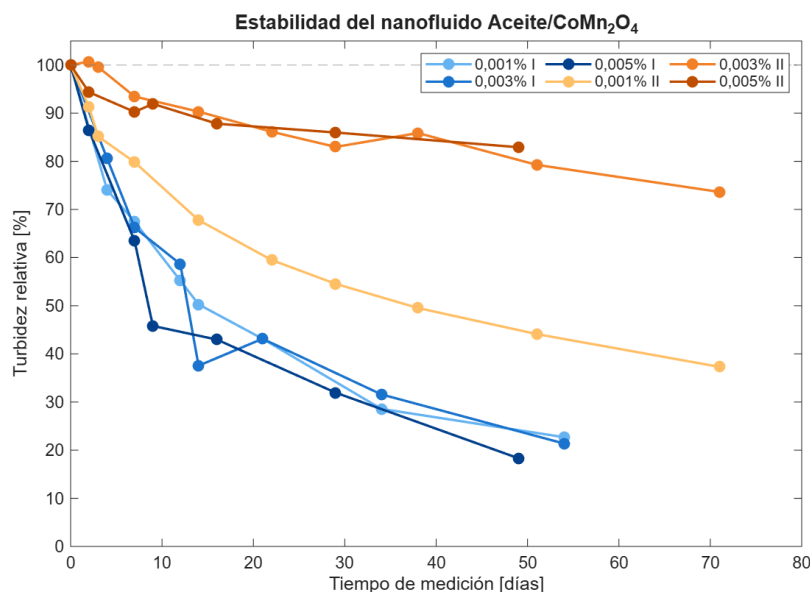


Figura 4.4: Variación temporal de la turbidez relativa normalizada de los nanofluidos preparados mediante los Métodos I y II [Elaboración propia].

La lectura conjunta de las Figuras 4.4 y B.3, y la Tabla B.14 evidencia dos contrastes inmediatos entre ambas series. Primero, los valores iniciales de turbidez del Método I son entre tres y cinco veces superiores a los del Método II para una misma concentración nominal, 19,4 frente a 6,6 NTU a 0,001 %, 72,3 frente a 15,3 NTU a 0,003 % y 74,8 frente a 24,5 NTU a 0,005 %. Segundo, la pendiente temporal es marcadamente más pronunciada en el Método I, que pierde entre 77 % y 82 % de su turbidez inicial en menos de dos meses, mientras que el Método II pierde solamente del 17 % y el 62,7 % de su turbidez en ventanas comparables de seguimiento.

Para la primera variable mencionada en el párrafo anterior se deben considerar un factor, la diferencia de composición entre ambas series, en el Método I la masa pesada corresponde íntegramente a CoMn_2O_4 , mientras que en el Método II la nanopartícula viene recubierta de ácido oleico desde la síntesis y una fracción de la masa nominal es surfactante. A igual concentración nominal, el Método II contiene entonces menos nanopartículas efectivas que el Método I.

La segunda diferencia, la pendiente temporal, responde a la sedimentación. En el Método I las nanopartículas sin recubrir chocan entre sí, forman agregados grandes y decantan al fondo del vial. Mientras más nanopartículas hay por unidad de volumen más frecuente son esos choques, y por eso la pérdida relativa crece con la concentración: 77 %, 79 % y 82 % a 0,001 %, 0,003 % y 0,005 % respectivamente.

En el Método II ocurre lo contrario. Probablemente la capa de ácido oleico quimisorbida

durante la síntesis impide que las nanopartículas se acerquen y formen agregados, así que la masa permanece dispersa. La pérdida porcentual disminuye con la concentración, porque a mayor cantidad de nanopartículas estabilizadas la señal es más alta y más robusta frente al ruido del aceite base. La pérdida del 62,7 % a 0,001 % no contradice esta lectura, la señal de partida es tan baja que cualquier variación absoluta pequeña se amplifica al expresarla en porcentaje.

A la luz de estas mediciones, el *two-step* modificado cumple su objetivo coloidal, sostiene la dispersión del CoMn_2O_4 en aceite mineral durante más de dos meses con pérdidas que no superan el 27 % a las dos concentraciones operativas (0,003 % y 0,005 %), horizonte temporal comparable al reportado para sistemas TiO_2 -CTAB optimizados [24]. El Método I queda descartado como alternativa viable, la sedimentación ocurre en escalas de tiempo incompatibles con cualquier aplicación práctica en transformadores.

Espectroscopía UV-Visible

El seguimiento por espectroscopía UV-Visible se realizó registrando la absorbancia de cada muestra a dos longitudes de onda, 519 y 906 [nm], dentro del rango operativo del espectrofotómetro descrito en el procedimiento. Los registros completos se reproducen en las Tablas [B.1] a [B.6] y en las Figuras [B.1] y [B.2] del Apéndice de resultados, la Tabla [B.7] sintetiza la pérdida relativa de absorbancia a 519 nm, y la Figura [4.5] reúne las seis curvas normalizadas a su valor inicial.

El análisis se concentró en la señal a 519 [nm] por una razón física directa. El CoMn_2O_4 es un semiconductor con una brecha de energía cercana a 1,61 [eV], de modo que absorbe los fotones cuya energía supera ese umbral. Un fotón de 519 [nm] porta 2,39 [eV], suficiente para excitar las transiciones electrónicas de la espinela, por lo que la absorbancia en esa longitud de onda responde de forma directa a la cantidad de nanopartículas suspendidas en el camino óptico. Un fotón de 906 [nm], en cambio, porta solo 1,37 [eV], energía inferior a la brecha, a esa longitud de onda la nanopartícula resulta prácticamente transparente y la señal registrada queda reducida a un residuo de dispersión. Las mediciones lo confirman, mientras a 519 [nm] las absorbancias iniciales van de 0,038 a 0,619, a 906 [nm] no superan 0,209 y en la serie del Método II caen dentro del ruido del instrumento, alcanzando incluso valores negativos (Tabla [B.4]), es decir, por debajo del blanco de aceite base. Una señal de esa magnitud no admite normalización ni seguimiento temporal confiable. La Figura [B.2] muestra, además, que la evolución a 906 nm reproduce la misma tendencia decreciente observada a 519 nm sin aportar información adicional, por lo que se descartó del análisis principal.

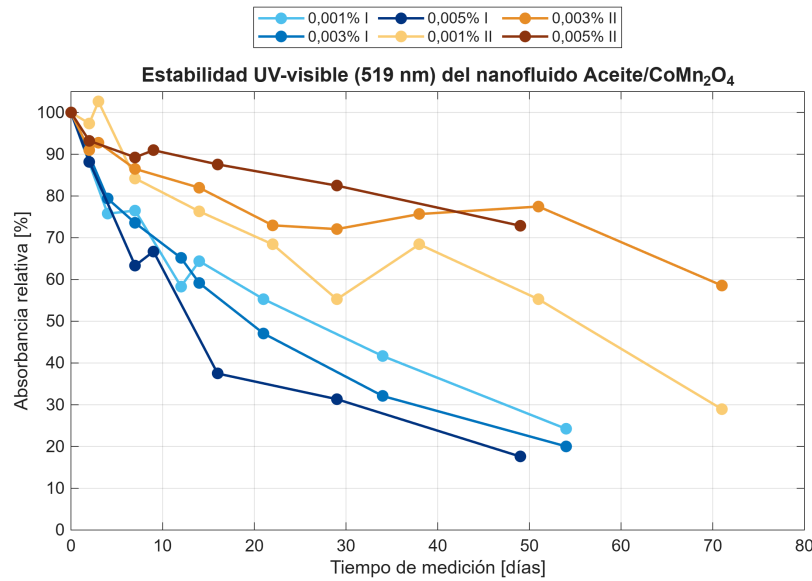


Figura 4.5: Variación temporal de la espectroscopía UV-Visible a 519nm normalizada de los nanofluidos preparados mediante los Métodos I y II [Elaboración propia].

La Figura 4.5 muestra el mismo contraste entre métodos que se desarrolla en la sección de turbidimetría, que las tres muestras del Método I pierden entre 75,8 % y 82,4 % de su absorbancia inicial en menos de dos meses, mientras que las del Método II retienen la mayor parte de su señal, con pérdidas de 41,4 % y 27,1 % en las concentraciones operativas (Tabla B.7). El valor de esta medición no está en repetir ese diagnóstico sino en su independencia: la turbidimetría cuantifica la luz dispersada a 90°, mientras que la absorbancia a 519 nm cuantifica la absorción electrónica de la nanopartícula. Que dos observables ópticos distintos, medidos con instrumentos distintos, entreguen el mismo ordenamiento entre métodos y la misma jerarquía de pérdidas descarta que la tendencia observada sea un artefacto de técnica y confirma que lo que se registra es la sedimentación progresiva del Método I frente a la permanencia en suspensión del Método II.

4.4. Impulso tipo rayo

El ensayo de tensión de impulso tipo rayo se ejecutó según la norma IEC 60060-1 [32] sobre el circuito generador descrito en la Sección 3.6 (Figura 3.7), con electrodos en configuración punta-plano sumergidos en la muestra. A cada fluido se le aplicaron 60 impulsos positivos sucesivos hasta provocar la ruptura dieléctrica, agrupados en tres bloques consecutivos de 20 impulsos. Las condiciones ambientales registradas en los tres días de medición se reportan en la Tabla 4.1. El registro individual de las 60 rupturas para cada muestra se reproduce en el Apéndice B.2. La Tabla B.22 reúne los promedios globales, su desviación

estándar y la variación porcentual respecto del aceite base. A continuación se muestra la Figura 4.6 comparativa de los valores de tensión de impulso promedio de cada concentración con respecto a la hecha en el aceite base (sin procesar).

Tabla 4.1: Condiciones ambientales registradas durante las mediciones.

Día	Muestras	T [°C]	Humedad Relativa [%]
1	0,005 % I	19,6	45
2	Base, 0,001 % II, 0,003 % II	19,4	26
3	0,001 % I, 0,003 % I, 0,005 % II	20,0	27

Fuente: *Elaboración propia.*

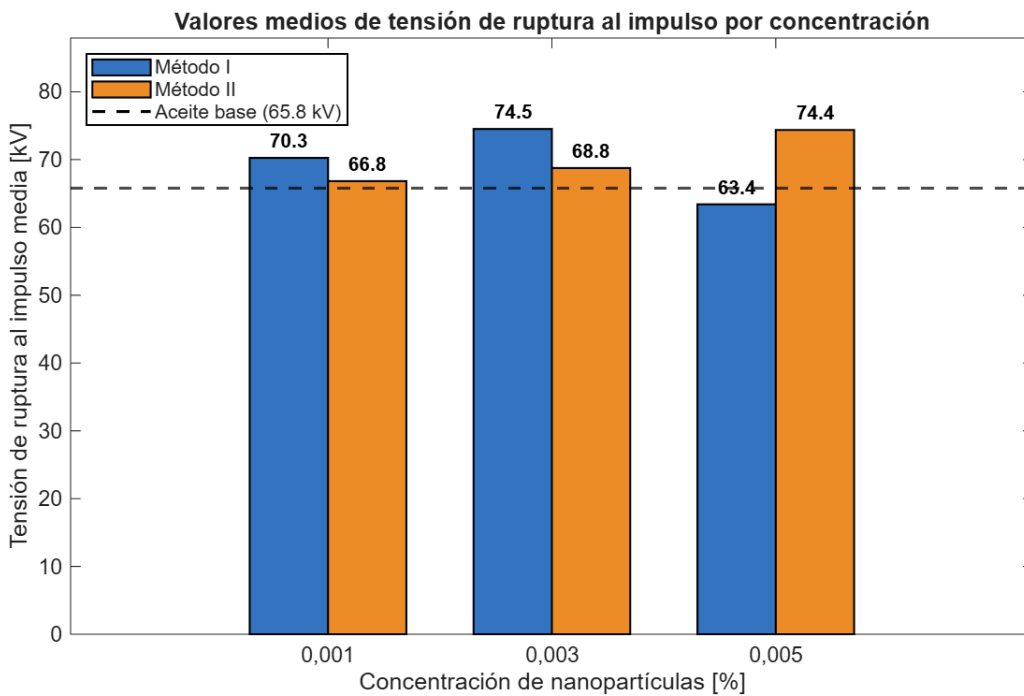


Figura 4.6: Valores medios de la tensión de ruptura al impulso de los nanofluidos de aceite mineral con nanopartículas para distintas concentraciones, preparados mediante los métodos I y II. La línea representa la tensión media de ruptura al impulso del aceite base [*Elaboración propia*].

La Figura 4.6 muestra dos hechos centrales. Primero, todas las muestras con nanopartículas, salvo 0,005 % I, superan en promedio la tensión de ruptura del aceite base, con incrementos que van desde 1,6 % (0,001 % II) hasta 13,3 % (0,003 % I). Segundo, las dos muestras de mayor incremento (0,003 % I con un 13,3 % y 0,005 % II con 13,0 %) entregan

valores muy similares.

La serie del Método II exhibe la tendencia esperada para un nanofluido coloidalmente estable, en la que la captura de carga por las nanopartículas dispersas en el camino interelectrodico retarda el avance de la descarga y eleva la tensión de ruptura efectiva. El incremento crece de 1,6 % a 0,001 % II hasta 13,0 % a 0,005 % II. La serie del Método I entrega su valor máximo en 0,003 % I (74,52 [kV], 13,3 %) y cae a 63,40 [kV] en 0,005 % I, único caso por debajo del aceite base. Este perfil no monótono es consistente con un régimen en el que el exceso de nanopartículas favorece la formación de agregados que, en lugar de actuar como trampas independientes distribuidas en el fluido, concentran el campo eléctrico y facilitan la propagación del canal ionizado [4]. Los dos óptimos identificados (0,003 % I y 0,005 % II, ambos en torno a 74 kV) confirman que existe una concentración efectiva de trampas a partir de la cual el aporte adicional de nanopartículas deja de traducirse en mejoras de la tensión de ruptura, sea cual sea la ruta de preparación empleada.

Por otro lado, la inspección visual del electrodo (Figura 4.7) al término de cada jornada de medición mostró un ennegrecimiento superficial atribuible a la descomposición térmica del aceite durante la sucesión de arcos eléctricos. La acumulación de este depósito carbonoso sobre la punta modifica su geometría efectiva, volviéndola progresivamente menos puntiaguda y reduciendo el factor de intensificación del campo eléctrico en la región de máxima intensidad del campo eléctrico, lo que exige una mayor tensión aplicada para iniciar la descarga [10]. La huella de este efecto se observa con claridad en la Tabla B.22, donde en las muestras Aceite base y 0,001 % I en vez de ir bajando la tensión de ruptura en el avance del ensayo esta sube.



((a)) Vista general de la celda de ensayo con el sistema de electrodos inmerso en aceite.



((b)) Acercamiento de la celda de ensayo con el sistema de electrodos inmerso en aceite.

Figura 4.7: Estado del objeto de ensayo al finalizar la aplicación de los impulsos tipo rayo [Elaboración propia].

Para cada muestra se registró el oscilograma de los impulsos aplicados característicos para cada orden de magnitud, en el Apéndice sección B.2.2 se muestran las señales completas de cada muestra, y a continuación las curvas ampliadas (Figuras 4.9, 4.10 y 4.11), se identificaron dos formas características de la onda de ruptura, la clasificación sigue el criterio de la norma IEC 60060-1:2025, cortada en el frente cuando la onda está aún en subida en el instante del colapso, cortada en la cola cuando la onda alcanza el valor pico y presenta meseta sostenida o fase de descenso [32]. Los tiempos reportados por muestra corresponden a la medición sobre los registros obtenidos del osciloscopio.

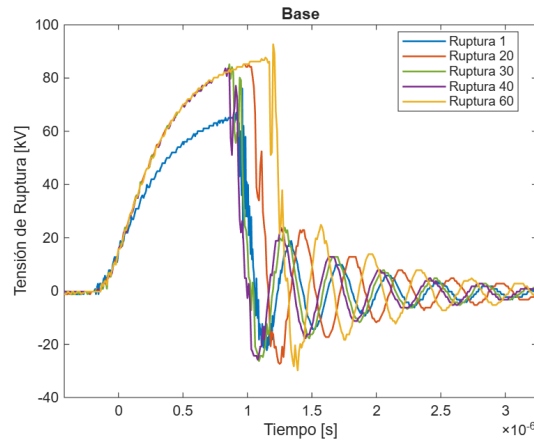
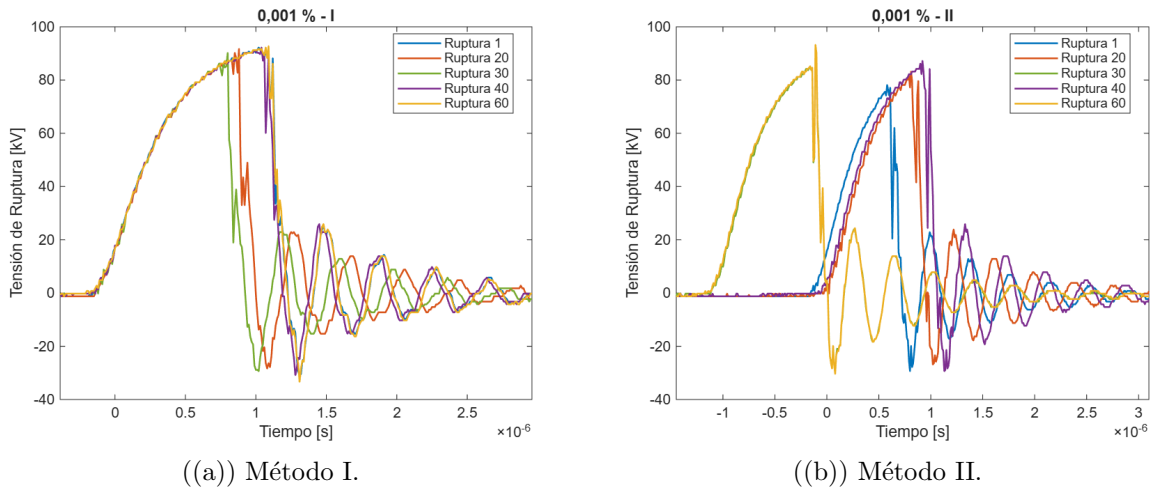


Figura 4.8: Curvas de impulsos para la muestra de aceite base [Elaboración propia].

En el aceite base las curvas corresponden a impulsos cortados en el frente: en los cinco registros el colapso ocurre sin que la onda alcance a establecer su cresta. El impulso 1 corresponde a una onda de menor amplitud y menor pendiente de frente que el resto, consecuencia de la menor tensión de carga del generador en el primer disparo de la secuencia, y rompe con el registro mínimo de las 60 rupturas (Tabla [B.15](#)).



((a)) Método I.

((b)) Método II.

Figura 4.9: Curvas de impulsos para la muestra con concentración 0,001 % [Elaboración propia].

La muestra 0,001 % I es íntegramente de frente cortado, aunque con una dispersión notoria del instante de ruptura, los impulsos 1, 40 y 60 rompen tarde, y los impulsos 20 y 30 más temprano. La diferencia entre ambos grupos ilustra la componente estadística del

retardo a la ruptura dentro de una misma muestra.

La muestra 0,001 % II es de igual manera que la anterior íntegramente de frente cortado. Las cinco rupturas alcanzan su pico mediante oscilaciones breves en el instante mismo del colapso, sin meseta plana sostenida ni fase de descenso apreciable desde una cresta.

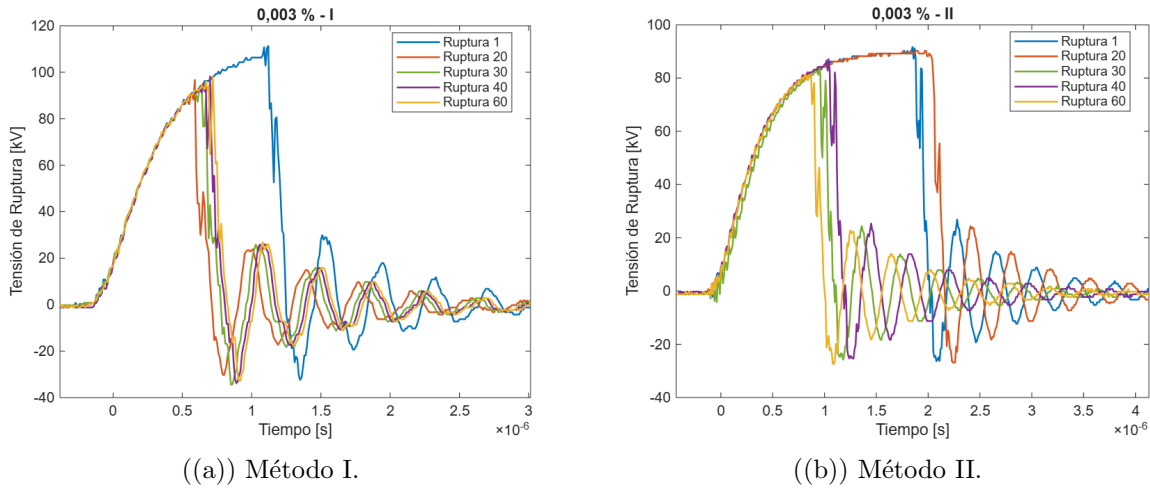


Figura 4.10: Curvas de impulsos para la muestra con concentración 0,003 % [Elaboración propia].

La muestra 0,003 % I es íntegramente de frente cortado bajo el criterio estricto de la norma. Los impulsos 20, 30, 40 y 60 rompen entre 0,60 y 0,74 μ s, con oscilaciones locales en el instante del colapso. El impulso 1 rompe más tarde, en 1,12 μ s, y corresponde a la ruptura de mayor tensión de todo el conjunto de muestras (Tabla [B.18](#)).

En la muestra 0,003 % II se registran las mesetas más prolongadas del conjunto. Los impulsos 1 y 20 alcanzan una meseta sostenida que se prolonga cerca de 1 μ s (desde aproximadamente 1,0 hasta 2,0 μ s) antes del colapso, calificando como cortados en la cola. Los impulsos 30, 40 y 60 rompen antes de establecerse la cresta, quedando como cortados en el frente.

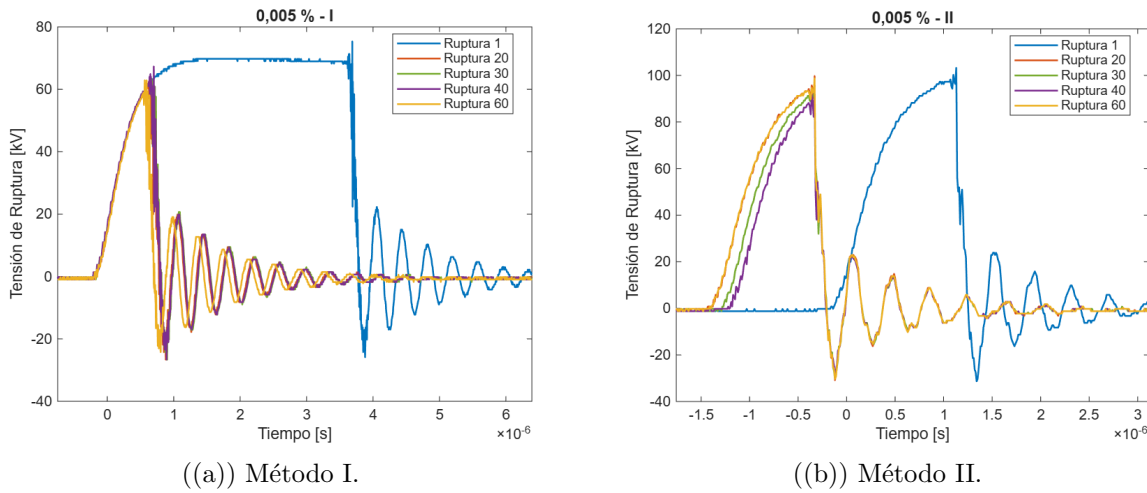


Figura 4.11: Curvas de impulsos para la muestra con concentración 0,005 % [Elaboración propia].

La muestra 0,005 % I es mayoritariamente de frente cortado. Los impulsos 20, 30, 40 y 60 rompen entre 0,60 y 0,70 μs , todos con oscilaciones post-colapso pero sin meseta sostenida ni descenso desde una cresta. El impulso 1 es la única excepción, tras el frente de subida mantiene una meseta sostenida que se prolonga desde 1 hasta 3,6 μs (aproximadamente 2,6 μs de cola sostenida) antes de un overshoot puntual; su tiempo al corte queda dentro del rango estándar de la norma (2 a 5 μs), calificando como cortado en la cola.

Para la muestra 0,005 % II los cinco impulsos visualizados son de frente cortado, con rupturas que se ubican entre las más altas del conjunto (Tabla B.21).

La aplicación del criterio estricto de la norma IEC 60060-1:2025 muestra que la forma cortada en el frente domina el panel completo. Cinco muestras (aceite base, 0,001 % I, 0,001 % II, 0,003 % I y 0,005 % II) son íntegramente de frente cortado y 0,005 % I presenta cuatro de cinco impulsos con esta forma. Las únicas ondas que alcanzan y sostienen la cresta son los impulsos 1 y 20 de 0,003 % II, con mesetas cercanas a 1 μs , y el impulso 1 de 0,005 % I, con una meseta de aproximadamente 2,6 μs . Este patrón indica que, bajo la configuración punta-plano empleada, el colapso antes de establecerse la cresta es el comportamiento por defecto del conjunto, incluido el aceite base, y que solo en 0,003 % II en dos de los cinco registros la captura de carga por las nanopartículas dispersas retarda de manera notoria la propagación del canal ionizado lo suficiente para que la onda alcance el pico y lo sostenga; en esa muestra, donde el recubrimiento de ácido oleico mantiene la dispersión, el retardo se prolonga por aproximadamente un microsegundo antes de la ruptura definitiva.

En cinco de las siete muestras el impulso 1 se distingue del resto de la secuencia, ya sea por romper antes y a menor tensión o por alcanzar valores anómalamente altos y sostenidos. Esta variabilidad es coherente con que el primer disparo ocurre bajo condiciones que no se

repiten en el resto del ensayo y cuyos efectos actúan en direcciones opuestas: por una parte, el aceite aún no contiene productos de descarga (carbono en suspensión, gases disueltos y microburbujas), lo que aumenta el retardo estadístico a la ruptura y tiende a elevar la tensión de ruptura; por otra, la punta del electrodo conserva su geometría original, con el máximo factor de intensificación de campo, lo que tiende a reducirla. A ello se suma, en el caso del aceite base, una menor tensión de carga del generador en el primer disparo. Cuál de estos efectos domina varía entre muestras, por lo que el impulso 1 no se considera representativo y el análisis cuantitativo se apoya en los promedios de los 60 impulsos de cada secuencia.

4.5. Rigidez dieléctrica

La rigidez dieléctrica se determinó en el analizador automático BAUR DPA 75 C siguiendo el procedimiento descrito en la Sección 3.5 y la norma IEC 60156:1995 que es la que está configurada en la máquina, cuyo procedimiento esta descrito en la Sección 2.5.3. Se utilizaron los electrodos semiesféricos separados a 2,5 mm medidos con el bloque patrón que trae el instrumento, por otro lado la celda se acondicionó mediante enjuague previo con la misma muestra y se llenaron de fluido hasta cubrir holgadamente los electrodos. El registro completo de las rupturas individuales se reproduce en el Apéndice B.3 (Tabla B.23). La Tabla B.23 resume los valores medios, su desviación estándar y el coeficiente de variación de las medidas.

A continuación se muestra un gráfico de barras que representa los valores medios obtenidos de las diferentes mezclas (I-II) a diferentes concentraciones (0,001 %-0,003 %-0,005 %).

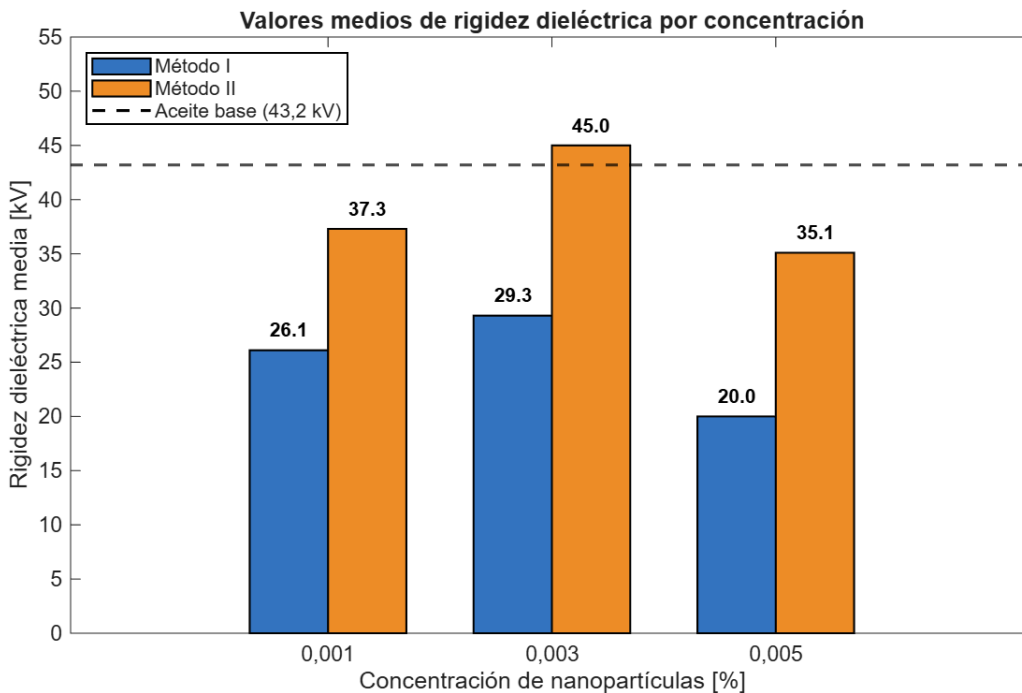


Figura 4.12: Valores medios de rigidez dieléctrica para las mezclas I y II a distintas concentraciones de nanopartículas, comparados con el aceite base [Elaboración propia].

Los datos de la Tabla B.23 muestran tres hechos centrales. Primero, el aceite base alcanza una rigidez de 43,2 [kV], valor coherente con lo reportado para aceites minerales sin inhibidor a temperatura ambiente y superior al límite de 30 [kV] exigido por IEC 60296 para aceites nuevos en transformadores de potencia [36]. Segundo, en el Método II la rigidez sigue un perfil no monótono con la concentración, parte en 37,3 [kV] a 0,001 %, alcanza 45,0 kV a 0,003 % (un 4,2 % sobre el aceite base) y vuelve a caer a 35,1 [kV] a 0,005 %, en todos los casos por encima del límite normativo. Tercero, en el Método I todas las muestras es quedan por debajo del umbral normativo, el caso más extremo se observa en la concentración 0,005 % I, que cae a 20,0 [kV] (menos de la mitad del aceite base) con un coeficiente de variación de 35,4 %, el mayor del conjunto.

El comportamiento no monótono observado en el Método II es el sello distintivo de la concentración como variable de diseño, una concentración creciente de nanopartículas incrementa la cantidad de trampas de carga disponibles hasta alcanzar un valor óptimo. La existencia de un óptimo en torno a 0,003 % concuerda con lo descrito en revisiones recientes para nanofluidos en aceite mineral, donde el máximo de rigidez se ubica típicamente entre 0,001 y 0,01 % en peso. La caída posterior en 0,005 % II no requiere invocar pérdida de estabilidad coloidal inmediata, sino que, cuando la concentración de nanopartículas supera un valor óptimo, el beneficio inicial disminuye y el efecto sobre la rigidez dieléctrica puede

volverse contrario.

En el Método I dos efectos se suman en contra de la rigidez. Por un lado hay demasiada nanopartícula en el aceite, recordar que la densidad de nanopartículas en la muestra I es mayor que en la II, ya que en el I el peso lo hace solo la NP mientras que en el II la NP más el ácido oleico, las partículas al estar aglomeradas se estorban entre sí, dejan de atrapar carga y la tensión de ruptura cae. Por otro lado, el ácido oleico no recubre bien a la espinela porque se agregó después de la síntesis, así que las nanopartículas se pueden pegar entre sí y forman agregados grandes. Es probable que la formación de agregados reduce el área interfacial efectiva disponible para la captura de carga y genera heterogeneidades locales en la distribución del campo eléctrico, lo que puede favorecer el inicio de la descarga y disminuir la tensión de ruptura. La caída desde 26,1 [kV] en 0,001 % hasta 20,0 kV en 0,005 % se explica por la combinación de ambos efectos, a mayor concentración hay más partículas estorbándose y al mismo tiempo se forman más agregados.

La comparación directa entre ambos métodos es clara, el Método II supera al Método I en las tres concentraciones ensayadas. El Método II mantiene la rigidez sobre el umbral IEC 60296 de 30 [kV] en todo el rango y alcanza su máximo en 0,003 % con 45,0 [kV] superando al valor del aceite base, mientras que el Método I queda por debajo del umbral en todos los casos y desciende hasta 20,0 [kV] en 0,005 %. La menor dispersión del Método II (CV entre 9,2 y 11,1 %, frente a 18,6–35,4 % del Método I) confirma además que su comportamiento es más reproducible. La diferencia se explica por el recubrimiento previo de la espinela con ácido oleico durante la síntesis, las nanopartículas del Método II llegan al aceite ya estabilizadas y se reparten de forma uniforme, actuando como trampas de carga independientes, mientras que las del Método I, recubiertas solo de manera parcial al mezclarse con el surfactante en el aceite, pueden tender a aglomerarse y trabajan en contra de la rigidez.

4.6. Tangente delta

La tangente del ángulo de pérdida dieléctrica ($\tan \delta$) de cada muestra se determinó con el equipo Tangente Delta TOR-3 (TOR-3 LSL) Figura 3.5, siguiendo el procedimiento establecido en la norma IEC 60247:2004 [35] mencionados en la Sección 2.5.4.

Los registros completos de tangente delta, capacitancia y resistividad relativa se reproducen en el Apéndice B.4. La Tabla B.24 sintetiza los valores de las tres variables, esto queda representado en la Figura 4.13 donde se contrasta los valores del factor de disipación con el límite normativo IEC 60296 de $\tan \delta \leq 0,005$ a 90 °C para aceite mineral nuevo. Mientras que la Figura 4.14 muestra la resistividad relativa obtenidas comparado con el aceite base.

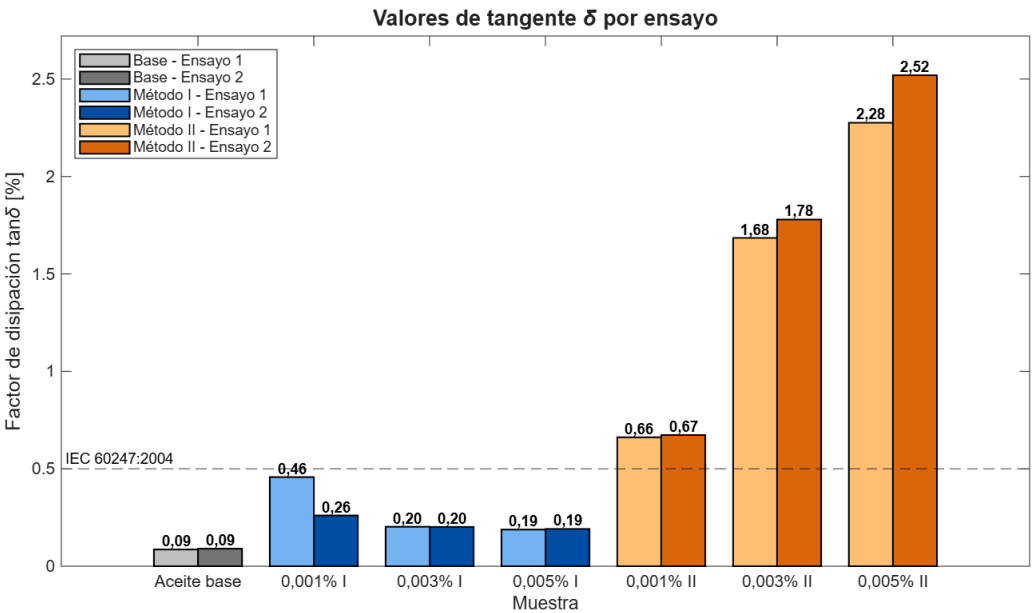


Figura 4.13: Valores del factor de disipación ($\tan \delta$) obtenidos para el aceite base y los nanofluidos preparados mediante los Métodos I y II en ambos ensayos. La línea punteada indica el valor de referencia establecido por la norma IEC 60296 [Elaboración propia].

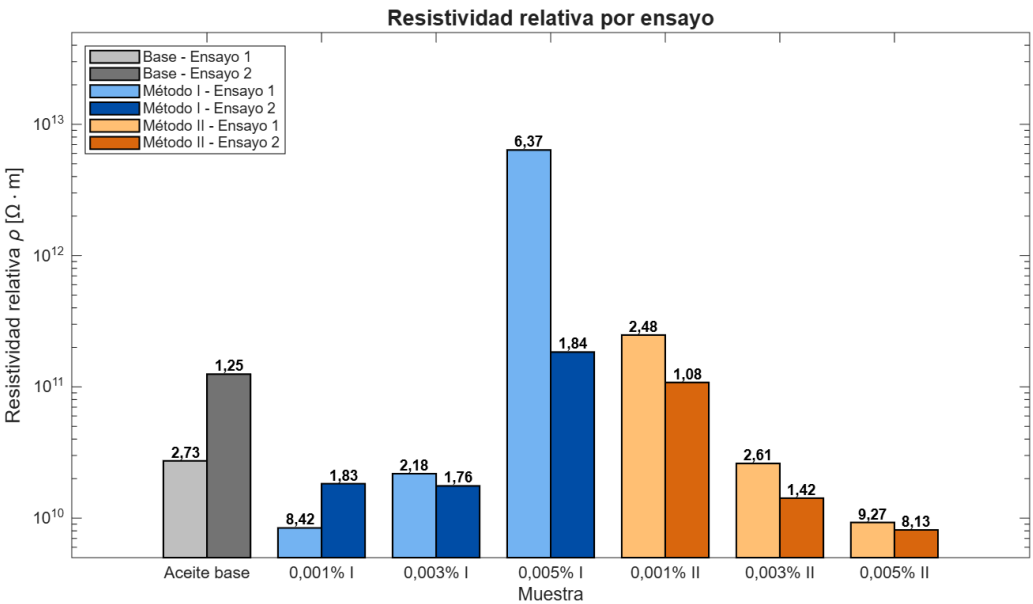


Figura 4.14: Resistividad relativa de las muestras de aceite base y nanofluidos obtenidos mediante los Métodos I y II para ambos ensayos [Elaboración propia].

Los resultados se separan nítidamente en dos familias. En las muestras del Método I el factor de disipación se mantiene bajo el límite normativo, pero sobre el aceite base, en todas las concentraciones e incluso disminuye al aumentar la carga de nanopartículas, pasando de 0,0036 a 0,001 % hasta 0,0019 a 0,005 %. En cambio en las muestras del Método II, se supera el límite en todas las concentraciones y exhiben una tendencia estrictamente creciente que alcanza 0,024 a 0,005 %, cerca de cinco veces el límite IEC 60296. Este patrón, contrario a la expectativa de que el recubrimiento previo conduzca a mejores propiedades dieléctricas, se explica por los mecanismos que se discuten a continuación.

En las nanopartículas recubiertas, la capa quimisorbida de oleato deja la espinela CoMn_2O_4 envuelta por grupos carboxilato polares ($-\text{COO}^-$). A 90 °C y a la frecuencia del ensayo, las diferencias de permitividad y conductividad entre el aceite, la capa de oleato y el núcleo de espinela favorecen la acumulación de carga en las interfaces. Como el tiempo de relajación de esa carga interfacial es comparable con el período del campo aplicado, en cada ciclo se produce una acumulación y liberación parcial que se traduce en pérdidas por polarización interfacial de Maxwell–Wagner. Dado que las muestras se ensayan recién preparadas y la dispersión del Método II es homogénea desde su fabricación, la totalidad de las nanopartículas permanece eléctricamente activa en el volumen interelectródico y el aporte de este mecanismo escala con la concentración.

Este comportamiento cuenta con precedente experimental directo, en aceite de transformador, la adición de nanopartículas de óxido de hierro recubiertas con ácido oleico (la misma arquitectura partícula–surfactante del Método II) elevó el $\tan \delta$ del aceite en lugar de reducirlo, efecto atribuido a la relajación dieléctrica de la nanopartícula recubierta en torno a la frecuencia industrial, que reduce el atrapamiento de carga e incrementa las pérdidas por polarización y la movilidad de portadores en la interfaz partícula–aceite [47]. Esa relajación de la capa superficial es, precisamente, la manifestación en frecuencia de la polarización interfacial de Maxwell–Wagner descrita arriba: el atrapamiento que se inhibe es la captura estable de portadores libres que normalmente reduce las pérdidas, mientras que la carga que se acumula y libera en cada ciclo es la carga interfacial reversible que las origina. El elevado $\tan \delta$ del Método II es, en esta lectura, el costo esperable de una dispersión estable de partículas funcionalizadas y no una anomalía de la ruta de síntesis aquí adoptada.

El descenso de la resistividad relativa a 0,005 % II, de $7,6 \times 10^{10} \Omega \cdot \text{m}$ en el aceite base a $8,7 \times 10^9 \Omega \cdot \text{m}$ (casi un orden de magnitud), evidencia la incorporación de portadores libres al fluido, régimen en el que la propia IEC 60247 reconoce que $\tan \delta$ está dominado por la conductividad del líquido [35]. A la polarización interfacial se suma un segundo mecanismo, las trazas de Na^+ del NaOH empleado en la síntesis pueden quedar ocluidas bajo la coraza de oleato y reincorporarse como portadores al calentar la muestra. Un tercer mecanismo, de carácter tentativo, proviene de la temperatura del ensayo, la literatura de nanofluidos reporta que los surfactantes pierden capacidad estabilizadora sobre los 60 °C [39] y, aunque ese umbral corresponde a suspensiones estabilizadas por adsorción física y no al enlace

coordinativo $-\text{COO}^- \dots \text{Co}^{2+}/\text{Mn}^{3+}$, sugiere que a la temperatura normativa de 90°C una fracción del oleato quimisorbido podría desorberse y sumarse a los portadores anteriores. De confirmarse esto último, parte del exceso de $\tan \delta$ no sería eliminable por ajuste de la dosis de surfactante ni por refuerzo de los lavados, y exigiría ligandos de mayor estabilidad térmica [4].

Como las muestras se ensayan recién preparadas, el bajo $\tan \delta$ del Método I no puede atribuirse a sedimentación. La explicación descansa en el estado del surfactante: la nanopartícula no fue funcionalizada previamente, de modo que el ácido oleico añadido al aceite (0,1 % en volumen) permanece mayoritariamente libre, con su grupo carboxilo polar disponible como portador iónico, y solo se adsorbe física y parcialmente sobre la espinela. Las resistividades lo confirman: a 0,001 % y 0,003 % I el fluido es menos resistivo que el aceite base en ambos ensayos ($8,42 \times 10^9$ a $2,18 \times 10^{10} \Omega \cdot \text{m}$), como corresponde a un líquido con portadores añadidos. El surfactante libre, y no la partícula, domina entonces las pérdidas, y aumentar la carga de nanopartículas incrementa la superficie capaz de capturar oleato, retirando portadores del líquido: el $\tan \delta$ cae de 0,0036 a 0,0019 mientras la resistividad se recupera hasta superar la del aceite base a 0,005 %, doble firma de esta captura, consistente con el efecto del surfactante libre en exceso reportado en la literatura [24].

En síntesis, el Método I cumple el límite IEC 60296 en las tres concentraciones, pero ese cumplimiento refleja la respuesta del aceite con surfactante libre y no un aporte favorable de las nanopartículas, el Método II lo excede en todas, por la combinación de polarización interfacial, residuos iónicos del medio de síntesis y, posiblemente, una disminución de la cobertura superficial de oleato a la temperatura de ensayo. Cabe recordar, además, que la tangente delta es un indicador sensible pero inespecífico, que detecta portadores polares y conductividad iónica sin revelar su origen [34], por lo que las guías diagnósticas recomiendan no interpretarla de forma aislada [48]. Dentro del alcance de este ensayo, la ruta de optimización del Método II pasa por ajustar la razón másica ácido oleico: CoMn_2O_4 durante la síntesis y reforzar los lavados con acetona para reducir el oleato fisorbido en exceso [24].

Capítulo 5

Conclusiones

En este trabajo se evaluó la influencia del método de preparación two-step modificado, basado en el recubrimiento previo de las nanopartículas de CoMn_2O_4 con ácido oleico, sobre la estabilidad coloidal y las propiedades dieléctricas de nanofluidos Aceite/ CoMn_2O_4 , contrastando su desempeño con el del método two-step convencional a tres concentraciones en masa (0,001 %, 0,003 % y 0,005 %). Para ello se sintetizaron nanopartículas recubiertas y no recubiertas con ácido oleico, se fabricaron los nanofluidos por ambas rutas de preparación y se caracterizó cada formulación frente al aceite base mediante seguimiento óptico de la estabilidad y ensayos normalizados de impulso tipo rayo, rigidez dieléctrica y tangente delta.

Las micrografías TEM de las nanopartículas sin recubrimiento mostraron partículas primarias de morfología aproximadamente esférica, con un diámetro medio de 38 nm. Las nanopartículas recubiertas empleadas en el Método II presentaron una morfología comparable, aunque su tamaño no pudo cuantificarse con la misma precisión debido al menor contraste de las imágenes. La caracterización estructural y superficial de las muestras no fue realizada directamente en el marco de esta memoria; sin embargo, se contó con los resultados suministrados por la Dra. Paulina Marquez de la universidad Central de Chile, obtenidos mediante difracción de rayos-X, los cuales confirmaron la formación de la fase CoMn_2O_4 y la presencia del recubrimiento con ácido oleico. Estos antecedentes, junto con las micrografías TEM analizadas, respaldan la identificación de las nanopartículas utilizadas para preparar los nanofluidos.

El seguimiento de la estabilidad coloidal, realizado por espectroscopía UV-Visible a 519 [nm] y complementado con turbidimetría, entregó el primer contraste categórico entre ambas rutas. Ambos observables ópticos, independientes entre sí, mostraron el mismo comportamiento, descartando que la tendencia sea netamente de la técnica utilizada, los nanofluidos del método convencional perdieron entre 75,8 % y 82,4 % de su absorbancia

inicial y entre 77 % y 82 % de su turbidez en menos de dos meses, mientras que los del método modificado retuvieron la mayor parte de su señal en las concentraciones de interés (0,003 % y 0,005 %), con pérdidas de turbidez que no superan el 27 % y de absorbancia de 41,4 % y 27,1 %, para el intervalo de seguimiento de hasta 71 días. La sedimentación rápida de la ruta convencional resulta incompatible con cualquier aplicación práctica en transformadores, el recubrimiento previo, en cambio, cumple su objetivo coloidal y sostiene la dispersión durante todo el período de almacenamiento evaluado.

En el ensayo de impulso tipo rayo todas las muestras, salvo la de 0,005 % preparada por la ruta convencional, superaron la tensión media de ruptura del aceite base, con incrementos máximos equivalentes en 0,003 % convencional (+13,3 %) y 0,005 % modificado (+13,0 %), ambos en torno a una tensión de 74 [kV]. La coincidencia de ambos óptimos sugiere una concentración efectiva de trampas de carga a partir de la cual el aporte adicional de nanopartículas deja de traducirse en mejoras, sea cual sea la ruta de preparación. Los oscilogramas apuntan en la misma dirección: la onda cortada en el frente domina el conjunto, incluido el aceite base, y solo la muestra de 0,003 % del método modificado sostuvo la cresta de manera reproducible, señal de que la captura de carga por nanopartículas bien dispersas e individualmente recubiertas retarda la propagación de la descarga.

La rigidez dieléctrica confirmó esta lectura con mayor nitidez. El método modificado superó al convencional en las tres concentraciones, se mantuvo sobre el umbral de 30 [kV] exigido por la norma IEC 60296 en todo el rango y alcanzó su máximo en 0,003 % con 45,0 [kV], un 4,2 % sobre el aceite base, exhibiendo además la menor dispersión estadística del conjunto. La ruta convencional, cuyas partículas quedan recubiertas solo de manera parcial y tienden a formar agregados desde la preparación misma, quedó bajo el umbral normativo en todas las concentraciones y descendió hasta 20,0 [kV] en 0,005 %, consecuencia combinada del exceso de nanopartículas efectivas por unidad de volumen y de agregados que concentran el campo eléctrico y facilitan la ruptura. Cabe precisar que los ensayos dieléctricos se realizaron con muestras recién preparadas, por lo que la sedimentación observada en el seguimiento coloidal no interviene en estos resultados; lo que ambos experimentos comparten es la causa raíz, la calidad del recubrimiento y del estado de dispersión que las partículas adquieren desde la síntesis.

La tangente delta, sin embargo, reveló el costo del recubrimiento previo y completó el cuadro. Mientras los nanofluidos convencionales se mantuvieron bajo el límite normativo de 0,005 a 90 °C, los del método modificado lo superaron en todas las concentraciones, con una tendencia creciente que alcanza $\tan \delta \approx 0,024$ en 0,005 %, cerca de cinco veces el límite. La diferencia radica en el estado del surfactante en cada ruta. En la convencional la adsorción sobre la superficie es débil y la mayor parte del ácido oleico queda disuelto libremente en el aceite, donde sus grupos polares aportan portadores de carga que elevan las pérdidas; al aumentar la concentración de nanopartículas crece la superficie total disponible, que captura una fracción mayor de ese surfactante libre, y por eso $\tan \delta$ disminuye. En la modificada, la misma capa quimisorbida que garantiza la dispersión rodea cada partícula

con grupos carboxilato polares que, a la temperatura y frecuencia del ensayo, acumulan y liberan carga en cada ciclo, generando pérdidas por polarización interfacial que escalan con la concentración. A ello se suman los residuos iónicos del medio de síntesis, cuya presencia respalda la caída de la resistividad relativa en casi un orden de magnitud respecto del aceite base, y, de manera tentativa, una posible desorción parcial del oleato a 90 °C, considerando que la literatura reporta pérdida de capacidad estabilizadora de los surfactantes sobre los 60 °C, aunque ese umbral proviene de sistemas fisisorbidos y no de enlaces quimisorbidos como el de esta ruta. El mismo recubrimiento que asegura la estabilidad coloidal es, a la temperatura de ensayo, la fuente dominante de las pérdidas dieléctricas.

En conjunto, los resultados permiten concluir que el recubrimiento previo de las nanopartículas con ácido oleico representa una ventaja real frente al procedimiento convencional en estabilidad coloidal y rigidez dieléctrica. En tensión de ruptura al impulso ambas rutas alcanzan incrementos máximos equivalentes (13,3 % en 0,003 % I y 13,0 % en 0,005 % II); la diferencia está en el comportamiento con la concentración: en el método modificado se observó una tendencia creciente dentro del intervalo estudiado, mientras que en el convencional presenta un óptimo y luego cae a un valor bajo el aceite base en 0,005 %.

El óptimo operativo del método modificado se sitúa en 0,003 % en masa, concentración que combina el máximo de rigidez del estudio (45,0[kV]), un incremento de 4,5 % al impulso y pérdidas coloidales acotadas. Esa ventaja tiene como contrapartida un factor de disipación fuera del límite normativo a la temperatura de ensayo, de modo que la formulación actual no satisface de manera simultánea todos los criterios de aceptación aplicables a un aceite aislante nuevo. El resultado no invalida la ruta modificada, pero acota su aplicabilidad y define la dirección del trabajo futuro.

De lo anterior se desprenden líneas de continuación directas: explorar surfactantes o esquemas de anclaje alternativos con menor contribución a las pérdidas dieléctricas, considerando que en el Método II la capa quimisorbida de oleato es la fuente dominante del exceso de $\tan \delta$ a 90°C por la alta polaridad de su grupo carboxilato; complementar la caracterización coloidal con mediciones de potencial zeta y de dispersión dinámica de luz, técnicas que permiten cuantificar directamente la barrera electrostática y la distribución de tamaño hidrodinámico, distinguiendo entre nanopartículas dispersas y aglomerados en suspensión, información que la turbidimetría y el UV-Vis no resuelven; evaluar el desempeño térmico del nanofluido mediante mediciones de conductividad térmica y viscosidad, dado que el aceite del transformador cumple simultáneamente funciones dieléctricas y de refrigeración; repetir la caracterización dieléctrica sobre muestras sometidas a un protocolo de envejecimiento acelerado, para cuantificar cómo evolucionan la estabilidad coloidal y las pérdidas en un régimen más representativo del servicio real, dado que el aceite opera durante años expuesto a temperatura, campo eléctrico, oxígeno y humedad, punto especialmente relevante para el Método II; y repetir los ensayos de impulso con celdas y electrodos que cumplan con la geometría normalizada aplicable, verificando el estado del electrodo entre disparos, para aislar el efecto real del nanofluido de la variabilidad introducida por

el desgaste.

Apéndice A

Especificación de materiales

A.1. Ácido Oleico



Figura A.1: Etiqueta del ácido oleico utilizado. [Elaboración propia]

Apéndice B

Resultados experimentales

B.1. Estabilidad coloidal

Espectroscopía

Tabla B.1: Absorbancia UV-visible a 519 y 906 nm de la muestra 0,001 % I según la fecha de medición.

Fecha	16/04	20/04	23/04	28/04	30/04	07/05	20/05	09/06
Abs. (519 nm)	0,132	0,1	0,101	0,077	0,085	0,073	0,055	0,032
Abs. (906 nm)	0,052	0,032	0,036	0,025	0,03	0,023	0,02	0,004

Fuente: Elaboración propia.

Tabla B.2: Absorbancia UV-visible a 519 y 906 nm de la muestra al 0,003 % I según la fecha de medición.

Fecha	16/04	20/04	23/04	28/04	30/04	07/05	20/05	09/06
Abs. (519 nm)	0,514	0,408	0,378	0,335	0,304	0,242	0,165	0,103
Abs. (906 nm)	0,163	0,133	0,125	0,106	0,096	0,072	0,045	0,023

Fuente: Elaboración propia.

Tabla B.3: Absorbancia UV-visible a 519 y 906 nm de la muestra al 0,005 % I según la fecha de medición.

Fecha	21/04	23/04	28/04	30/04	07/05	20/05	09/06
Abs. (519 nm)	0,619	0,546	0,392	0,413	0,232	0,194	0,109
Abs. (906 nm)	0,209	0,181	0,123	0,133	0,066	0,053	0,023

Fuente: Elaboración propia.

Tabla B.4: Absorbancia UV-visible a 519 y 906 nm de la muestra al 0,001 % II según la fecha de medición.

Fecha	30/03	01/04	02/04	06/04	13/04	21/04	28/04	07/05	20/05	09/06
Abs. (519 nm)	0,038	0,037	0,039	0,032	0,029	0,026	0,021	0,026	0,021	0,011
Abs. (906 nm)	0,007	0,005	0,008	0,001	-0,001	-0,001	-0,001	-0,001	-0,004	-0,008

Fuente: Elaboración propia.

Tabla B.5: Absorbancia UV-visible a 519 y 906 nm de la muestra al 0,003 % II según la fecha de medición.

Fecha	30/03	01/04	02/04	06/04	13/04	21/04	28/04	07/05	20/05	09/06
Abs. (519 nm)	0,111	0,101	0,103	0,096	0,091	0,081	0,08	0,084	0,086	0,065
Abs. (906 nm)	0,023	0,014	0,019	0,012	0,009	0,003	0,003	0,004	0,009	-0,001

Fuente: Elaboración propia.

Tabla B.6: Absorbancia UV-visible a 519 y 906 nm de la muestra al 0,005 % II según la fecha de medición.

Fecha	21/04	23/04	28/04	30/04	07/05	20/05	09/06
Abs. (519 nm)	0,177	0,165	0,158	0,161	0,155	0,146	0,129
Abs. (906 nm)	0,025	0,018	0,016	0,018	0,015	0,013	0,005

Fuente: Elaboración propia.

Tabla B.7: Síntesis de las mediciones de absorbancia UV-visible a 519 nm. Seguimiento de la pérdida relativa de absorbancia.

Muestra	A_0 [-]	A_f [-]	Δt [d]	Pérdida [%]
0,001 % Método I	0,132	0,032	54	75,8
0,003 % Método I	0,514	0,103	54	80,0
0,005 % Método I	0,619	0,109	49	82,4
0,001 % Método II	0,038	0,011	71	71,1
0,003 % Método II	0,111	0,065	71	41,4
0,005 % Método II	0,177	0,129	49	27,1

Fuente: Elaboración propia.

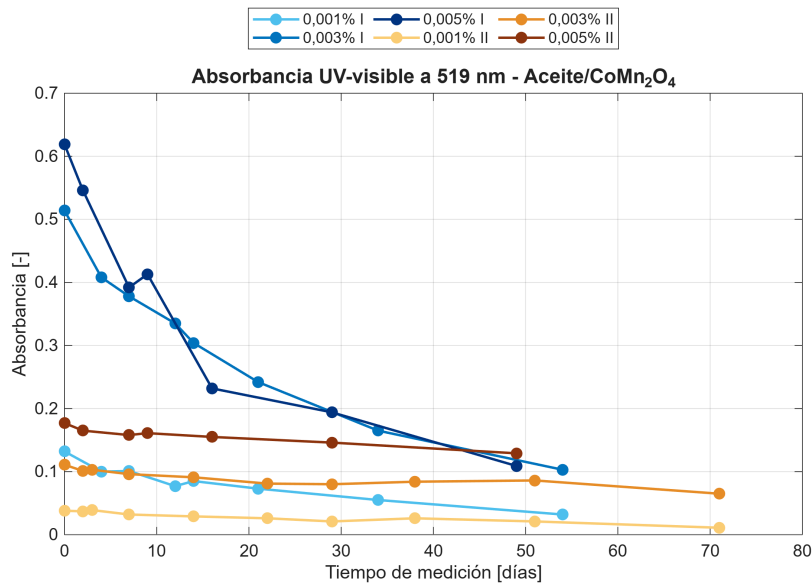


Figura B.1: Variación de la absorbancia a 519 nm en función del tiempo de medición para los nanofluidos de aceite mineral con nanopartículas de $CoMn_2O_4$, preparados a diferentes concentraciones [Elaboración propia].

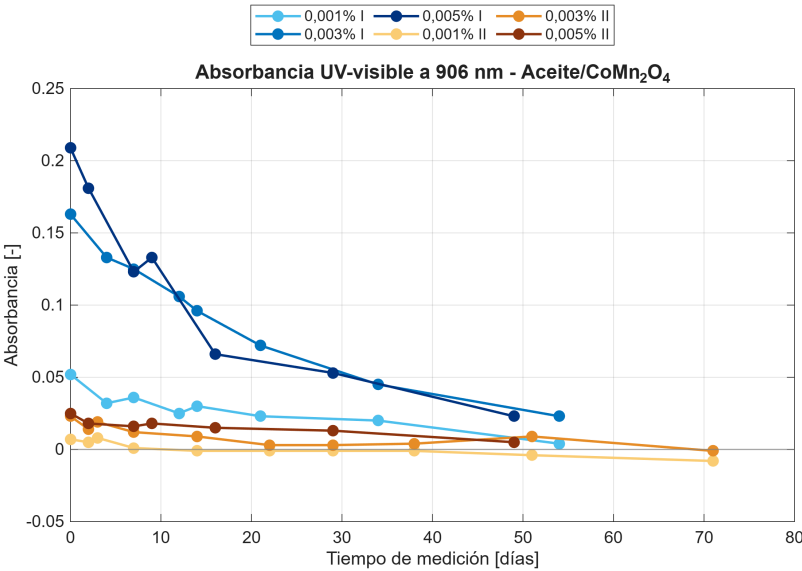


Figura B.2: Variación de la absorbancia a 906 nm en función del tiempo de medición para los nanofluidos de aceite mineral con nanopartículas de CoMn_2O_4 , preparados a diferentes concentraciones [Elaboración propia].

Turbidimetría

Tabla B.8: Turbidez de la muestra al 0,001 % I según la fecha de medición.

Medición	16/04	20/04	23/04	28/04	30/04	07/05	20/05	09/06
1	20,5	15,2	13,2	10,2	10	8,2	5,68	4,48
2	19,7	15,1	13,2	10,3	10	8,29	5,68	4,37
3	19,2	14,7	13,2	10,5	9,97	8,42	5,61	4,43
4	19,2	14,4	13,2	10,5	9,93	8,49	5,5	4,48
5	19,1	14,1	13,1	10,5	9,76	8,45	5,43	4,42
6	19,2	14	13,1	10,6	9,65	8,42	5,41	4,41
7	19,5	13,9	13	10,8	9,6	8,39	5,44	4,4
8	19,4	13,9	13	11	9,56	8,35	5,5	4,36
9	19,1	13,9	12,9	11,3	9,52	8,32	5,55	4,33
10	19	13,8	12,9	11,4	9,51	8,31	5,61	4,32
Promedio	19,39	14,3556	13,08	10,71	9,75	8,364	5,541	4,4

Fuente: Elaboración propia.

Tabla B.9: Turbidez de la muestra al 0,003 % I según la fecha de medición.

Medición	16/04	20/04	23/04	28/04	30/04	07/05	20/05	09/06
1	75,2	62,5	48,5	40,6	28,4	31	22,8	15,3
2	72,2	59,3	48,2	41,1	26,4	30,7	23	15,3
3	72,8	57,2	48,2	42,4	26,4	30,4	23,1	15,4
4	71,8	57	48,2	44,2	26,6	30,6	23	15,4
5	71,8	57,2	48,1	43,7	26,6	30,6	23	15,5
6	71,9	57,5	48	42,7	26,7	30,8	23,2	15,5
7	71,9	57,7	47,8	42,3	27	31,3	23,1	15,5
8	71,8	57,8	47,6	42	27,3	31,7	23,3	15,5
9	71,9	58	47,1	42,2	27,7	32,1	21,7	15,5
10	71,5	58	47	42,8	28,3	32,6	22,1	15,6
Promedio	72,28	58,22	47,87	42,4	27,14	31,18	22,83	15,45

Fuente: Elaboración propia.

Tabla B.10: Turbidez de la muestra al 0,005 % I según la fecha de medición.

Medición	21/04	23/04	28/04	30/04	07/05	20/05	09/06
1	75,1	64,2	47,2	39,2	25,3	23,9	14,7
2	75,2	64,6	48,7	28,7	29,6	24	14,4
3	75,1	64,8	48,9	34,1	33,4	24	13,3
4	74,9	64,5	48,1	34,2	33,9	24	13,2
5	74,7	64,5	47,8	34,4	34,4	23,9	13,3
6	74,7	64,6	47,4	34,4	33,3	23,9	13,4
7	74,6	64,6	47,1	34,4	33	23,9	13,5
8	74,6	64,7	46,7	34,4	33	23,8	13,6
9	74,5	65	46,5	34,4	32,8	23,8	13,7
10	74,5	65,4	46,1	34,4	32,7	23,7	13,9
Promedio	74,79	64,69	47,45	34,26	32,14	23,89	13,7

Fuente: Elaboración propia.

Tabla B.11: Turbidez de la muestra Aceite/CoMn₂O₄ al 0,001 % II según la fecha de medición.

Medición	30/03	01/04	02/04	06/04	13/04	21/04	28/04	07/05	20/05	09/06
1	6,91	6,55	5,9	5,89	5,3	4,11	3,5	3,31	2,93	2,56
2	6,7	6,25	5,71	5,43	4,74	4,01	3,61	3,23	2,93	2,49
3	6,56	6,05	5,61	5,2	4,53	3,92	3,74	3,15	2,89	2,51
4	6,55	5,95	5,56	5,19	4,3	3,93	3,66	3,23	2,87	2,52
5	6,5	5,84	5,55	5,14	4,23	3,87	3,39	3,32	2,9	2,52
6	6,5	5,8	5,53	5,17	4,22	3,86	3,33	3,32	2,9	2,51
7	6,54	5,84	5,52	5,14	4,26	3,86	3,59	3,3	2,91	2,44
8	6,49	5,86	5,55	5,11	4,3	3,86	3,7	3,29	2,9	2,36
9	6,52	5,97	5,56	5,11	4,35	3,86	3,68	3,24	2,9	2,32
10	6,54	5,98	5,57	5,15	4,38	3,87	3,67	3,16	2,9	2,32
Promedio	6,581	6,009	5,606	5,253	4,461	3,915	3,59	3,26	2,903	2,455

*Fuente: Elaboración propia.*Tabla B.12: Turbidez de la muestra Aceite/CoMn₂O₄ al 0,003 % II según la fecha de medición.

Medición	30/03	01/04	02/04	06/04	13/04	21/04	28/04	07/05	20/05	09/06
1	15,7	15,8	15,6	14,7	14,4	13,3	12,3	13,4	12,3	11,3
2	15,5	15,4	15,3	14,3	14	13,2	12,6	13,3	12,2	11,3
3	15,6	15,3	15,3	14,1	13,8	13,2	12,8	13,1	12,1	11,3
4	15,3	15,3	15,3	14,2	13,7	13,2	12,8	13,1	12,1	11,3
5	15,3	15,3	15,2	14,2	13,7	13,2	12,8	13,1	12,2	11,3
6	15,1	15,3	15,2	14,2	13,7	13,2	12,7	13,1	12,2	11,3
7	15,1	15,3	15,1	14,3	13,7	13,1	12,8	13,1	12,1	11,2
8	15,1	15,4	15,1	14,3	13,7	13,1	12,7	13,1	12	11,2
9	15,1	15,5	15,1	14,3	13,7	13,1	12,7	13,1	12	11,2
10	15,1	15,4	15,1	14,3	13,7	13,1	12,7	12,9	12	11,2
Promedio	15,29	15,4	15,23	14,29	13,81	13,17	12,69	13,13	12,12	11,26

Fuente: Elaboración propia.

Tabla B.13: Turbidez de la muestra Aceite/ CoMn_2O_4 al 0,005 % II según la fecha de medición.

Medición	21/04	23/04	28/04	30/04	07/05	20/05	09/06
1	25	23,7	22,3	23	21,6	21,1	20,6
2	24,6	23,6	22,2	22,5	21,7	21,1	20,4
3	24,4	23,5	22,2	22,5	21,7	21,1	20,4
4	24,4	23,5	22,1	22,5	21,7	21,1	20,3
5	24,4	23,5	22,1	22,5	21,6	21,1	20,3
6	24,4	23,4	22,1	22,5	21,6	21,1	20,3
7	24,4	22,7	22,2	22,5	21,5	21,1	20,3
8	24,4	22,3	22,1	22,6	21,4	21,1	20,3
9	24,7	22,7	22,1	22,5	21,4	21,1	20,3
10	24,7	22,7	22,1	22,5	21,3	21,1	20,3
Promedio	24,54	23,16	22,15	22,56	21,55	21,1	20,35

Fuente: Elaboración propia.

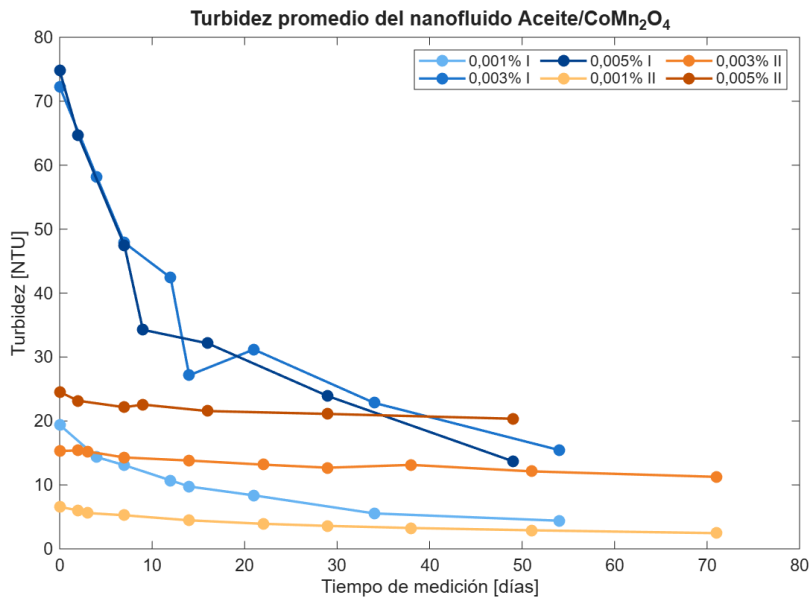


Figura B.3: Variación de la turbidez promedio en función del tiempo de medición para los nanofluidos de aceite mineral con nanopartículas de CoMn_2O_4 , preparados a diferentes concentraciones.

Tabla B.14: Síntesis de las mediciones de turbidez. Se reporta el valor promedio del primer y el último día de seguimiento, la duración del seguimiento y la pérdida relativa de turbidez como indicador inverso de estabilidad coloidal.

Muestra	τ_0 [NTU]	τ_f [NTU]	Δt [d]	Pérdida [%]
0,001 % Método I	19,39	4,40	54	77,3
0,003 % Método I	72,28	15,45	54	78,6
0,005 % Método I	74,79	13,70	49	81,7
0,001 % Método II	6,58	2,46	71	62,7
0,003 % Método II	15,29	11,26	71	26,4
0,005 % Método II	24,54	20,35	49	17,1

Fuente: *Elaboración propia.*

B.2. Impulso tipo rayo

B.2.1. Tablas de resultados

Tabla B.15: Tensiones de ruptura para la muestra de Aceite Base.

Aceite Base					
N°	Tensión [kV]	N°	Tensión [kV]	N°	Tensión [kV]
1	54,02	21	66,70	41	64,52
2	63,64	22	62,93	42	59,98
3	61,30	23	68,56	43	60,99
4	61,94	24	66,87	44	65,09
5	69,41	25	63,99	45	67,20
6	64,80	26	67,63	46	65,68
7	67,60	27	68,66	47	68,19
8	63,15	28	64,61	48	71,10
9	62,92	29	66,96	49	70,21
10	69,06	30	61,22	50	66,56
11	57,01	31	64,69	51	71,60
12	67,57	32	67,53	52	70,34
13	66,71	33	65,95	53	64,92
14	65,28	34	66,94	54	64,52
15	63,41	35	64,23	55	72,30
16	67,80	36	66,88	56	57,46
17	62,80	37	66,96	57	65,05
18	64,41	38	65,57	58	69,51
19	66,13	39	68,26	59	71,04
20	69,24	40	66,74	60	71,01

Fuente: Elaboración propia.

Tabla B.16: Tensiones de ruptura para la muestra 0,001 % I.

0,001 % I					
N°	Tensión [kV]	N°	Tensión [kV]	N°	Tensión [kV]
1	74,10	21	70,85	41	74,04
2	67,21	22	69,85	42	73,56
3	71,85	23	63,92	43	68,68
4	67,46	24	66,51	44	72,44
5	72,75	25	65,84	45	68,29
6	73,08	26	73,10	46	70,53
7	62,11	27	71,27	47	72,54
8	67,49	28	71,13	48	72,82
9	69,57	29	71,43	49	72,98
10	70,43	30	69,02	50	71,27
11	67,03	31	69,73	51	70,52
12	71,76	32	72,42	52	68,37
13	75,24	33	69,84	53	67,22
14	70,69	34	71,74	54	70,44
15	65,92	35	64,72	55	70,13
16	67,54	36	66,97	56	70,02
17	66,80	37	70,17	57	73,66
18	69,16	38	71,10	58	71,26
19	68,51	39	72,95	59	76,43
20	70,67	40	73,62	60	74,69

Fuente: *Elaboración propia.*

Tabla B.17: Tensiones de ruptura para la muestra 0,001 % II.

0,001 % II					
N°	Tensión [kV]	N°	Tensión [kV]	N°	Tensión [kV]
1	72,11	21	68,44	41	60,04
2	62,77	22	65,10	42	64,96
3	71,41	23	67,88	43	69,01
4	67,46	24	65,77	44	66,15
5	68,65	25	68,95	45	67,87
6	67,82	26	65,97	46	59,30
7	66,42	27	69,45	47	62,43
8	65,85	28	64,99	48	65,15
9	69,60	29	68,11	49	69,32
10	58,05	30	64,65	50	70,36
11	68,47	31	63,98	51	63,68
12	63,07	32	69,14	52	69,89
13	65,25	33	68,97	53	62,71
14	68,53	34	66,76	54	67,24
15	68,10	35	62,47	55	71,70
16	70,93	36	66,85	56	67,12
17	68,18	37	62,90	57	69,52
18	68,51	38	64,37	58	65,39
19	69,94	39	65,29	59	70,66
20	65,82	40	69,99	60	69,49

***Fuente:** Elaboración propia.*

Tabla B.18: Tensiones de ruptura para la muestra 0,003 % I.

0,003 % I					
N°	Tensión [kV]	N°	Tensión [kV]	N°	Tensión [kV]
1	86,15	21	78,77	41	71,30
2	87,73	22	71,62	42	78,33
3	84,00	23	69,90	43	74,52
4	67,52	24	73,24	44	74,25
5	73,18	25	67,57	45	70,62
6	78,83	26	81,12	46	76,84
7	79,98	27	79,55	47	71,96
8	77,91	28	65,42	48	70,68
9	76,44	29	73,25	49	80,15
10	71,47	30	72,35	50	70,19
11	73,83	31	75,53	51	79,22
12	70,46	32	65,90	52	74,74
13	75,95	33	81,40	53	74,64
14	69,14	34	77,22	54	72,56
15	75,87	35	74,44	55	74,87
16	74,56	36	72,88	56	68,17
17	78,24	37	67,30	57	72,56
18	74,23	38	66,91	58	67,64
19	76,50	39	80,07	59	76,37
20	72,40	40	76,06	60	76,83

Fuente: *Elaboración propia.*

Tabla B.19: Tensiones de ruptura para la muestra 0,003 % II.

0,003 % II					
N°	Tensión [kV]	N°	Tensión [kV]	N°	Tensión [kV]
1	73,29	21	73,24	41	68,35
2	66,34	22	70,31	42	64,05
3	68,25	23	65,21	43	67,10
4	71,03	24	70,01	44	68,84
5	71,24	25	70,40	45	68,57
6	66,13	26	72,06	46	67,74
7	65,50	27	71,34	47	67,16
8	68,22	28	68,14	48	69,85
9	72,83	29	67,22	49	69,12
10	69,35	30	67,94	50	69,97
11	73,15	31	65,23	51	69,25
12	68,05	32	67,85	52	67,48
13	68,97	33	66,69	53	67,45
14	69,01	34	62,45	54	69,22
15	73,23	35	61,21	55	66,71
16	66,98	36	72,18	56	70,42
17	68,74	37	70,52	57	72,25
18	71,07	38	64,05	58	71,21
19	73,07	39	63,35	59	68,36
20	72,75	40	69,76	60	66,15

Fuente: *Elaboración propia.*

Tabla B.20: Tensiones de ruptura para la muestra 0,005 % I.

0,005 % I					
N°	Tensión [kV]	N°	Tensión [kV]	N°	Tensión [kV]
1	68,97	21	67,75	41	60,84
2	69,90	22	62,07	42	66,03
3	60,35	23	62,37	43	64,72
4	65,79	24	64,64	44	64,38
5	62,39	25	64,19	45	59,31
6	67,57	26	61,56	46	61,12
7	62,10	27	63,03	47	59,34
8	63,20	28	57,56	48	63,42
9	62,91	29	65,77	49	65,35
10	63,99	30	62,58	50	64,32
11	65,89	31	67,84	51	57,84
12	69,86	32	62,52	52	60,29
13	69,03	33	62,80	53	62,77
14	64,38	34	62,98	54	62,63
15	66,46	35	61,10	55	64,72
16	55,25	36	62,66	56	61,04
17	60,80	37	64,07	57	64,15
18	62,77	38	65,68	58	60,67
19	66,46	39	64,83	59	63,92
20	61,83	40	62,08	60	59,01

Fuente: *Elaboración propia.*

Tabla B.21: Tensiones de ruptura para la muestra 0,005 % II.

0,005 % II					
N°	Tensión [kV]	N°	Tensión [kV]	N°	Tensión [kV]
1	79,28	21	75,68	41	75,16
2	70,62	22	69,79	42	76,61
3	76,73	23	71,80	43	70,22
4	75,20	24	70,73	44	74,93
5	79,39	25	75,25	45	76,73
6	67,22	26	74,72	46	66,02
7	70,52	27	73,96	47	76,09
8	76,56	28	78,37	48	74,16
9	72,49	29	74,43	49	74,12
10	73,24	30	77,61	50	77,68
11	76,46	31	73,65	51	75,99
12	78,44	32	74,55	52	73,98
13	75,72	33	71,52	53	75,90
14	74,08	34	71,99	54	74,77
15	70,74	35	75,09	55	74,35
16	70,26	36	75,96	56	76,09
17	75,26	37	73,37	57	73,12
18	80,18	38	75,65	58	74,55
19	71,73	39	76,04	59	75,20
20	75,95	40	71,19	60	75,18

Fuente: Elaboración propia.

Tabla B.22: Resumen tensión de ruptura de las muestras [kV].

	Base	0,001 % I	0,001 % II	0,003 % I	0,003 % II	0,005 % I	0,005 % II
Promedio 1-20	64,41	69,47	67,35	76,22	69,86	64,50	74,50
Promedio 21-40	66,09	69,75	66,50	73,53	67,96	63,40	74,07
Promedio 41-60	66,86	71,49	66,60	73,82	68,46	62,29	74,54
Promedio	65,79	70,26	66,82	74,52	68,76	63,40	74,37
Desviación estándar	3,59	2,91	3,07	4,82	2,81	2,98	2,82
Variación vs. base [%]	—	+6,8	+1,6	+13,3	+4,5	−3,6	+13,0

Fuente: Elaboración propia.

B.2.2. Curvas características

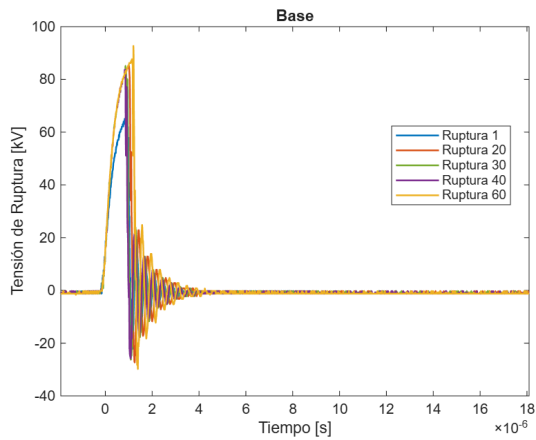
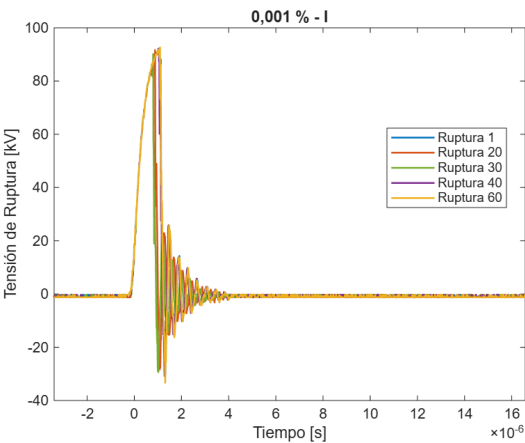
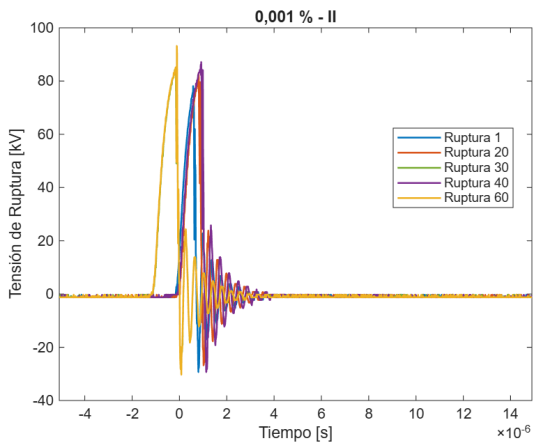


Figura B.4: Curvas de impulsos para la muestra de aceite base.

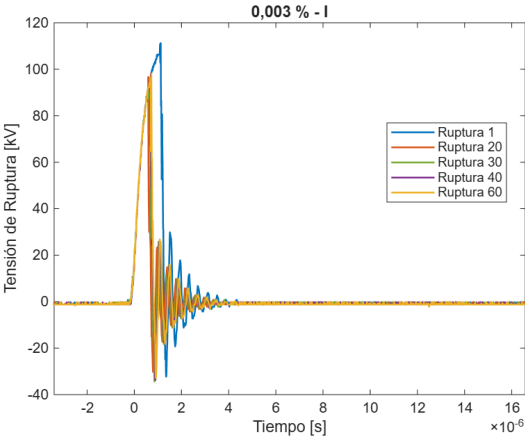


((a)) Método I.

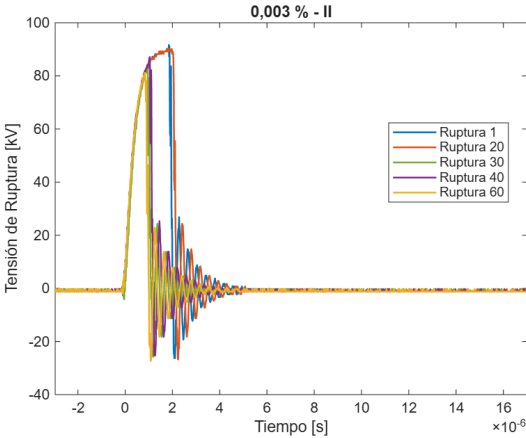


((b)) Método II.

Figura B.5: Curvas de impulsos para la muestra con concentración 0,001 %.

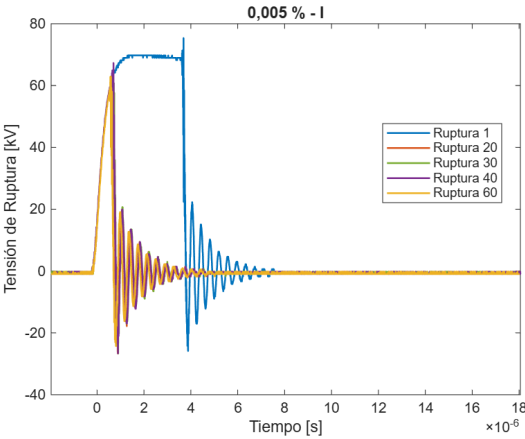


((a)) Método I.

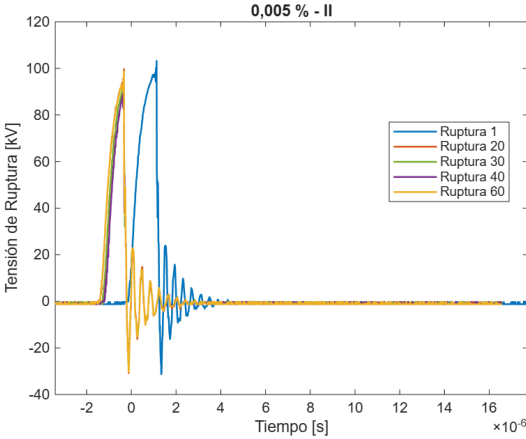


((b)) Método II.

Figura B.6: Curvas de impulsos para la muestra con concentración 0,003 %.



((a)) Método I.



((b)) Método II.

Figura B.7: Curvas de impulsos para la muestra con concentración 0,005 %.

B.2.3. Curvas características ampliadas comparadas con el impulso base

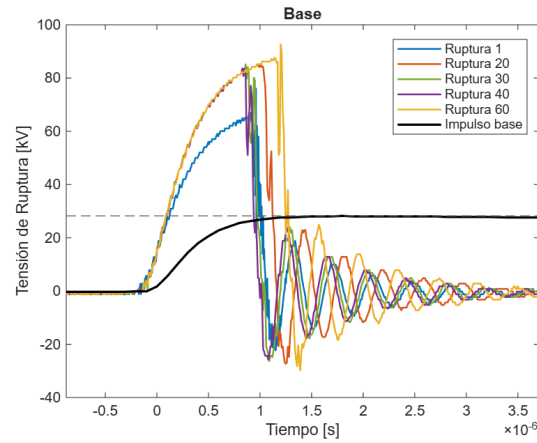
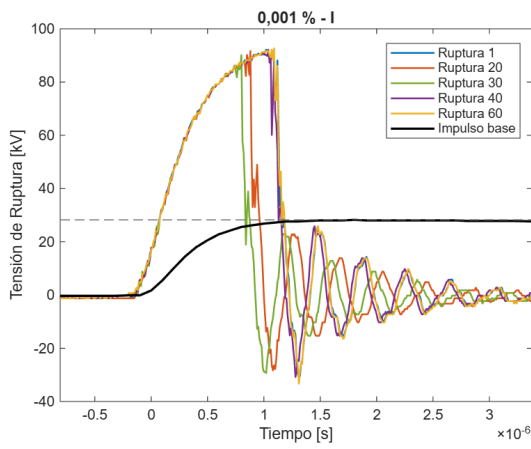
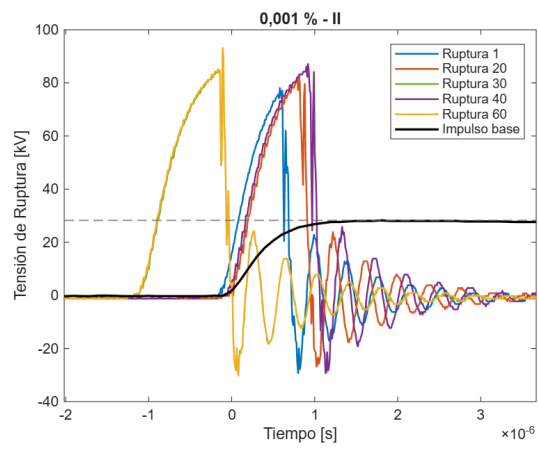


Figura B.8: Curvas de impulsos para la muestra de aceite base.

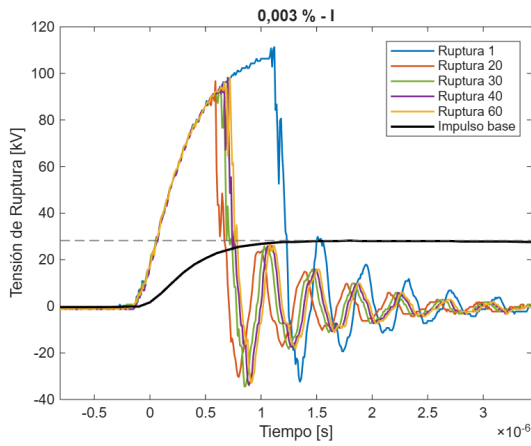


((a)) Método I.

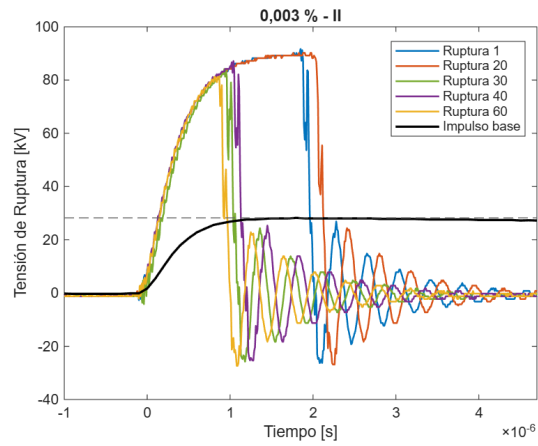


((b)) Método II.

Figura B.9: Curvas de impulsos para la muestra con concentración 0,001 %.

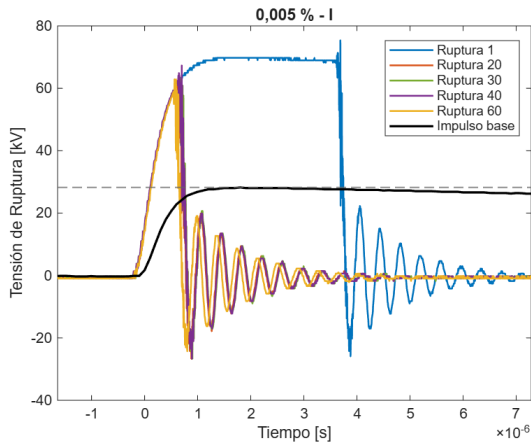


((a)) Método I.

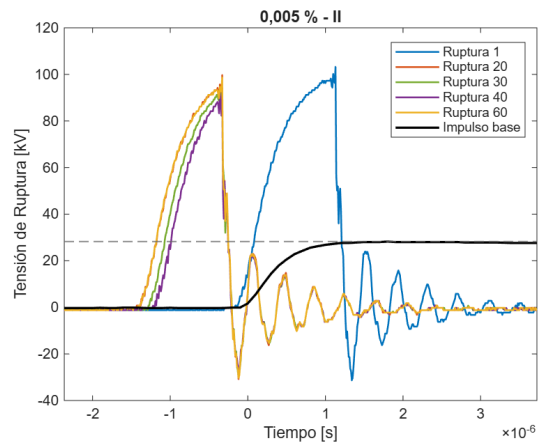


((b)) Método II.

Figura B.10: Curvas de impulsos para la muestra con concentración 0,003 %.



((a)) Método I.



((b)) Método II.

Figura B.11: Curvas de impulsos para la muestra con concentración 0,005 %.

B.3. Rigidez dieléctrica

Tabla B.23: Resultados de rigidez dieléctrica de las muestras analizadas.

Rigidez dieléctrica	Base	0,001 % I	0,001 % II	0,003 % I	0,003 % II	0,005 % I	0,005 % II
Medición 1	32,0	32,2	42,5	32,8	38,0	21,7	42,1
Medición 2	46,3	19,1	37,7	33,0	47,1	14,8	31,3
Medición 3	51,1	27,6	37,2	30,4	45,8	12,9	33,4
Medición 4	40,9	30,1	33,9	18,8	41,8	14,1	33,4
Medición 5	42,1	24,7	33,3	32,6	49,0	28,9	36,9
Medición 6	46,6	22,9	39,3	28,4	48,1	27,5	33,4
Temperatura [°C]	23	23	25	23	24	23	22
Valor Medio [kV]	43,2	26,1	37,3	29,3	45,0	20,0	35,1
Desviación estándar [kV]	6,6	4,9	3,4	5,5	4,2	7,1	3,9
Coefficiente de variación [%]	15,2	18,7	9,2	18,6	9,4	35,4	11,1

Fuente: Elaboración propia.

B.4. Tangente Delta

Tabla B.24: Tabla resumen resultados de tangente delta, capacidad y resistividad relativa de las muestras analizadas (IEC 60247:2004, $T = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$, $V_{AC} = 1500\text{ V}$, $f = 51\text{ Hz}$).

Muestra	Ensayo	$\tan \delta$	C [pF]	ρ_{rel} [$\Omega \cdot m$]
Aceite base	1	0,000861	173,8	$2,73 \times 10^{10}$
	2	0,000901	173,2	$1,25 \times 10^{11}$
0,001 % I	1	0,004575	172,0	$8,42 \times 10^9$
	2	0,002603	171,5	$1,83 \times 10^{10}$
0,003 % I	1	0,002025	174,4	$2,18 \times 10^{10}$
	2	0,002017	174,2	$1,76 \times 10^{10}$
0,005 % I	1	0,001882	172,3	$6,37 \times 10^{12\dagger}$
	2	0,001913	173,8	$1,84 \times 10^{11}$
0,001 % II	1	0,006617	173,7	$2,48 \times 10^{11}$
	2	0,006731	173,5	$1,08 \times 10^{11}$
0,003 % II	1	0,016848	172,9	$2,61 \times 10^{10}$
	2	0,017793	171,2	$1,42 \times 10^{10}$
0,005 % II	1	0,022759	173,9	$9,27 \times 10^9$
	2	0,025196	171,4	$8,13 \times 10^9$

Fuente: Elaboración propia.

```

-----
Laboratory:
Tested by:
Report #: 3
Oil sample:
Co ment:
-----
TOR-3 Oil Tan Delta Tester
-----
Measuring with:          IEC 60247:2004-02 Routine
-----
///Empty cell data
Index:                    1
Serial #:                  1
Calibration AC Frequency:50Hz
Capacity:                  83.8pF
Offset:                    0.000170 (0.016991%)
Calibration date: 21.04.2026
-----
///Measurement configuration
AC Frequency:              51Hz
AC Voltage:                1500V
DC Voltage:                500V
Temperature:               90°C
Refills Total:             2
-----
Refill #1 tangent start:08.06.2026 - 16:23:02
End:                       08.06.2026 - 16:32:43
///Results
Capacity:                  173.8pF
Tangent:                   0.000861 (0.086091%)
Relative permittivity:      2.073
-----
Refill #1 resistance start:08.06.2026 - 16:32:43
End:                       08.06.2026 - 16:39:47
///Result
Relative resistivity:       272867.8 * 10^5 Ohm/m
-----
Refill #2 tangent start:08.06.2026 - 16:43:11
End:                       08.06.2026 - 16:52:40
///Results
Capacity:                  173.2pF
Tangent:                   0.000901 (0.090144%)
Relative permittivity:      2.066
-----
Refill #2 resistance start:08.06.2026 - 16:52:40
End:                       08.06.2026 - 16:59:45
///Result
Relative resistivity:       124910.4 * 10^6 Ohm/m
-----

```

Figura B.12: Registro completo de ensayo de tangente delta para la muestra de aceite base.
[Elaboración propia]

```

-----
Laboratory:
Tested by:
Report #: 8
Oil sample:
Comment:
-----
TOR-3 Oil Tan Delta Tester
-----
Measuring with:          IEC 60247:2004-02 Routine
-----
///Empty cell data
Index:                    1
Serial #:                  1
Calibration AC Frequency: 50Hz
Capacity:                  83.8pF
Offset:                    0.000170 (0.016991%)
Calibration date: 21.04.2026
-----
///Measurement configuration
AC Frequency:              51Hz
AC Voltage:                1500V
DC Voltage:                500V
Temperature:               90°C
Refills Total:             2
-----
Refill #1 tangent start: 09.06.2026 - 15:46:49
End:                      09.06.2026 - 15:58:51
///Results
Capacity:                  172.0pF
Tangent:                   0.004575 (0.457458%)
Relative permittivity:     2.052
-----
Refill #1 resistance start: 09.06.2026 - 15:58:51
End:                      09.06.2026 - 16:06:00
///Result
Relative resistivity:      842149.5 * 10^4 Ohm/m
-----
Refill #2 tangent start: 09.06.2026 - 16:08:09
End:                      09.06.2026 - 16:16:46
///Results
Capacity:                  171.5pF
Tangent:                   0.002603 (0.260346%)
Relative permittivity:     2.045
-----
Refill #2 resistance start: 09.06.2026 - 16:16:46
End:                      09.06.2026 - 16:23:51
///Result
Relative resistivity:      182820.9 * 10^5 Ohm/m
-----

```

Figura B.13: Registro completo de ensayo de tangente delta para la muestra 0,001 % I.
[Elaboración propia]

```

-----
Laboratory:
Tested by:
Report #: 2
Oil sample:
Co ment:
-----
TOR-3 Oil Tan Delta Tester
-----
Measuring with:          IEC 60247:2004-02 Routine
-----
///Empty cell data
Index:                    1
Serial #:                 1
Calibration AC Frequency:50Hz
Capacity:                 83.8pF
Offset:                   0.000170 (0.016991%)
Calibration date: 21.04.2026
-----
///Measurement configuration
AC Frequency:             51Hz
AC Voltage:               1500V
DC Voltage:               500V
Temperature:              90°C
Refills Total:            2
-----
Refill #1 tangent start:11.06.2026 - 09:57:01
End:                      11.06.2026 - 10:19:21
///Results
Capacity:                 174.4pF
Tangent:                  0.002025 (0.202536%)
Relative permittivity:    2.080
-----
Refill #1 resistance start:11.06.2026 - 10:19:21
End:                      11.06.2026 - 10:26:22
///Result
Relative resistivity:     218454.4 * 10^5 Ohm/m
-----
Refill #2 tangent start:11.06.2026 - 10:27:45
End:                      11.06.2026 - 10:36:25
///Results
Capacity:                 174.2pF
Tangent:                  0.002017 (0.201698%)
Relative permittivity:    2.078
-----
Refill #2 resistance start:11.06.2026 - 10:36:25
End:                      11.06.2026 - 10:43:29
///Result
Relative resistivity:     176092.6 * 10^5 Ohm/m
-----

```

Figura B.14: Registro completo de ensayo de tangente delta para la muestra 0,003 % I.
[Elaboración propia]

```

-----
Laboratory:
Tested by:
Report #: 2
Oil sample:
Comment:
-----
TOR-3 Oil Tan Delta Tester
-----
Measuring with: IEC 60247:2004-02 Routine
-----
///Empty cell data
Index: 1
Serial #: 1
Calibration AC Frequency: 50Hz
Capacity: 83.8pF
Offset: 0.000170 (0.016991%)
Calibration date: 21.04.2026
-----
///Measurement configuration
AC Frequency: 51Hz
AC Voltage: 1500V
DC Voltage: 500V
Temperature: 90°C
Refills Total: 2
-----
Refill #1 tangent start: 10.06.2026 - 13:31:03
End: 10.06.2026 - 13:49:05
///Results
Capacity: 172.3pF
Tangent: 0.001882 (0.188238%)
Relative permittivity: 2.055
-----
Refill #1 resistance start: 10.06.2026 - 13:49:05
End: 10.06.2026 - 13:56:08
///Result
Relative resistivity:  $637139.1 \times 10^7 \text{ Ohm/m}$ 
-----
Refill #2 tangent start: 10.06.2026 - 13:57:30
End: 10.06.2026 - 14:06:03
///Results
Capacity: 173.8pF
Tangent: 0.001913 (0.191341%)
Relative permittivity: 2.073
-----
Refill #2 resistance start: 10.06.2026 - 14:06:03
End: 10.06.2026 - 14:13:16
///Result
Relative resistivity:  $184197.8 \times 10^6 \text{ Ohm/m}$ 
-----

```

Figura B.15: Registro completo de ensayo de tangente delta para la muestra 0,005 % I.
[Elaboración propia]

```

-----
Laboratory:
Tested by:
Report #: 5
Oil sample:
Comment:
-----
TOR-3 Oil Tan Delta Tester
-----
Measuring with: IEC 60247:2004-02 Routine
-----
///Empty cell data
Index: 1
Serial #: 1
Calibration AC Frequency: 50Hz
Capacity: 83.8pF
Offset: 0.000170 (0.016991%)
Calibration date: 21.04.2026
-----
///Measurement configuration
AC Frequency: 51Hz
AC Voltage: 1500V
DC Voltage: 500V
Temperature: 90°C
Refills Total: 2
-----
Refill #1 tangent start: 09.06.2026 - 11:56:38
End: 09.06.2026 - 12:07:26
///Results
Capacity: 173.7pF
Tangent: 0.006617 (0.661704%)
Relative permittivity: 2.072
-----
Refill #1 resistance start: 09.06.2026 - 12:07:26
End: 09.06.2026 - 12:14:33
///Result
Relative resistivity: 247526.4 * 10^6 Ohm/m
-----
Refill #2 tangent start: 09.06.2026 - 12:17:40
End: 09.06.2026 - 12:26:36
///Results
Capacity: 173.5pF
Tangent: 0.006731 (0.673115%)
Relative permittivity: 2.069
-----
Refill #2 resistance start: 09.06.2026 - 12:26:36
End: 09.06.2026 - 12:33:44
///Result
Relative resistivity: 107566.5 * 10^6 Ohm/m
-----

```

Figura B.16: Registro completo de ensayo de tangente delta para la muestra 0,001 % II.
[Elaboración propia]

```

-----
Laboratory:
Tested by:
Report #: 6
Oil sample:
Comment:
-----
TOR-3 Oil Tan Delta Tester
-----
Measuring with: IEC 60247:2004-02 Routine
-----
///Empty cell data
Index: 1
Serial #: 1
Calibration AC Frequency: 50Hz
Capacity: 83.8pF
Offset: 0.000170 (0.016991%)
Calibration date: 21.04.2026
-----
///Measurement configuration
AC Frequency: 51Hz
AC Voltage: 1500V
DC Voltage: 500V
Temperature: 90°C
Refills Total: 2
-----
Refill #1 tangent start: 09.06.2026 - 14:05:16
End: 09.06.2026 - 14:22:04
///Results
Capacity: 172.9pF
Tangent: 0.016848 (1.684785%)
Relative permittivity: 2.062
-----
Refill #1 resistance start: 09.06.2026 - 14:22:04
End: 09.06.2026 - 14:29:05
///Result
Relative resistivity: 261136.8 * 10^5 Ohm/m
-----
Refill #2 tangent start: 09.06.2026 - 14:31:39
End: 09.06.2026 - 14:40:22
///Results
Capacity: 171.2pF
Tangent: 0.017793 (1.779255%)
Relative permittivity: 2.043
-----
Refill #2 resistance start: 09.06.2026 - 14:40:22
End: 09.06.2026 - 14:47:33
///Result
Relative resistivity: 141592.8 * 10^5 Ohm/m
-----

```

Figura B.17: Registro completo de ensayo de tangente delta para la muestra 0,003 % II.
[Elaboración propia]

```

-----
Laboratory:
Tested by:
Report #: 7
Oil sample:
Co ment:
-----
TOR-3 Oil Tan Delta Tester
-----
Measuring with:          IEC 60247:2004-02 Routine
-----
///Empty cell data
Index:                    1
Serial #:                 1
Calibration AC Frequency:50Hz
Capacity:                 83.8pF
Offset:                   0.000170 (0.016991%)
Calibration date: 21.04.2026
-----
///Measurement configuration
AC Frequency:             51Hz
AC Voltage:               1500V
DC Voltage:               500V
Temperature:              90°C
Refills Total:            2
-----
Refill #1 tangent start:09.06.2026 - 15:03:08
End:                      09.06.2026 - 15:15:11
///Results
Capacity:                 173.9pF
Tangent:                  0.022759 (2.275911%)
Relative permittivity:    2.074
-----
Refill #1 resistance start:09.06.2026 - 15:15:11
End:                      09.06.2026 - 15:22:15
///Result
Relative resistivity:     927031.4 * 10^4 Ohm/m
-----
Refill #2 tangent start:09.06.2026 - 15:25:05
End:                      09.06.2026 - 15:33:40
///Results
Capacity:                 171.4pF
Tangent:                  0.025196 (2.519632%)
Relative permittivity:    2.044
-----
Refill #2 resistance start:09.06.2026 - 15:33:40
End:                      09.06.2026 - 15:40:48
///Result
Relative resistivity:     813060.6 * 10^4 Ohm/m
-----

```

Figura B.18: Registro completo de ensayo de tangente delta para la muestra 0,005 % II.
[Elaboración propia]

Bibliografía

- [1] A. A. U. Abdullaev, Z. Z. Tychiev, T. K. Jabborov, M. K. U. Kobilov, Z. Z. U. Najmitdinov, and M. Z. U. Sharipov, “A review on power transformer failures: Analysis of failure types and causative factors,” *Indonesian Journal of Electrical Engineering and Computer Science*, vol. 38, no. 2, pp. 713–722, 2025.
- [2] M. Šárpataky, J. Kurimský, and M. Rajňák, “Dielectric fluids for power transformers with special emphasis on biodegradable nanofluids,” *Nanomaterials*, vol. 11, no. 11, p. 2885, 2021.
- [3] S. U. S. Choi, “Enhancing thermal conductivity of fluids with nanoparticles,” in *Developments and Applications of Non-Newtonian Flows*, ser. FED, D. A. Siginer and H. P. Wang, Eds., vol. 231. New York: ASME, 1995, pp. 99–105.
- [4] R. A. Farade, N. I. Abdul Wahab, M. Rafiq, N. A. Shah, T. M. Y. Khan, and S. W. Ghor, “Cutting-edge dielectric nanofluids: A review of factors influencing stability and thermo-dielectric properties,” *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 2025.
- [5] A. A. Adekunle and S. O. Oparanti, “A review on physicochemical and electrical performance of vegetable oil-based nanofluids for high voltage equipment,” *Electric Power Systems Research*, vol. 214, p. 108873, 2023.
- [6] R. A. Farade, N. I. Abdul Wahab, Z. Said, T. M. Y. Khan, and C. A. Saleel, “Toward green and sustainable dielectric nanofluids: Surfactant impacts on stability, properties, and regulations,” *Advances in Colloid and Interface Science*, vol. 339, p. 103668, 2025.
- [7] M. Rafiq, M. Shafique, A. Azam, and M. Ateeq, “Transformer oil-based nanofluid: The application of nanomaterials on thermal, electrical and physicochemical properties of liquid insulation - a review,” *Ain Shams Engineering Journal*, vol. 12, pp. 555–576, 2021.
- [8] Y. Lv, C. Li, Q. Sun, M. Huang, C. Li, and B. Qi, “Effect of dispersion method on stability and dielectric strength of transformer oil-based TiO₂ nanofluids,” *Nanoscale Research Letters*, vol. 11, no. 1, p. 515, 2016.

-
- [9] I. Kihal, S. Douafer, H. Lahmar, G. Rekhila, S. Hcini, M. Trari, and M. Benamira, "CoMn₂O₄: A new spinel photocatalyst for hydrogen photo-generation under visible light irradiation," *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, vol. 386, p. 112134, 2020.
- [10] E. Kuffel, W. S. Zaengl, and J. Kuffel, *High Voltage Engineering: Fundamentals*, 2nd ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2000.
- [11] M. Bhatt and P. Bhatt, "A review on electrical characteristics of nanofluid based transformer oil," *Indian Journal of Science and Technology*, vol. 12, no. 27, pp. 1–9, 2019.
- [12] K. N. Koutras, I. Naxakis, E. C. Pyrgioti, V. P. Charalampakos, I. F. Gonos, A. Antonelou, and S. N. Yannopoulos, "The influence of nanoparticles' conductivity and charging on dielectric properties of ester oil based nanofluid," *Energies*, vol. 13, no. 24, p. 6540, 2020.
- [13] J. G. Hwang, "Elucidating the mechanisms behind pre-breakdown phenomena in transformer oil systems," Ph.D. thesis, Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, MA, 2010, dept. of Electrical Engineering and Computer Science. Disponible en DSpace@MIT: <https://dspace.mit.edu/handle/1721.1/60145>.
- [14] D. Dwiriani, M. Z. Efendi, R. Aritonang, and T. U. Lestari, "Band gap energy characteristics in materials," *Journal of Frontier Research in Science and Engineering*, vol. 3, no. 2, pp. 1–9, 2025.
- [15] S. A. Khan, S. A. Khan, O. Rahman, A. Masood, A. A. Khan, M. U. Zuberi, F. I. Bakhsh, and M. R. Islam, "Impact of silicon carbide, boron nitride, and zirconium dioxide nanoparticles on ester-based dielectric fluids," *IET Nanodielectrics*, vol. 7, no. 2, pp. 1–13, 2024.
- [16] M. Karataş and Y. Biçen, "Nanoparticle-enhanced dielectric oils for improved electrical insulation: Comparison of MgO, Al₂O₃, and SiO₂-based dielectric nanofluids," *High Voltage*, vol. 10, no. 2, pp. 1–14, 2025.
- [17] K. N. Koutras, I. Naxakis, A. Antonelou, V. P. Charalampakos, E. C. Pyrgioti, and S. N. Yannopoulos, "Dielectric strength and stability of natural ester oil based TiO₂ nanofluids," *Journal of Molecular Liquids*, vol. 318, p. 113901, 2020.
- [18] K. N. Koutras, S. N. Tegopoulos, V. P. Charalampakos, A. Kyritsis, I. F. Gonos, and E. C. Pyrgioti, "Breakdown performance and partial discharge development in transformer oil-based metal carbide nanofluids," *Nanomaterials*, vol. 12, no. 2, p. 269, 2022.

- [19] M. R. Hussain, Q. Khan, A. A. Khan, S. S. Refaat, and H. Abu-Rub, "Dielectric performance of magneto-nanofluids for advancing oil-immersed power transformer," *IEEE Access*, vol. 8, pp. 163 316–163 326, 2020.
- [20] H. Pourpasha, S. Zeinali Heris, R. Javadpour, M. Mohammadpourfard, and Y. Li, "Experimental investigation of zinc ferrite/insulation oil nanofluid natural convection heat transfer, AC dielectric breakdown voltage, and thermophysical properties," *Scientific Reports*, vol. 14, no. 1, p. 20345, 2024.
- [21] M. H. Abdo, E.-S. M. El-Refaie, A. E. S. Tawfic, and D.-E. Mansour, "Investigation of dielectric and thermal properties of mineral oil-based Fe_3O_4 -coated SiO_2 core-shell nanofluids," *High Voltage*, vol. 10, no. 3, pp. 1–14, 2025.
- [22] S. O. Oparanti, I. Fofana, R. Jafari, and R. Zarrougui, "A state-of-the-art review on green nanofluids for transformer insulation," *Journal of Molecular Liquids*, vol. 399, p. 124023, 2024.
- [23] R. A. Farade, N. I. Abdul Wahab, D.-E. Mansour, N. Junaidi, M. E. M. Soudagar, R. K. Rajamony, and L. Alzubaidi, "A review on ultrasonic alchemy of oil-based nanofluids for cutting-edge dielectric and heat transfer oils," *Journal of Molecular Liquids*, vol. 410, p. 125312, 2024.
- [24] S. Raja and G. Koperundevi, "Titania-based transformer nanofluid: A study on the synthesis for enhanced breakdown strength and its humidity ageing," *IET Nanodielectrics*, vol. 3, no. 3, pp. 99–108, 2020.
- [25] M. I. Qureshi and B. Qureshi, "Probing the use of silane-grafted fumed silica nanoparticles to produce stable transformer oil-based nanofluids," *Materials*, vol. 14, no. 24, p. 7649, 2021.
- [26] S. S. More, S. P. Kadam, and V. K. Redasani, "A comprehensive review of uv-visible spectroscopy," *International Journal of Pharmaceutical Research and Applications*, vol. 10, no. 3, pp. 114–134, May–June 2025.
- [27] F. S. Rocha, A. J. Gomes, C. N. Lunardi, S. Kaliaguine, and G. S. Patience, "Experimental methods in chemical engineering: Ultraviolet visible spectroscopy—uv-vis," *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, vol. 96, no. 12, pp. 2512–2517, 2018.
- [28] B. G. B. Kitchener, J. Wainwright, and A. J. Parsons, "A review of the principles of turbidity measurement," *Progress in Physical Geography: Earth and Environment*, vol. 41, no. 5, pp. 620–642, 2017.
- [29] U.S. Environmental Protection Agency, "Method 180.1: Determination of turbidity by nephelometry," U.S. Environmental Protection Agency, Office of Research and Development, Cincinnati, OH, Tech. Rep. EPA/600/4-79/020, 1993.

-
- [30] K. Rahn-Chique, A. M. Puertas, M. S. Romero-Cano, C. Rojas, and G. Urbina-Villalba, "Nanoemulsion stability: Experimental evaluation of the flocculation rate from turbidity measurements," *Advances in Colloid and Interface Science*, vol. 178, pp. 1–20, 2012.
- [31] P. Anzini, D. Redoglio, M. Rocco, N. Masciocchi, and F. Ferri, "Light scattering and turbidimetry techniques for the characterization of nanoparticles and nanostructured networks," *Nanomaterials*, vol. 12, no. 13, p. 2214, 2022.
- [32] British Standards Institution, "Bs en iec 60060-1:2025 high-voltage test techniques – part 1: General definitions and test requirements," BSI Standards Limited, London, Tech. Rep., 2025.
- [33] —, *Insulating liquids — Determination of the breakdown voltage at power frequency — Test method (BS EN IEC 60156:2025)*, BSI Standard, 2025.
- [34] P. Mwinisin, A. Mingotti, L. Peretto, R. Tinarelli, and M. Tefferi, "Electrical diagnosis techniques for power transformers: A comprehensive review of methods, instrumentation, and research challenges," *Sensors*, vol. 25, no. 7, p. 1968, 2025.
- [35] International Electrotechnical Commission, "Insulating liquids – measurement of relative permittivity, dielectric dissipation factor ($\tan \delta$) and d.c. resistivity," IEC Standard 60247:2004, Geneva, Switzerland, 2004.
- [36] —, "Fluids for electrotechnical applications – mineral insulating oils for electrical equipment," IEC Standard 60296:2020, Geneva, Switzerland, 2020.
- [37] R. Murugan and R. Ramasamy, "Failure analysis of power transformer for effective maintenance planning in electric utilities," *Engineering Failure Analysis*, vol. 55, pp. 182–192, 2015.
- [38] A. Siddique, M. Yaqoob, W. Aslam, F. Zaffar, S. Atiq, and M. U. Shahid, "A systematic review on promising development of cost-effective, biodegradable, and environment friendly vegetable based nanofluids as a future resource for green transformer insulation oil," *Journal of Molecular Liquids*, vol. 408, p. 124836, 2024.
- [39] J. Wang, X. Yang, J. J. Klemeš, K. Tian, T. Ma, and B. Sundén, "A review on nanofluid stability: preparation and application," *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 188, p. 113854, 2023.
- [40] S. Aouini, A. Bardaoui, A. M. Botelho do Rego, A. M. Ferraria, D. M. F. Santos, and R. Chtourou, "Synthesis and characterization of CoMn_2O_4 spinel onto flexible stainless-steel mesh for supercapacitor application," *Solid State Sciences*, vol. 143, p. 107283, 2023.

-
- [41] Thermo Fisher Scientific, *Manual del usuario del espectrofotómetro Orion AquaMate: Espectrofotómetros AQ7100 Vis y AQ8100 UV-Vis*, Thermo Scientific, Waltham, MA, 2022, aQX1MAN-ES, Revisión A. [Online]. Available: <https://www.thermofisher.com>
- [42] —, *Thermo Scientific Orion AQUAfast AQ4500 Turbidimeter User Guide*, revision d ed., Thermo Fisher Scientific, Jan. 2023, part No. 256473-001.
- [43] GlobeCore, “TOR-3 (TOR-3 LSL) Tangente Delta del aceite,” <https://globecore.com/es/products/instrumentos/liquid-insulation-dissipation-factor-and-dielectric-factor-measurement-unit-tiar/>, consultado el 01 de julio de 2026.
- [44] BAUR Prüf- und Messtechnik GmbH, *Oil Breakdown Voltage Testers DPA 60 C / DPA 75 C: User Manual*, BAUR Prüf- und Messtechnik GmbH, Sulz, Austria, 2014, document No. 822-130-8.
- [45] International Organization for Standardization, “Nanotechnologies – measurements of particle size and shape distributions by transmission electron microscopy,” ISO, Ginebra, Suiza, Tech. Rep. ISO 21363:2020, 2020.
- [46] L. Zhang, R. He, and H.-C. Gu, “Oleic acid coating on the monodisperse magnetite nanoparticles,” *Applied Surface Science*, vol. 253, no. 5, pp. 2611–2617, 2006.
- [47] M. Rajnak, M. Timko, P. Kopcansky, K. Paulovicova, J. Kuchta, M. Franko, J. Kurimsky, B. Dolnik, and R. Cimbala, “Transformer oil-based magnetic nanofluid with high dielectric losses tested for cooling of a model transformer,” *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 26, no. 4, pp. 1343–1349, 2019.
- [48] IEEE Power and Energy Society, “IEEE guide for diagnostic field testing of fluid-filled power transformers, regulators, and reactors,” IEEE, Tech. Rep. IEEE Std C57.152-2013, 2013.