

**TRABAJO ESPECIAL DE GRADO**

**DESESTABILIZACIÓN DE EMULSIONES ESTABLES  
EMPLEANDO DIFERENTES TEMPERATURAS Y  
RELACIONES DE FASES AGUA-ACEITE  
EN COMBINACIÓN CON CAMPO ELÉCTRICO**

Presentado ante la Ilustre  
Universidad Central de Venezuela  
Por el Br. Víctor A. Rivero L.  
Para optar al Título de Ingeniero Químico

Caracas, 2007

## **TRABAJO ESPECIAL DE GRADO**

### **DESESTABILIZACIÓN DE EMULSIONES ESTABLES EMPLEANDO DIFERENTES TEMPERATURAS Y RELACIONES DE FASES AGUA-ACEITE EN COMBINACIÓN CON CAMPO ELÉCTRICO.**

Tutores:  
Prof. Carlos Morales  
Prof. José A. Sorrentino

Presentado ante la Ilustre  
Universidad Central de Venezuela  
Por el Br. Víctor A. Rivero L.  
Para optar al Título de Ingeniero Químico

Caracas, 2007

Caracas, febrero, 2007

Los abajo firmantes, miembros del Jurado designado por el Consejo de Escuela de Ingeniería Química, para evaluar el Trabajo Especial de Grado presentado por el Bachiller Victor A. Rivero L., titulado:

**“Desestabilización de emulsiones estables empleando diferentes temperaturas y relaciones de fases agua-aceite en combinación con campo eléctrico”**

Consideran que el mismo cumple con los requisitos exigidos por el plan de estudios conducente al Título de Ingeniero Químico, y sin que ello signifique que se hacen solidarios con las ideas expuestas por los autores, lo declaran APROBADO.

Profa. Maryluz Alonzo  
Jurado

Profa. Nolides Guzmán  
Jurado

Prof. Carlos Morales  
Tutor Académico



Prof. José Ángel Sorrentino  
Tutor Académico

## DEDICATORIA

*A Carmen Elena y Víctor Ángel, padres y profesores de vocación que han vigilado mi camino con el único propósito de asegurar mi felicidad. Este logro tiene sus nombres.*

*A mis hermanas, Alejandra, Ángela y Fabí. A mis hermanos, Eduardo y Burso. Ustedes son mis mejores amigos y sienten mi felicidad como propia.*

*A ti Michael, que con tu amor y apoyo constante me das la energía para llevar a cabo cosas increíbles.*

*Los amo,  
Víctor Ángel Rivero Landaeta.*

## AGRADECIMIENTOS

A la Ilustre Universidad Central de Venezuela, por haberme concedido el honor de formarme como profesional en sus aulas, alma mater de la cual estaré por siempre orgulloso de haber egresado.

A mis tutores, los profesores Carlos Morales y Jose Angel Sorrentino, quienes con su orientación y ayuda constante hicieron posible la culminación exitosa de esta investigación.

Al Sr. Michael Jung, por su invaluable contribución en la adquisición de los materiales necesarios para la puesta en marcha del equipo en el Laboratorio de Separaciones Mecánicas.

A los profesores, Humberto Kum y Nolides Guzmán por su interés y disposición de colaboración en el desarrollo y culminación de esta investigación.

Al Sr. Armando Martínez, por su colaboración en el aporte de ideas en el diseño del equipo de mezclado.

A la T.S.U. Yumaiti Ortega, por el buen trabajo que realiza en L.S.M., el cual facilita la labor de los estudiantes que allí realizan su investigación.

A mis compañeros de trabajo en el laboratorio, Litkalina Savarce, Maria Daniela Guerra, Armando De Almeida, Neliana Rodríguez, Joel Bauer, Joaquín Aguilar, por su compañía, interés y disposición de ayuda durante el desarrollo de mi carrera y este trabajo especial de grado.

Rivero L. Víctor A.

**DESESTABILIZACIÓN DE EMULSIONES ESTABLES  
EMPLEANDO DIFERENTES TEMPERATURAS Y  
RELACIONES DE FASES AGUA-ACEITE  
EN COMBINACIÓN CON CAMPO ELÉCTRICO.**

**Tutores: Prof. Carlos Morales y José A. Sorrentino. Tesis. Caracas, U.C.V.**

**Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Química. Año 2007, 129 p.**

**Palabras Claves:** Fosas de Producción, Emulsiones W/O, Relación de Fases, Formulación de Emulsiones, Deshidratación Electrostática, Coalescencia, Sedimentación, Campos Eléctricos, Percolación.

**Resumen.** Venezuela posee una alta actividad en la producción petrolera, y el difícil manejo y saneamiento de los desechos de esta actividad ha generado la acumulación de los mismos en espera de su recuperación y disposición. Estos desechos se encuentran en las llamadas fosas de producción y son emulsiones de agua en crudo muy estables, viscosas y con un alto contenido de desperdicios químicos provenientes de la misma actividad de producción petrolera, además, estas emulsiones presentan un alto grado de oxidación debido a su exposición directa al ambiente por largo tiempo. Sin embargo, el alto contenido de crudo de estas emulsiones, el alto precio actual del petróleo en el mercado y los problemas ambientales que estos desperdicios generan, promueven la búsqueda de procesos para la separación de sus fases tanto para el aprovechamiento del crudo como para el saneamiento del área donde se ubican estas fosas.

La presente investigación busca, en principio, estudiar la posible desestabilización de las emulsiones de las fosas Acema-100, Guara-2 y Merey-31, ubicadas en el distrito San Tomé en el estado Anzoátegui, a través del cambio de su contenido de fase acuosa y orgánica, la manipulación de la temperatura como variable de formulación y la aplicación de campo eléctrico para acelerar la coalescencia de las gotas de agua en la fase dispersa durante el mecanismo de ruptura de estas emulsiones.

Durante el desarrollo experimental de este estudio factores como la alta estabilidad que presentan las emulsiones y el fenómeno de percolación presente durante el proceso de aplicación del campo eléctrico, imposibilitaron obtener los datos en base buscados para el estudio de la estabilidad al no poderse apreciar agua coalescida o sedimentada en las muestras y redireccionaron la investigación hacia la búsqueda de un método alternativo que demostrase la presencia de gotas coalescidas de la fase dispersa y de ser posible describiese la tendencia del comportamiento de las

emulsiones ante los cambios de relación de fases, temperatura y aplicación del campo eléctrico. No obstante, se pudo concluir que existe una relación entre la cantidad de agua en la muestra y el voltaje aplicado que indica que a alto contenido de agua en la emulsión no es posible la aplicación de un valor de voltaje lo suficientemente alto y estable por la ocurrencia del fenómeno de percolación. Se pudo determinar también que el fenómeno de percolación puede ser controlado o disminuido al aplicarse movimiento a la muestra durante el proceso de aplicación del campo eléctrico.

Con el uso de la centrifugación como proceso de separación alternativo se pudo demostrar la presencia de agua coalescida en la emulsión después de la aplicación del campo eléctrico y también identificar a la viscosidad como propiedad de alta importancia en la estabilidad de las emulsiones. Los resultados de las pruebas con el uso de la centrifugación indican que las emulsiones de las fosas Guara-2 y Merey-31 tienden a ser inestables a 80 °C a alto contenido de fase orgánica por presentar mayor cantidad de agua sedimentada (7% y 5% del agua total respectivamente) para esa temperatura, mientras que Acema-100 demostró el mayor grado de separación, 35,7% del agua total para un 61% de fase orgánica, a 60 °C y tuvo la tendencia a disminuir el grado de separación para un aumento en la temperatura. La aplicación repetida y alternada de la deshidratación electrostática y la centrifugación, demostró la posibilidad de obtener un mayor grado de separación de las fases, dando como resultado para la emulsión de la fosa Guara-2 un aumento del 5% al 15,8% del agua total separada luego de aplicársele tres veces este proceso.

En el presente estudio se hace una propuesta de diseño del reactor de trabajo y de la geometría de los electrodos que tiene como base evitar los problemas encontrados durante el desarrollo experimental del trabajo.

**ÍNDICE DE CONTENIDO**

<b>LISTA DE SÍMBOLOS Y ABREVIATURAS.....</b>	<b>xvi</b>
<b>CAPÍTULO I INTRODUCCIÓN.....</b>	<b>18</b>
PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA .....	19
OBJETIVO GENERAL .....	21
OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	21
<b>CAPÍTULO II FUNDAMENTOS TEÓRICOS .....</b>	<b>22</b>
Antecedentes. ....	22
Sistemas Surfactante – Agua – Aceite .....	26
Surfactantes: concepto, clasificación y propiedades.....	26
Emulsiones.....	27
Formulación en sistemas Surfactante-Agua-Aceite.....	29
Relación entre la formulación, composición y propiedades.....	34
Mapas Formulación-Composición.....	34
Cambios de formulación-composición en la emulsión sin traspasar la línea de inversión.....	37
Cruce de la línea de Inversión.....	38
Estabilidad de Emulsiones .....	40
Fenómenos involucrados en la ruptura de una emulsión.....	44
Mecanismo de ruptura de una emulsión.....	44
Propiedades involucradas en el rompimiento de emulsiones.....	49
Deshidratación electrostática de emulsiones W/O.....	50
Fenómeno de Percolación .....	55
Efecto del tipo de campo eléctrico aplicado.....	56

<b>CAPÍTULO III METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....</b>	<b>58</b>
Descripción de equipos.....	61
Plan de Trabajo.....	65
Medición de la viscosidad de la emulsión y aditivos.....	65
<b>CAPÍTULO IV ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS .....</b>	<b>70</b>
Efecto de la relación de fases agua aceite.....	70
Efecto de la temperatura.....	78
Desestabilización de las emulsiones.....	82
Filtración.....	83
Precipitación de asfaltenos.....	85
Electrocoalescencia y mezclado.....	86
Centrifugación.....	88
<b>CAPÍTULO V PROPUESTA DE DISEÑO.....</b>	<b>97</b>
Reactor de trabajo.....	98
Diseño de electrodos.....	101
<b>CAPÍTULO VI CONCLUSIONES .....</b>	<b>104</b>
<b>CAPÍTULO VII RECOMENDACIONES.....</b>	<b>106</b>
<b>CAPÍTULO VIII REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>107</b>
<b>APÉNDICE A EXTRACCIÓN DE ASFALTENOS .....</b>	<b>113</b>
<b>APÉNDICE B DATOS TÉCNICOS DEL EQUIPO VRX Basic IKA Vibrax® ....</b>	<b>114</b>
<b>APÉNDICE C REPORTE DE LOS VALORES DE VOLTAJE ACEPTADOS POR EMULSIONES DE LA FOSA ACEMA-100 .....</b>	<b>115</b>
<b>APÉNDICE D REPORTE DE LOS VALORES DE VOLTAJE ACEPTADOS POR EMULSIONES DE LA FOSA GUARA-2.....</b>	<b>119</b>

<b>APÉNDICE E REPORTE DE LOS VALORES DE VOLTAJE ACEPTADOS POR EMULSIONES DE LA FOSA MEREY-31.....</b>	<b>122</b>
<b>APÉNDICE F REPORTE DEL VOLUMEN DE AGUA SEDIMENTADO LUEGO DE LA CENTRIFUGACIÓN PARA LAS EMULSIONES DE ACEMA-100, GUARA-2 Y MEREY-31 .....</b>	<b>126</b>

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Micela: agregado de moléculas de surfactante.....	27
Figura 2. Diferentes tipos de Emulsiones .....	28
Figura 3. Diagramas Ternarios de Winsor .....	30
Figura 4. Variación de conductividad y tamaño de gota en emulsiones.....	33
Figura 5. Obtención del mapa Formulación-Composición a partir del barrido bidimensional.....	35
Figura 6. Mapa bidimensional formulación-composición de estabilidad. Mapa experimental y mapa esquematizado. ....	36
Figura 7. Representación tridimensional del mapa de estabilidad.....	37
Figura 8. Propiedades de emulsiones en mapas de formulación composición .....	38
Figura 9. Líneas de inversión dinámica y zona de histéresis .....	39
Figura 10. Algunos tipos de fuerzas de repulsión.....	42
Figura 11. Fracción del volumen coalescido en función del tiempo.....	42
Figura 12. Drenaje hacia los Bordos de Plateau.....	47
Figura 13. Presión de Desunión presente en la película intergota. ....	48
Figura 14. Fuerzas que actúan sobre una gota de agua.....	53
Figura 15. Interacción Dipolo-Dipolo.....	53
Figura 16. Fuerzas electroforéticas .....	54
Figura 17. Fuerzas dielectroforéticas.....	55
Figura 18. Fenómeno de Percolación entre electrodos. ....	56
Figura 19. Deshidratador Electrostático.....	62
Figura 20. Viscosímetro Rotacional Brookfield. ....	63
Figura 21. Fuente de poder de alto voltaje PHYWE 13670.93.....	64
Figura 22. Descripción de controles y conexiones de la fuente de poder de alto voltaje PHYWE.....	64
Figura 23. Identificación de las partes del viscosímetro de Brookfield.....	66
Figura 24. Viscosidad de las emulsiones a 65°C .....	71

Figura 25. Aplicación del campo eléctrico a muestras de Fosa Acema-100 variando la relación de fases a 60 °C. ....	73
Figura 26. Aplicación del campo eléctrico a muestras de Fosa Guara-2 variando la relación de fases a 60 °C. ....	74
Figura 27. Aplicación del campo eléctrico a muestras de Fosa Merey-31 variando la relación de fases a 60 °C. ....	75
Figura 28. Aplicación del campo eléctrico a muestras de las fosas Acema-100, Guara-2 y Merey 31 a distintas composiciones de fase acuosa a 60 °C. ....	76
Figura 29. Aplicación del campo eléctrico a muestras de las fosas Acema-100, Guara-2 y Merey 31 a distintas composiciones de fase orgánica a 60 °C. ....	77
Figura 30. Voltaje promedio aplicado a emulsiones de la fosa Guara-2. Barrido de la fracción de fase acuosa a diferentes Temperaturas. ....	79
Figura 31. Voltaje promedio aplicado a emulsiones de la fosa Guara-2. Barrido de la fracción de fase orgánica a diferentes Temperaturas. ....	80
Figura 32. Voltaje promedio aplicado a emulsiones de las fosas Acema 100, Guara-2 y Merey-31. Barrido de la fracción de fase orgánica y acuosa a 80 °C. ....	82
Figura 33. Montaje para el mezclado manual durante la aplicación del campo eléctrico. ....	87
Figura 34. Porcentaje de agua separada por centrifugación de las muestras de la Fosa Acema-100 para el caso de agregación de agua. ....	89
Figura 35. Porcentaje de agua separada por centrifugación de las muestras de la fosa Acema-100 para el caso de dilución en parafina ....	91
Figura 36. Porcentaje de agua separada por centrifugación de las muestras de la fosa Guara-2. ....	92
Figura 37. Porcentaje de agua separada por centrifugación de las muestras de la fosa Merey-31 ....	93
Figura 38. Barrido de composición a formulación constante. ....	94
Figura 39. Reactor para preparación, aplicación de campo eléctrico y centrifugación de emulsiones. ....	98
Figura 40. Accesorio de empuje manual para desagüe. ....	100

Figura 41. Acoplamiento al reactor del accesorio de empuje. ....	101
Figura 42. Electrodo cilíndrico. ....	102
Figura 43. Equipo de mezclado VXR Basic IKA Vibrax ® .....	103

**ÍNDICE DE TABLAS**

Tabla 1. Resultados experimentales de la caracterización de emulsiones .....	24
Tabla 2. Propiedades físicas de las emulsiones y aditivos.....	59
Tabla 3. Ejemplo del plan de pruebas realizadas en el Laboratorio de Separaciones Mecánicas.....	61
Tabla 4. Valores de composición y formulación con mayor porcentaje de agua separada.....	95
Tabla 5. Porcentaje máximo de agua recuperada para tres aplicaciones de deshidratación electrostática y centrifugación alternada.....	96
Tabla 6. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 60 °C para agregación de agua. Acema100.....	115
Tabla 7. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 80 °C para agregación de agua. Acema100.....	116
Tabla 8. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 100 °C para agregación de agua. Acema100.....	116
Tabla 9. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 60 °C para dilución en parafina. Acema100 .....	117
Tabla 10. Valores de voltaje aceptado por 30 minutos a 80 °C para dilución en parafina. Acema100 .....	117
Tabla 11. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 100 °C para dilución en parafina. Acema100 .....	118
Tabla 12. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 60 °C para agregación de agua. Guara2 .....	119
Tabla 13. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 80 °C para agregación de agua. Guara2 .....	119
Tabla 14. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 100 °C para agregación de agua. Guara2 .....	120
Tabla 15. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 60 °C para dilución en parafina. Guara2.....	120

Tabla 16. Valores de voltaje aceptado por 30 minutos a 80 °C para dilución en parafina. Guara-2.....	121
Tabla 17. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 100 °C para dilución en parafina. Guara2.....	121
Tabla 18. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 60 °C para agregación de agua. Merey31.....	122
Tabla 19. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 80 °C para agregación de agua. Merey31.....	123
Tabla 20. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 100 °C para agregación de agua. Merey31.....	123
Tabla 21. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 60 °C para dilución en parafina. Merey31 .....	124
Tabla 22. Valores de voltaje aceptado por 30 minutos a 80 °C para dilución en parafina. Merey31 .....	124
Tabla 23. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 100 °C para dilución en parafina. Merey31 .....	125
Tabla 24. Agua sedimentada luego del centrifugado. Acema-100 a 60 °C .....	126
Tabla 25. Agua sedimentada luego del centrifugado. Acema-100 a 80 °C .....	126
Tabla 26. Agua sedimentada luego del centrifugado. Acema-100 a 100 °C .....	126
Tabla 27. Agua sedimentada luego del centrifugado. Guara-2 a 60 °C.....	127
Tabla 28. Agua sedimentada luego del centrifugado. Guara-2 a 80 °C.....	127
Tabla 29. Agua sedimentada luego del centrifugado. Gara-2 a 100 °C.....	127
Tabla 30. Agua sedimentada luego del centrifugado. Mere-31 a 60 °C .....	128
Tabla 31. Agua sedimentada luego del centrifugado. Mere-31 a 80 °C .....	128
Tabla 32. Agua sedimentada luego del centrifugado. Mere-31 a 100 °C .....	128

**LISTA DE SÍMBOLOS Y ABREVIATURAS**

$A_{co}$	sumatoria de interacciones del surfactante y la fase aceite
$A_{cw}$	sumatoria de interacciones del surfactante y la fase acuosa
$Ad$	fracción del aditivo en la muestra (adim)
$a_T, c_T$	constantes de temperatura
$d_m$	diámetro de la gota de la fase dispersa (m).
$f(A)$	función del tipo de alcohol
$g$	aceleración de la gravedad ( $m/s^2$ ).
$\kappa'$	constante de celda ( $m^{-1}$ )
$L$	distancia de separación de los electrodos (m)
$R$	relación de Winsor de la interacción del surfactante
$R'$	constante universal de los gases ideales (8,32 J/mol.K)
$S$	salinidad (% p/p electrolito)
$Se$	superficie de los electrodos ( $m^2$ )
$SAD$	diferencia de afinidad del surfactante con fase acuosa y aceite
$T$	temperatura (K)
$\Delta T$	diferencia de temperatura referida a la temperatura amb.(K)
$\eta_i$	viscosidad de la fase interna (Pa.s)
$\mu_o$	viscosidad de la fase continua (Pa.s).
$\mu_o^*$	potencial químico estándar del surfactante en la fase aceite
$\mu_w^*$	potencial químico estándar del surfactante en la fase acuosa

$v_H$	velocidad de sedimentación según Hadamard (m/s)
$v_S$	velocidad de sedimentación según Stokes (m/s).
$\rho_w$	densidad del agua (Kg/m <sup>3</sup> ).
$\rho_o$	densidad del crudo (Kg/m <sup>3</sup> ).
$\phi(A)$	función del tipo y concentración de alcohol
$\sigma, \alpha, \kappa$	constantes características del surfactante
$X_E$	volumen de emulsión requerido (m <sup>3</sup> )
$V_{TM}$	volumen total de la muestra (m <sup>3</sup> )

## **CAPÍTULO I**

### **INTRODUCCIÓN**

Las emulsiones han sido por largo tiempo de interés en diversos estudios debido a su amplia presencia en nuestra vida diaria. Además de encontrarse en distintos productos naturales y elaborados, las emulsiones poseen propiedades muy importantes que pudieran ser deseables, por ejemplo, en un producto formulado o natural, o indeseables en emulsiones formadas en procesos industriales.

En el caso de los procesos industriales, existen las emulsiones de crudo, las cuales pueden ser encontradas en todas las etapas de la producción y recuperación petrolera, como las emulsiones de los lodos de perforación, producción, procesamiento y transporte. Este tipo de emulsiones pueden ser deseables para cierta etapa en los procesos industriales, pero indeseables para la siguiente; por lo tanto, en muchos casos se presenta la necesidad de romper la emulsión y separar sus fases para continuar con el proceso industrial que las involucra.

Venezuela posee una alta actividad en la producción petrolera, y el difícil manejo y saneamiento de los desechos de esta actividad ha generado la acumulación de estas emulsiones en espera de su recuperación y disposición.

En la actualidad existen alrededor de 12 mil fosas petroleras, normalmente ubicadas en las cercanías del pozo en actividad, las cuales poseen los desperdicios de las distintas actividades de la producción del petróleo. Estas fosas contienen una mezcla estable de petróleo, agua y otros desechos identificados como “ripios” del proceso de producción.

El tratamiento, manejo y aprovechamiento de estos desechos presenta beneficios ambientales y económicos con la recuperación de las áreas verdes donde se encuentran las fosas y la utilización del crudo que forma parte de las emulsiones. Pero para que estos beneficios puedan lograrse es necesario el estudio a profundidad de las emulsiones que se encuentran en las fosas, ya que debido a la alta estabilidad que éstas poseen se ha dificultado el encontrar una vía para la separación de las distintas fases que las conforman.

El presente estudio, el cual pertenece tanto a la línea de investigación que lleva en la actualidad la Escuela de Ingeniería Química en la Universidad Central de Venezuela como al trabajo Doctoral del Profesor Carlos Morales en la Universidad Técnica de Cottbus en Alemania, busca ampliar los conocimientos sobre la estabilidad de estas emulsiones, sometiéndolas a cambios tanto de formulación como de composición. Con la realización de esta investigación se desea encontrar alternativas para la separación de las fases presentes en la emulsión en análisis; sometiéndola a procesos que representen una vía de solución al problema de estabilidad que presentan de la manera más económica posible.

## **PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA**

En un inventario realizado por PDVSA para el año 2001, se encontró que existen en las tres regiones petroleras (oriente, occidente y sur) más de 12.000 fosas que contienen aproximadamente 9 millones de barriles de crudo.

La separación del agua presente en las emulsiones de agua en crudo que se encuentran en las fosas tiene como finalidad principal el uso del crudo obtenido, luego de la deshidratación. El crudo está presente en las emulsiones en una proporción de hasta cincuenta por ciento en muchos casos. Una vez recuperado el crudo presente en las fosas se puede proceder con el saneamiento ambiental de la

zona donde se encuentra la fosa, que sin duda alguna se ve afectada por el almacenamiento a largo plazo de estos desperdicios de la producción petrolera.

El tiempo que tienen las fosas desde su creación hasta la actualidad en condiciones de exposición directa al medio ambiente ha generado que las emulsiones allí presentes tengan un alto nivel de estabilidad, lo cual genera una gran dificultad para su separación. El tratamiento de emulsiones bajo estas características de alta estabilidad es muy costoso, debido al valor que poseen los demulsificantes químicos con los cuales se produce la ruptura de las emulsiones. Sin embargo, la búsqueda de una solución más económica con la supresión del uso de químicos demulsificantes, se hace viable debido al costo actual de la cesta petrolera nacional y a la gran cantidad de crudo emulsionado presente en las fosas.

## **OBJETIVO GENERAL**

Estudiar la estabilidad de las emulsiones de agua en crudo de fosas de producción para separar las fases que la conforman y recuperar el crudo presente en la emulsión; usando procedimientos físico-químicos en combinación con campo eléctrico de corriente directa.

## **OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- ♦ Diseñar, montar y poner en marcha el equipo de desestabilización electrostática.
- ♦ Diseñar el plan de experiencias para el estudio de la desestabilización usando como variable la relación de fases.
- ♦ Identificar la temperatura óptima de operación y la relación de fases que promueve la mayor desestabilización de las emulsiones.
- ♦ Elaborar los mapas de formulación-composición correspondientes al estudio de estabilidad como función de la temperatura y la relación de fases.

## CAPÍTULO II

### FUNDAMENTOS TEÓRICOS

#### **Antecedentes.**

Bailes P. y Larkai S. K. L (1984), en su trabajo titulado “Influencia de la relación de fases en la coalescencia electrostática de dispersiones agua en aceite”, pudieron notar el efecto de la relación de fases en la coalescencia electrostática en las emulsiones W/O. Ellos concluyeron que ya que el aumento de la composición de la fase acuosa afecta el tamaño y número de gotas en la fase dispersa, esto también afecta la carga polarizada que puede ser inducida en cada gota para un campo eléctrico dado. Por lo tanto, el incremento de la composición de la fase acuosa tiene un efecto sobre el promedio de colisiones de las gotas y del porcentaje coalescido. Incluso pudieron medir que existe un valor óptimo de concentración de la fase acuosa para favorecer la coalescencia y obtener una correlación que expresa de forma cuantitativa el número promedio de colisiones por segundo, el cual depende de parámetros como la composición de agua, un factor de empaque, la conducción de corriente promedio, el área de los electrodos y la fuerza máxima del campo eléctrico aplicado.

En una revisión de la tecnología disponible para promover la coalescencia de gotas de agua dispersas en una fase orgánica Eow J. y Ghadiri M. (2001) expusieron que la coalescencia electrostática ha probado ser una técnica muy eficiente para la separación de emulsiones W/O. Además, añaden que el uso de energía térmica junto a la aplicación del campo eléctrico podría traer un mejoramiento en el alcance de la desestabilización de la emulsión y rapidez de coalescencia. Todo lo anterior con el

objetivo de conseguir un diseño del deshidratador electrostático más compacto en comparación con lo disponible actualmente en el mercado.

En conversaciones extraoficiales con la empresa PDVSA, para el año 2003, se pudo conocer que la empresa está trabajando para la solución de los problemas de las fosas petroleras. Sin embargo, hasta ahora solo han tenido éxito en el trabajo de recuperación de áreas verdes y el tratamiento de las aguas libres que se encuentran en las fosas, no siendo así en el proceso de recuperación del crudo emulsionado. Ellos observaron que las dispersiones que se deben someter a estudio presentan una muy amplia variación de propiedades y características, por lo cual se puede inferir que un enfoque general de la recuperación del crudo no es aplicable.

En la actualidad, el uso de campo eléctrico para el tratamiento de emulsiones W/O es muy popular en el proceso productivo de la industria petrolera debido a que actúa como un acelerador de la coalescencia de las gotas en la fase dispersa. Marfisi S. (2004) confirma lo anterior en su trabajo doctoral sobre la estabilidad de emulsiones relacionada con el proceso de deshidratación de crudos. Marfisi trabajó en la evaluación de cuatro tipos de resinas fenol formaldehído etoxiladas y con un copolímero bloque de óxido de etileno y óxido de propileno, realizando pruebas con presencia y ausencia de un campo eléctrico DC, pudiendo concluir que para todas las experiencias la velocidad de separación de la fase acuosa aumentó considerablemente por la presencia del campo eléctrico.

Para la aplicación del campo eléctrico DC en el estudio realizado por Marfisi se utilizó el deshidratador eléctrico DEP-2 que consiste en un registrador de intensidad de corriente y voltaje con un lector de datos conectado vía puerto serial a un computador, para el registro de datos durante la ejecución de las pruebas. La celda electrolítica está constituida por un tubo centrífuga de forma cónica y un par de electrodos móviles para su fácil manejo y remoción.

Entre las conclusiones de este trabajo doctoral se encuentra la observación de la desestabilización de la emulsión estudiada al aumentarse la composición de la fase acuosa, dando la razón principal de tal fenómeno al aumento de la cantidad de agua en la fase dispersa y por ende la disminución de la distancia entre las gotas emulsionadas, favoreciendo el número de colisiones y la coalescencia.

Uno de los requerimientos en el estudio del rompimiento de las emulsiones es tener el conocimiento de la caracterización de la emulsión. Tal información consiste en la relación de fases acuosa y orgánica y porcentaje de sólidos presentes, la cual es de alta importancia como criterio de partida para escoger la metodología a aplicar para la ruptura de la emulsión.

Zuñiga P. y Padrón A. (2005) desarrollaron un procedimiento innovador con la técnica de microscopía óptica y técnicas estándares ASTM para la caracterización de emulsiones provenientes de 3 fosas de producción, a saber Acema-100, Guara-2 y Merey-31 ubicadas en el distrito San Tomé en el estado Anzoátegui. Algunos de sus importantes resultados se muestran en la siguiente tabla:

**Tabla 1. Resultados experimentales de la caracterización de emulsiones**  
[Padrón A., Zúñiga P.; 2005]

<b>Emulsión</b>	<b>Contenido de Agua (% v/v)</b>	<b>Gotas en estado aglomerado (%v/v)</b>	<b>Distribución del diámetro de gotas (%v/v)</b>	<b>Sólidos presentes en la emulsión (%<math>v_{\text{sólido}}/v_{\text{Total}}</math>)</b>
<b>Acema 100</b>	47	12,2	90 $\mu\text{m}$ < 17,4 < 1,5 $\mu\text{m}$	-
<b>Guara 2</b>	40	14,3	110 $\mu\text{m}$ < 6,9 < 1,5 $\mu\text{m}$	1,4
<b>Merey 31</b>	22,1	4,8	90 $\mu\text{m}$ < 1,5 < 1,5 $\mu\text{m}$	0,59

Los resultados obtenidos por los autores anteriores usando la técnica de microscopía óptica son fundamentales para el presente trabajo debido a que representan la caracterización de las emulsiones W/O que se encuentran en estudio en este proyecto de investigación para su desestabilización y separación.

El uso de químicos demulsificantes ha sido una de las técnicas con mayor éxito en la ruptura de emulsiones, pero su uso representa un costo muy elevado que lo hace económicamente no atractivo en sistemas de gran estabilidad. Sin embargo, en la actualidad se hacen esfuerzos en las investigaciones de las emulsiones para lograr los mismos resultados con una minimización de químicos al combinarlos con otros mecanismos de desestabilización de las emulsiones. Donis F. y Ricaurte M (2005) llevaron a cabo un trabajo de investigación sobre la deshidratación de crudo Slop contenido en el patio de tanques Lagunillas Norte, en el cual además de plantear varias alternativas para el tratamiento del crudo con algunos químicos demulsificantes y el uso de calentamiento concluyeron que la deshidratación termoquímica de ese crudo emulsionado hasta un contenido de agua de 1% en volumen o menor no es posible sin efectuar una dilución que aumente la composición de la fase acuosa. Adicionalmente obtuvieron como resultado de su trabajo que la previa filtración con el fin de retirar el contenido de sólidos presentes en la emulsión no es favorable para el proceso de separación de fases pues provoca una disminución en el tamaño de gota de la fase dispersa ocasionando una mayor estabilidad en la emulsión.

Luego, para el mismo año, el Prof. Carlos Morales en la primera parte de su trabajo doctoral, en la revisión del estado del arte del entendimiento y la tecnología realizó varias experiencias donde tuvo la oportunidad de aplicar un campo eléctrico a las emulsiones que se encuentran en estudio en este trabajo sin hacerles ningún cambio físico-químico y observó con bastante claridad el mecanismo de ruptura de las emulsiones bajo la visión magnificada de un microscopio, lo cual comprueba la efectividad de la aplicación del campo eléctrico para la aceleración de este mecanismo.

## Sistemas Surfactante – Agua – Aceite

### Surfactantes: concepto, clasificación y propiedades.

Un surfactante es una sustancia química, que por la doble afinidad que le confiere su estructura molecular, constituida por una parte polar (hidrofílica) y otra apolar (lipofílica), tiene actividad interfacial y se adsorbe a una interfase líquido/líquido o a una superficie/líquido en forma orientada, disminuyendo la tensión interfacial o superficial [Marfisi, S.,2004]. Los surfactantes poseen generalmente en su parte polar un grupo funcional que contiene heteroátomos, como O, S, N o P; los grupos polares más comunes son los grupos: carboxilato, sulfonato, sulfato, amonio y fosfato [Salager, J.L., 2002 (e)].

Usualmente, los surfactantes se clasifican según su ionización en fase acuosa. Aquellos que se disocian en un ión surfactante cargado negativamente y un catión metálico se llaman *surfactantes aniónicos*. Son los surfactantes más importantes desde el punto de vista de producción; representan el 50% del total. Los *surfactantes catiónicos* se disocian en agua en un ión surfactante cargado positivamente y un ión del tipo haluro. Mientras que los *surfactantes no iónicos*, que al igual que los aniónicos representan prácticamente el 50% de la producción, no forman iones cuando se encuentran en solución acuosa y sus grupos polares son del tipo poli-alcohol y/o poli-éter (poli-óxido de etileno o poli-óxido de propileno) [Marfisi, S., 2004].

Los surfactantes poseen dos propiedades principales. Ellos son capaces de situarse en una interfase por *adsorción*, y también son capaces de asociarse para formar polímeros de *agregación* llamados micelas. El carácter anfífilo de los surfactantes les da la propiedad de poseer afinidad a la vez por las sustancias polares y las sustancias apolares. Las primeras moléculas de surfactante presentes en una

solución tienen una fuerte tendencia a migrar hacia una interfase y adsorberse en ella, siendo la fuerza motriz de tal adsorción el efecto hidrófobo o lipofílico, dado por la cola apolar del medio acuoso [Salager, J.L., 2002 (e)].

En soluciones acuosas, concentraciones diluidas de un surfactante actúan muy parecido a un electrolito, pero en mayores concentraciones resulta un comportamiento muy diferente. El surfactante tiende a formar agregados organizados llamados micelas [Scharamm,L.;1992], como se muestra en la figura 1, en la cual la parte lipofílica del surfactante se sitúa en la parte interior del agregado formado y deja la parte hidrofílica de cara al medio acuoso. Las soluciones micelares poseen una propiedad muy importante llamada capacidad de solubilización; pueden solubilizar sustancias apolares en cantidades considerables dentro o en la superficie de las micelas.

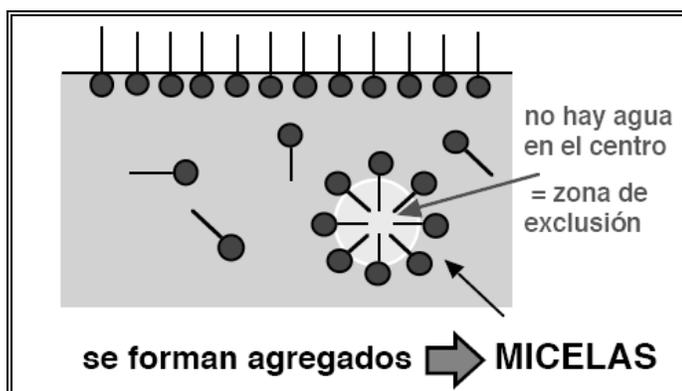


Figura 1. Micela: agregado de moléculas de surfactante [Salager J.L., 1993].

### **Emulsiones.**

Cuando un sistema que contiene surfactante, agua y aceite se somete a agitación, una de las fases líquidas queda dispersa en forma de gotas (con diámetro de uno a cien  $\mu\text{m}$ ), produciéndose una emulsión [Becher, 1977]. En las emulsiones el

surfactante actúa como agente emulsionante, estabilizando la emulsión y retardando así la coalescencia de las gotas que conforman la fase dispersa.

De los líquidos inmiscibles que conforman la emulsión, uno es generalmente de naturaleza acuosa y otro de naturaleza orgánica, y para mayor comodidad se utilizan las letras iniciales de los nombres de las fases en inglés “oil” (O) para la fase *aceite* y “water”(W) para la fase *acuosa* debido a que ambas palabras comienzan con la misma letra en español. Si la fase dispersa es el agua, se llama una emulsión de agua en crudo o W/O, la cual es muy frecuente en el proceso de producción de petróleo. Pero si la emulsión posee gotas de aceite dispersadas en agua, se le llamará emulsión de aceite en agua o O/W. Pudieran existir otros casos de mayor complejidad donde por ejemplo las gotas de aceite de una emulsión O/W contienen en su interior gotitas de agua, en cuyo caso se está en presencia de una *emulsión múltiple* del tipo W/O/W, como se muestra en la figura 2, y de igual manera se puede encontrar emulsiones múltiples del tipo O/W/O.

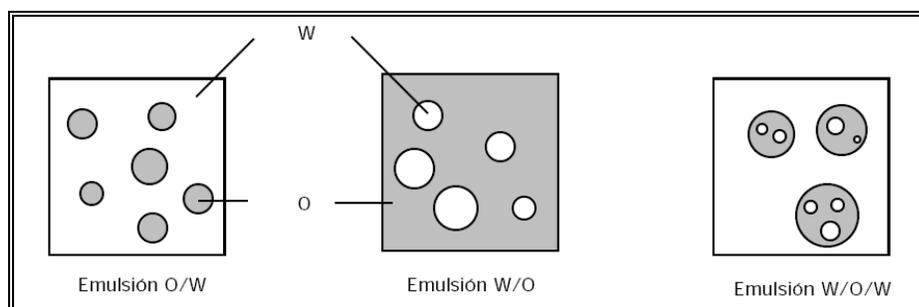


Figura 2. Diferentes tipos de Emulsiones [Salager J.L., 1999(b)].

Existen también las Biemulsiones, que resultan de mezclar dos emulsiones semejantes, con la misma fase externa o por lo menos compatible. En este caso si las fases dispersas mezcladas son de la misma naturaleza, la diferencia se puede deber al tamaño de gota, pero si por el contrario las fases dispersas son de naturaleza diferente pudieran eventualmente coalescer y llevar a cabo fenómenos como polimerización, reacción química, entre otros.

### **Formulación en sistemas Surfactante-Agua-Aceite**

La formulación físico-química se relaciona principalmente con la naturaleza de los componentes de la emulsión, en cambio las cantidades de esos mismos componentes son consideradas variables de composición.

Numerosos estudios relacionados con los sistemas surfactante-aceite-agua también llamados SOW (Surfactant-Oil-Water), han permitido definir las siguientes variables de formulación [Marfisi, S; 2004]:

- ♦ Salinidad de la fase acuosa (Salinidad en % NaCl respecto al agua). Con surfactantes aniónicos se prefiere usar el logaritmo neperiano de la salinidad.
- ♦ ACN (Alkane Carbone Number), el número de carbonos de la molécula del n-alcano. Si el aceite no es un n-alcano se define EACN, como el número de carbonos de la molécula del n-alcano equivalente, es decir, aquél que posee la misma afinidad que el aceite para el surfactante [Cash et al., 1977]. En el caso de aceites complejos e incluso para crudos, se usan reglas de mezcla lineales con base en las fracciones molares [Cayias et al., 1976].
- ♦ HLB (Hydrophilic-Lipophilic Balance), es un parámetro que reporta una medida de la afinidad relativa del surfactante para las fases agua y aceite.
- ♦ Presencia de alcoholes, con referencia al tipo y concentración
- ♦ La temperatura.
- ♦ La presión.

En un barrido de formulación existe un valor denominado *formulación óptima*, en el cual:

- ♦ Se iguala la afinidad del surfactante por las fases acuosa y oleica.
- ♦ La tensión interfacial pasa por un mínimo [Salager J.L. et al., 1977,1979,1980].
- ♦ La solubilización de agua y aceite por el surfactante pasa por un máximo.
- ♦ La estabilidad de la emulsión toma un valor mínimo [Salager J.L., 1999(c)].
- ♦ En presencia de un alcohol adecuado algunos sistemas exhiben un comportamiento trifásico, con una fase media que es una microemulsión en equilibrio con las fases en exceso de agua y aceite [Salager J.L., 1977].

Generalmente, el comportamiento de fase se representa en función de la composición de cada componente del sistema en un diagrama ternario a formulación constante. Uno de los más usados es el diagrama ternario de Winsor que se observa en la figura 3.

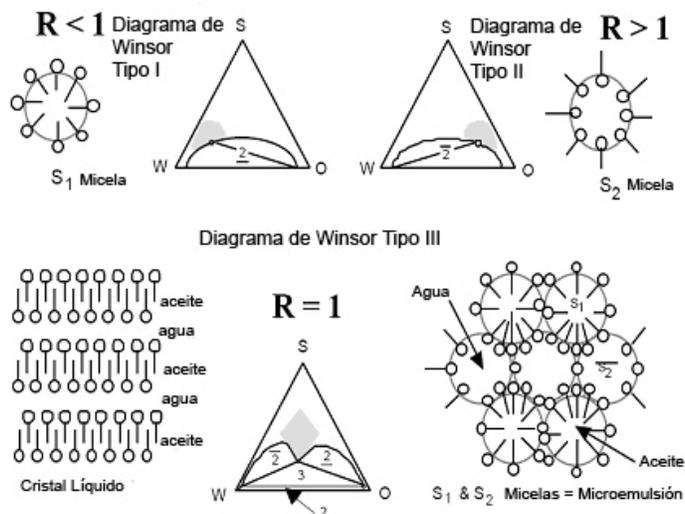


Figura 3. Diagramas Ternarios de Winsor [Salager J.L., 1999 (a)]

Winsor en 1954 describió el concepto de formulación a partir de la relación entre las interacciones del surfactante con la fase acuosa de un lado y con la fase aceite del otro [Salager J.L.,1999 (a)].

$$R = \frac{A_{co}}{A_{cw}} \quad (\text{Ec.1})$$

En la ecuación 1  $A_{co}$  es la sumatoria de las interacciones entre el surfactante y la fase aceite y  $A_{cw}$  la sumatoria de las interacciones entre el surfactante y la fase acuosa.

La teoría de Winsor describe tres tipos de diagramas para tres valores del término R, como se puede observar en la figura 3. Cada uno de los casos son los siguientes:

Si  $R > 1$ , las interacciones entre el surfactante y la fase aceite superan las interacciones entre el surfactante y la fase acuosa porque tiende a solubilizarse en la fase aceite. Para este caso se habla de un comportamiento de fase tipo  $\bar{2}$ .

Si  $R < 1$ , se dice que el surfactante tiene un comportamiento hidrofílico debido a que las interacciones entre el surfactante y la fase acuosa superan a las interacciones entre surfactante y la fase aceite. Para este caso se habla de un comportamiento de fase tipo  $\underline{2}$ .

Si  $R = 1$ , las interacciones se equilibran y el surfactante no se encuentra ni en la fase acuosa ni en la fase aceite sino en una fase intermedia. Este valor de R representa a la emulsión en el estado de formulación óptima.

A pesar de que esta relación es muy útil para entender cualitativamente lo que pasa en la interfase, el estado actual de la termodinámica del líquido no permite estimar el valor de tales interacciones, y se debe recurrir a otros modelos [Salager J.L., 1984]. Los estudios de Winsor muestran que la obtención de una tensión

interfacial baja ocurre en el punto de formulación óptima cuando la situación físico-química se puede describir como  $R=1$ , pero esto no establece una relación numérica para traducir esta condición en términos de variables experimentales de formulación.

A partir de trabajos especialmente relacionados con la condición de obtención de un sistema trifásico y al conocimiento de las diferentes variables fisicoquímicas, fue posible establecer un modelo termodinámico basado en los potenciales químicos.

$$SAD = \text{afinidad para el aceite} - \text{afinidad para el agua} = \mu_w^* - \mu_o^* \quad (\text{Ec.2})$$

donde  $\mu^*$  es el potencial químico estándar del surfactante en la fase indicada por su subíndice. El término SAD significa diferencia de afinidad del surfactante (Surfactant Affinity Difference).

Se conocen dos correlaciones importantes que toman en cuenta las variables de formulación y el ambiente fisicoquímico del sistema SOW, las cuales se clasifican según del tipo de surfactante:

- ♦ Para surfactantes aniónicos [Salager J.L., 1979]:

$$\frac{SAD}{R'T} = \sigma + \ln(S) - (k)EACN - f(A) - a_T \cdot \Delta T \quad (\text{Ec.3})$$

- ♦ Para surfactantes no iónicos [Bourrel et al., 1980,1988]:

$$\frac{SAD}{R'T} = \alpha - EON + (b)S - (k)EACN - \phi(A) + c_T \cdot \Delta T \quad (\text{Ec.4})$$

donde  $S$  es la salinidad de la fase acuosa expresada en porcentaje másico de electrolito (%p/p),  $b$  es la constante de salinidad según el tipo de electrolito;  $\sigma, \alpha, k$ , son parámetros característicos del surfactante considerado;  $EON$  es el número promedio de grupo óxido de etileno por molécula;  $EACN$  es el número de átomos de carbono de la molécula de n-alcano equivalente,  $f(A)$  y  $\phi(A)$  son funciones del tipo

y concentración de alcohol,  $a_T$  y  $c_T$  son constantes de la temperatura y  $\Delta T$  es la diferencia de temperatura del sistema referido a la temperatura ambiente.

Cuando  $SAD$  varía de positivo a negativo se obtiene un barrido de formulación, y el sistema SOW exhibe una serie de propiedades cualquiera sea la variable de formulación utilizada para modificar  $SAD$  [Salager J.L. et al, 1983; Antón et al., 1985,1997].

En  $SAD=0$  la afinidad del surfactante con la fase acuosa equilibra exactamente su afinidad para la fase aceite; la solubilización de agua y de aceite por unidad de masa de surfactante pasa por un máximo y puede formar una tercera fase que se reconoce como una microemulsión intermedia. La tensión interfacial pasa por un mínimo muy marcado que puede alcanzar valores ultrabajos que pueden ser menores por lo menos en tres órdenes de magnitud comparado con la tensión interfacial de los líquidos sin la presencia de surfactante. Por lo tanto se puede reconocer  $SAD=0$  como el estado de la emulsión en formulación óptima.

La observación de la variación físico-química de las emulsiones se hace más sencilla si se representa de manera gráfica. Para ello, se deben preparar una serie de sistemas con igual composición pero de formulación variable, y luego se cambia el balance físico-químico con la manipulación de la variable de formulación más apropiada según el sistema. Como resultado se obtienen representaciones gráficas, como en la figura 4, donde los valores de  $SAD$  corresponden a una variación de cualquiera de las variables de formulación.

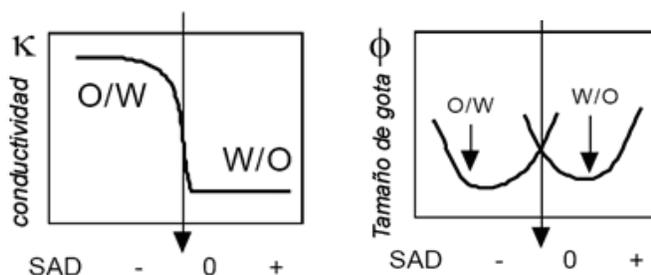


Figura 4. Variación de conductividad y tamaño de gota en emulsiones a lo largo de un barrido de formulación [Salager J.L., 1999 (c)]

## **Relación entre la formulación, composición y propiedades.**

### **Mapas Formulación-Composición**

La representación de alguna propiedad en función de tres variables se hace difícil, como el caso de tomar en cuenta la relación agua/aceite, concentración de surfactante en la emulsión y la variable de formulación. Por lo cual, para fines prácticos, se toman sólo las dos variables más importantes, que en este caso son la relación de fases agua/aceite y la variable de formulación. Eso no significa que la concentración de surfactante no es una variable importante, sino que por lo general se toma en cierto rango, típicamente 0,3-5%V., en el cual los cambios apreciables de las propiedades no dependen de él [Salager, J.L., 1999 (c)], a excepción de la tensión superficial que se ve afectada directamente por la concentración de agentes tensoactivos.

En consecuencia, para la representación gráfica del comportamiento de alguna propiedad de una emulsión en función de la formulación y la relación de composición agua/aceite, se debe utilizar un mapa bidimensional que se construye de la siguiente forma:

- ❖ Experimentalmente se hacen barridos de formulación a varios valores de composición.
- ❖ Experimentalmente se hacen barridos de composición a varios valores de formulación.
- ❖ Se mide para cada punto generado por los dos pasos anteriores la propiedad deseada de la emulsión
- ❖ Se unen los puntos del mapa que exhiban el mismo valor de la propiedad medida

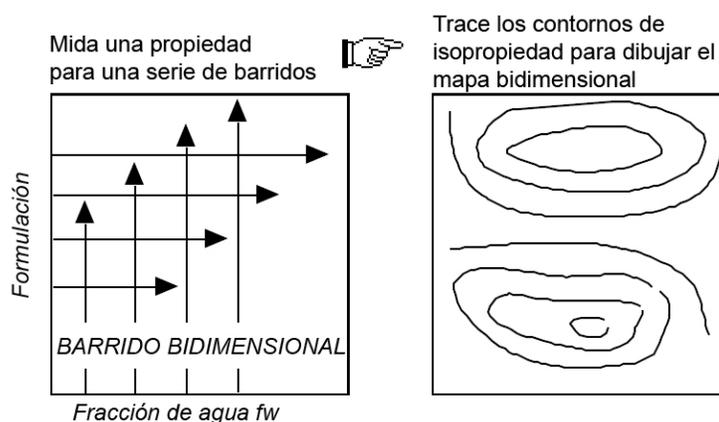


Figura 5. Obtención del mapa Formulación-Composición a partir del barrido bidimensional [Salager, 1999 (c)].

Con la obtención de las líneas de iso-propiedad se construye un mapa similar a los mapas geográficos que poseen las curvas de nivel, como puede observarse en la figura 5. Además, este tipo de gráficos permite visualizar de forma rápida las zonas donde la propiedad presenta sus valores mínimos, máximos, constantes o cambiantes.

La inversión de las fases se refiere al proceso en el cual una emulsión repentinamente cambia del tipo O/W al tipo W/O o viceversa. El mecanismo exacto de la inversión de fases no es muy claro aún, aunque obviamente involucra algún proceso de coalescencia y dispersión. También se puede decir que el proceso no es siempre reversible. Eso se debe a que cierto grado de histéresis puede ocurrir si se alcanza el punto de inversión de distintos puntos de la escala de composición [Schramm, 1992].

La identificación del tipo de emulsión se hace en base al valor de la conductividad puesto que en la gran mayoría de los casos la fase acuosa posee electrolitos y, por lo tanto, hay conducción de electricidad a través de ella. La variación de una conductividad alta (mS/cm) a baja ( $\mu$ S/cm) o viceversa se produce muy rápidamente e indica la inversión de fases en una emulsión y con la medición de

estos cambios de conductividad se puede trazar un límite bien definido, que se llama línea o lugar geométrico de inversión [Salager, 1999 (c)].

Ahora bien, la línea de inversión que puede definirse en el mapa formulación-composición, mostrado en la figura 6, tiene en general forma de escalón, con una parte horizontal al centro y dos ramas laterales esencialmente verticales. La parte horizontal coincide con la línea de formulación óptima que se extiende típicamente entre la zona 30 a 70% de contenido de agua aunque eso dependa del sistema, en particular de la agitación y de la viscosidad de los fluidos.

Los tres segmentos que componen la línea de inversión permiten dividir el gráfico en 6 regiones, **A** es la zona central con una composición de agua y crudo similar, **B** a bajo contenido en agua y **C** a alto contenido de agua con el exponente + o - según el signo de *SAD*, es decir + cuando domina la afinidad del surfactante para la fase aceite, y - cuando domina su afinidad para la fase acuosa [Schramm,1992], tal y como se observa en la figura 6.

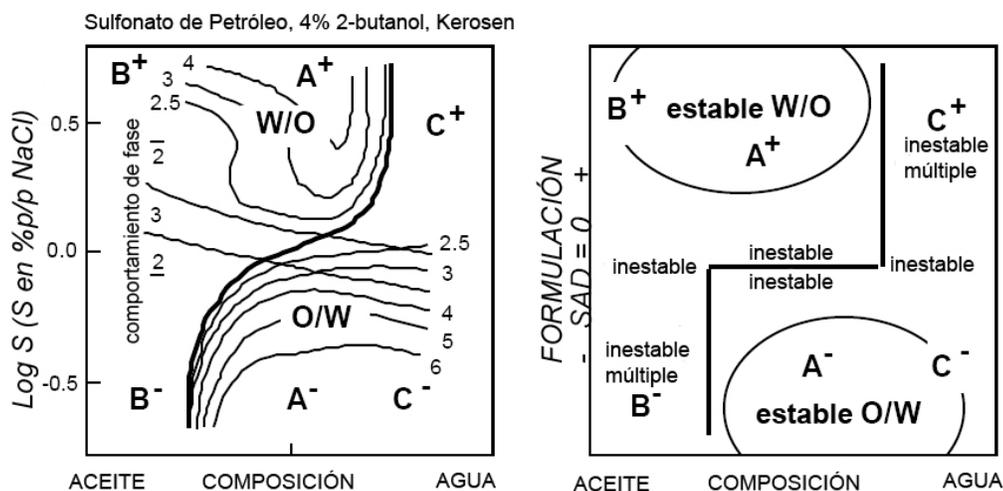


Figura 6. Mapa bidimensional formulación-composición de estabilidad. Mapa experimental (izquierda) y mapa esquematizado (derecha) [Salager, 1999 (c)].

El gráfico anterior, en el cual los contornos de iso-estabilidad están representados como el tiempo requerido en segundos para que coalezcan dos tercios del volumen de la fase que se separa primero, da una muestra de la practicidad de los mapas formulación-composición representados de manera bidimensional, observándose con claridad la línea de inversión de fase, la zona de formulación óptima y cambios importantes de la propiedad medida para la emulsión estudiada.

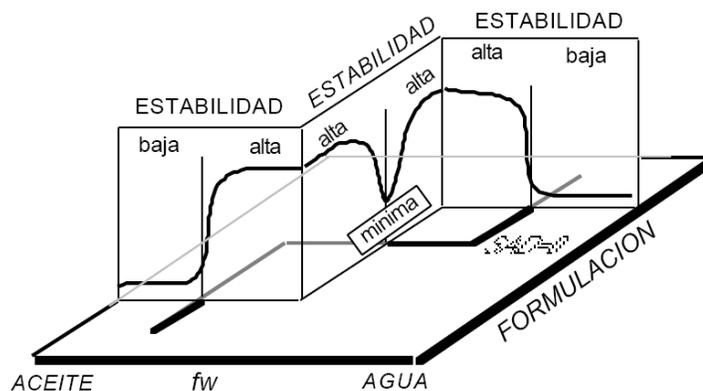
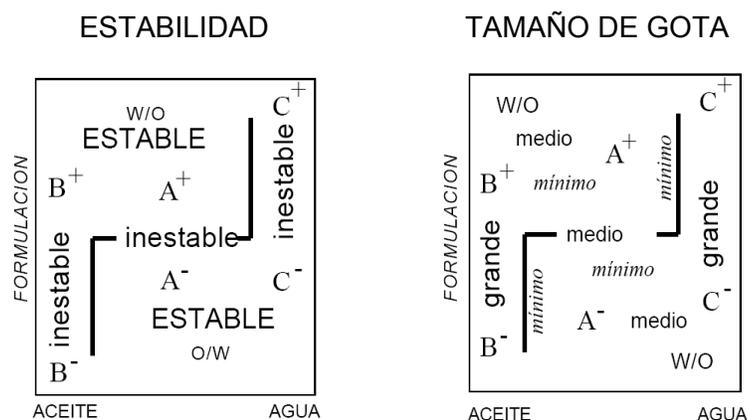


Figura 7. Representación tridimensional del mapa de estabilidad. [Salager, J.L.; 1999 (c)]

En la figura 7 se observa un corte en zig-zag del mapa de estabilidad, habiéndose escogido los cortes para que intersecten la curva de inversión en los tres casos posibles. Así se puede notar información de importancia, como los mínimos de estabilidad cerca de la formulación óptima y la caída brusca de la estabilidad al acercarse a la línea de inversión en sus ramas verticales.

### Cambios de formulación-composición en la emulsión sin traspasar la línea de inversión.

Si se observa el mapa de formulación-composición correspondiente al tamaño de gota en la figura 8, se puede apreciar que es posible obtener un tamaño de gota muy pequeño en dos zonas de la región A<sup>-</sup>. Si una emulsión se encuentra cerca de la rama horizontal de la curva de inversión tendría un tamaño muy pequeño de gota, pero sería inestable por la cercanía al valor SAD=0.



**Figura 8. Propiedades de emulsiones en mapas de formulación composición [Salager J.L., 1999 (c)]**

Un cambio rápido en la formulación que haga disminuir el valor de SAD sin cambio en la composición de las fases haría que la emulsión alcance una zona estable en la región A<sup>-</sup>, lo cual evitaría la coalescencia de las gotas dispersas. Esto indica claramente la importancia del conocimiento del comportamiento de las propiedades de la emulsión tanto para su elaboración como para su ruptura. Además, se evidencia la conveniencia de conocer la ubicación inicial en el mapa formulación-composición de la emulsión en estudio para hacer los cambios pertinentes de formulación o composición que generen de mejor manera los resultados buscados.

### Cruce de la línea de Inversión

Las dos formas de cruzar la línea de inversión para una emulsión en el mapa de formulación composición están asociadas a dos comportamientos muy diferentes. La primera, conocida como inversión transicional, es producida con cambios en la formulación y una relación agua-crudo constante. Este tipo de cruce de la línea de inversión toma lugar en la Región A en el centro del mapa de formulación composición. Resultados experimentales indican, para esta clase de proceso

dinámico, que la inversión ocurre en el preciso momento cuando se cruza la línea de inversión donde se tiene un valor SAD=0, sin importar la dirección del cruce. Por lo tanto, las ramas horizontales de la línea de inversión estándar y dinámica son idénticas.

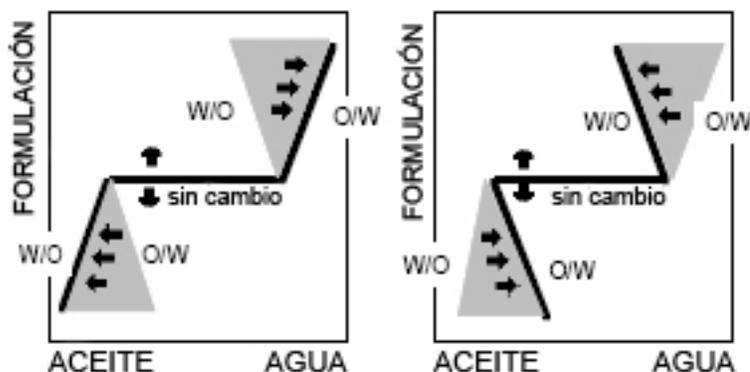


Figura 9. Líneas de inversión dinámica y zona de histéresis [Salager J.L., 2002 (d)].

El cruce de las ramas verticales de la curva de inversión involucra un fenómeno completamente diferente al cruce de la rama horizontal. La posición de las líneas de inversión dinámica se muestra en la figura 9 cuando la composición cambia hacia la derecha e izquierda del mapa. Las flechas negras indican la dirección del cambio y la punta de ellas muestran el punto en donde ocurre la inversión de fase. Igualmente se puede apreciar que la inversión de fase no ocurre en el mismo punto si el cambio de composición ocurre desde la derecha o la izquierda, lo cual indica que existen áreas (que se muestran sombreadas en la figura 9) de histéresis en las cuales pueden encontrarse los dos tipos de emulsión.

Desde el punto de vista práctico en el proceso de formulación de emulsiones o rompimiento de las mismas, estas características son muy útiles porque proveen la información necesaria para modificar alguna variable de formulación y la relación de composición agua-crudo para obtener un retardo o un adelanto del punto de inversión de fase según sea el objetivo buscado.

### **Estabilidad de Emulsiones**

Una emulsión es por definición un sistema termodinámicamente inestable y tarde o temprano debe separarse en dos fases. Es relativamente fácil decir que una emulsión se ha roto, pero es difícil definir experimentalmente un valor de su estabilidad [Salager, J.L., 1999 (c)].

La única medida realmente absoluta de la estabilidad de una emulsión es la variación del número de gotas en función del tiempo. Esta información no se puede obtener empíricamente; sin embargo, se puede medir indirectamente la estabilidad de una emulsión mediante pruebas de variación de la distribución del tamaño de gota con el tiempo. Esta variación ocurre durante el proceso de coalescencia de la fase dispersa en la emulsión, por lo tanto, la estabilidad de una emulsión se relaciona en general con el volumen de las fases separadas [Salager, J.L., 1999 (c)].

Para que ocurra la coalescencia con el objetivo de obtener la separación de las gotas de agua en la fase continua en una emulsión W/O, la capa líquida entre las gotas debe pasar por un proceso de adelgazamiento. Sin embargo, para que la capa líquida pase por ese proceso debe ser sometida a algunas fluctuaciones térmicas o mecánicas, lo cual resulta en el estiramiento de la capa líquida con la formación de ondas de superficie que crecen en amplitud y provocan la coalescencia de las gotas [Scharramm, 1992].

Debido a la presencia de esta capa delgada de la fase continua entre las gotas, se hace de alta importancia estudiar los fenómenos interfaciales, ya que la resistencia al adelgazamiento de esta capa puede traer como consecuencia un retardo significativo en la coalescencia de las gotas en la fase dispersa.

Los cambios presentes cuando ocurre disminución de la estabilidad de una emulsión son los reversibles y los irreversibles. Entre los cambios reversibles está la sedimentación/flotación y la floculación, donde los primeros pueden ser descritos por la ecuación de Stokes, que se detalla en la ecuación 5 de la sección 2.3 de éste capítulo, la cual va a depender del tamaño de la gota, la diferencia de densidad de las fases y la viscosidad de la fase orgánica cuando ésta es la fase continua. En el otro tipo de cambio se encuentran el fenómeno de coalescencia que, al igual que la floculación, puede ser controlado mediante una barrera energética, la cual viene determinada por la magnitud de las fuerzas de atracción y repulsión entre las partículas.

Entre las fuerzas de atracción y repulsión que influyen en el proceso de floculación y coalescencia se encuentran:

- ♦ Fuerzas Van der Waals:

Son fuerzas de atracción que actúan en todo tipo de átomos o moléculas y tienen su origen en la dispersión de la luz en las regiones Visible y UV del espectro. Siempre se encuentran presentes y son de largo alcance. Esta fuerza de atracción depende del tamaño de las partículas y de la distancia que existe entre ellas, siendo cada vez menor a medida que exista mayor distancia de separación.

- ♦ Fuerzas electrostáticas:

Son fuerzas de repulsión y están presentes debido a que cuando dos partículas poseen una carga eléctrica neta se repelen entre sí. Depende del tamaño de partícula y de la fuerza iónica del medio (ver figura 10).

- ♦ Fuerzas de corto alcance:

Son fuerzas de repulsión que actúan cuando las gotas se encuentran muy cerca. Un ejemplo de estas interacciones es el efecto estérico entre las partículas a causa del agente tensoactivo adsorbido en su interfase (ver figura 10).

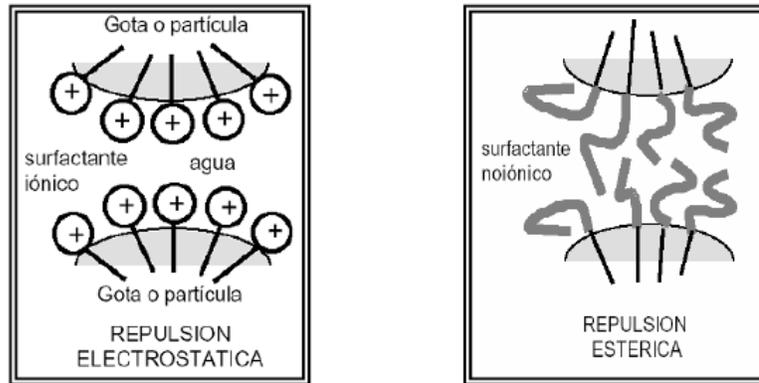


Figura 10. Algunos tipos de fuerzas de repulsión [Donis F., Ricaurte M., 2005]

En la figura 11 se muestra la fracción de volumen coalescido en función del tiempo para una emulsión determinada. Esta curva posee una forma sigmoide, la cual es característica de un proceso con varias etapas. Durante cierto período inicial no se separa ningún tipo de volumen y este período de iniciación se corresponde a la sedimentación de gotas y al drenaje de la fase externa hasta alcanzar una emulsión compactada, en la cual las gotas no se tocan.

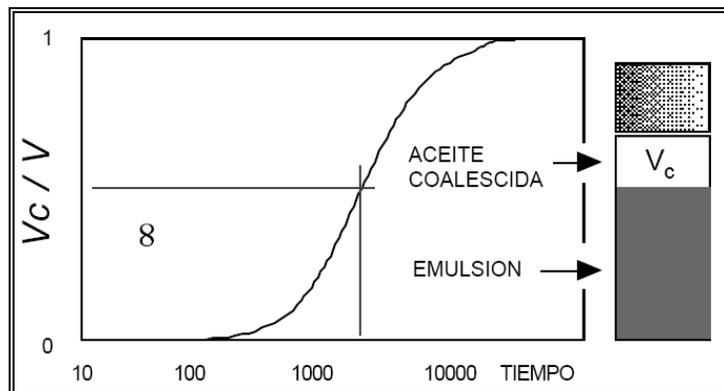


Figura 11. Fracción del volumen coalescido en función del tiempo [Salager J.L., 1999 (b)]

Cuando las películas intergotas llegan a alcanzar un espesor del orden de 200 Å son susceptibles de romperse, provocando así la coalescencia y la formación de un volumen de fase separado. Esta etapa corresponde a la parte ascendente de la curva, cuya sigmoide puede interpretarse como la función acumulativa de una distribución normal o log-normal, lo cual es lógico por el carácter aleatorio del proceso de ruptura.

Algunos parámetros que afectan la estabilidad son los siguientes [Ríos, Fals,1990/Kokal, Al-Jamal, 1999]:

- ♦ Temperatura:

La estabilidad de una emulsión depende de la temperatura, porque la viscosidad es función de esta propiedad. Al aumentar la temperatura, la viscosidad disminuye y facilita la floculación. Un aumento de la temperatura tiende a reducir la rigidez de las películas interfaciales y a desestabilizarlas. Sin embargo, también produce una aceleración del proceso de formación de dichas películas, ya que aumenta el valor del coeficiente de difusión de los surfactantes naturales. En presencia de surfactantes aniónicos, un aumento de temperatura aumenta la afinidad de éstos para la fase acuosa, mientras que el inverso ocurre con surfactantes no iónicos.

- ♦ Surfactantes:

El tipo y concentración de surfactantes juega un rol muy significativo en la estabilidad de las emulsiones. Ellos pueden extender en gran proporción el tiempo de coalescencia; por lo tanto, pueden estabilizar la emulsión.

- ♦ Contenido de agua:

La cantidad de agua presente en una emulsión de agua en crudo es un importante factor, ya que a medida que la cantidad de agua es mayor, la distancia entre las gotas dispersadas en la fase externa será menor, aumentando el número de colisiones entre las gotas y facilitando así el acercamiento entre ellas y su posterior

coalescencia. En general, menores porcentajes de agua presentes en el crudo tienden a formar emulsiones más estables.

- ◆ Envejecimiento de un crudo emulsionado:

Si un crudo emulsionado es almacenado y no se trata, una cierta cantidad de agua precipitará por gravedad y otra parte se mantendrá emulsionada. A menos que alguna forma de tratamiento sea empleada para completar la ruptura total, habrá un porcentaje de agua en el petróleo, aunque se prolongue el tiempo de sedimentación. Este pequeño porcentaje de agua tiende a estabilizar la emulsión.

- ◆ Campo eléctrico:

Cuando una gota de agua está ubicada dentro de un campo eléctrico intenso se produce un dipolo inducido en el sentido contrario al campo. Cuando varias gotas vecinas están sometidas a un campo eléctrico, las gotas que se ubican en la dirección del campo poseen polos de signo contrarios y se atraen. Al acercarse suficientemente dos gotas, la fuerza atractiva se torna considerable y la coalescencia es inmediata. Cuanto menor es la tensión interfacial, mayor el alargamiento de las gotas en el campo y por lo tanto es mayor la posibilidad de contacto con sus vecinas. Sin embargo, se debe notar que si la gota es de forma alargada la atracción de cada polo por los electrodos que producen el campo puede producir una ruptura de la gota. Es por ello que el tiempo de residencia de la emulsión en el campo debe ser corto y el potencial del campo no debe sobrepasar un nivel crítico [Sams G., Warren K.; 2003].

### **Fenómenos involucrados en la ruptura de una emulsión.**

#### **Mecanismo de ruptura de una emulsión**

La ruptura de una emulsión es un proceso multietapa de difícil estudio por involucrar muchas gotas en la fase dispersa a la vez. Por lo tanto, los mecanismos

elementales se estudian en general sobre un sistema más simple, como aquel que presenta una sola gota de fase dispersa que se acerca a una interfase plana o dos gotas que se acercan por fuerzas externas que actúan sobre ellas.

Las etapas del mecanismo de ruptura se pueden dividir en tres [Jeffrey y Davies, 1971]:

- ♦ Acercamiento macroscópico de las gotas:

Corresponde al acercamiento de dos o más gotas debido al fenómeno de sedimentación gravitacional, dado por la ley de Stokes (Ec. 5) expresada para una emulsión del tipo W/O, basada en la suposición de gotas esféricas rígidas, o de Hadamard (Ec. 6), que considera el efecto de la viscosidad de la fase continua.

$$v_s = \frac{g \cdot d_m^2 \cdot (\rho_w - \rho_o)}{18 \cdot \mu_o} \quad (\text{Ec. 5})$$

$$v_H = v_s \frac{\sqrt{1 + \frac{\mu_o}{\eta_i}}}{\sqrt{1 + \frac{2}{3} \frac{\mu_o}{\eta_i}}} \quad (\text{Ec. 6})$$

Para aumentar la velocidad de las gotas, generalmente se utiliza calor, que reduce la viscosidad de la fase externa y aumenta la diferencia de densidad entre los fluidos.

También se emplean fuerzas diferentes a la gravedad natural para aumentar la velocidad de contacto y/o el tamaño de la gota, como la fuerza de centrifugación [Vold y Groot, 1962], fuerzas capilares con filtros coalescedores [Spielman y Goren, 1962] o fuerzas electrostáticas [Cottrel y Speed, 1911].

- ♦ Drenaje de la película intergota:

Al final de la etapa anterior, las gotas se deforman (adelgazamiento del orden de 0,1 micras o menos) y se genera una película (espesor alrededor de 500 Å) entre dos gotas, dando así inicio a la segunda etapa del proceso llamada *drenaje de la película intergota*, donde están involucrados fenómenos interfaciales relacionados con la presencia de surfactantes adsorbidos. Esta etapa en el proceso de ruptura se considera como el paso controlante, debido a que de ella depende en gran parte la rapidez de rompimiento de la emulsión [Schramm, 1999].

La velocidad de drenaje de la película depende de las fuerzas que actúan en la interfase. Cuando dos gotas se aproximan una a la otra debido a las fuerzas gravitacionales, convección térmica o agitación, se crea un flujo de líquido entre ambas interfases.

En el paso de drenaje de la película intergota, las gotas presentan una deformación tal que en la zona donde ocurre el adelgazamiento de película se observa una forma plana en las gotas, como lo muestra la figura 12. El flujo de líquido tiende a salir de la zona de adelgazamiento de la película debido a la diferencia de presión existente entre esa zona y otra llamada Borde de Plateau, existiendo menor presión en ésta última. El flujo de líquido en esa dirección producirá una disminución del espesor de la película que se encuentra entre las gotas hasta un punto crítico en el cual la gota coalesce.

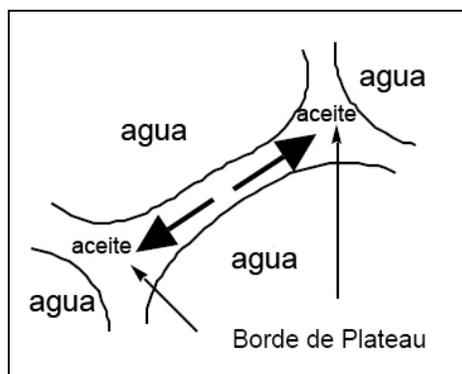


Figura 12. Drenaje hacia los Bordes de Plateau.

El flujo de líquido trae consigo moléculas de surfactantes naturales y otras partículas de actividad superficial que se adsorben en la interfase, creando un gradiente de concentración. Esto produce una variación en el valor local de la tensión interfacial (gradiente de tensión negativo), que genera una fuerza opuesta al flujo de líquido fuera de la película intergota.

Sin embargo, al mismo tiempo que se lleva a cabo el fenómeno anterior está ocurriendo otro, en el cual el mismo alargamiento de la gota ocasiona un gradiente de tensión interfacial en la interfase de las gotas generándose un desequilibrio en el sistema debido a este gradiente. Por lo tanto, las moléculas de surfactante tenderán a moverse hacia las zonas donde se encuentra el menor número de moléculas de surfactante adsorbido para reestablecer el equilibrio, lo cual genera una fuerza opuesta al flujo de líquido saliente de la película intergota. Este fenómeno, mostrado gráficamente en la figura 13, llamado Disjoining Pressure o Presión de Desunión genera un flujo de líquido hacia la zona plana de las gotas deformadas, contrarrestando el mecanismo de adelgazamiento de la película entre las gotas.

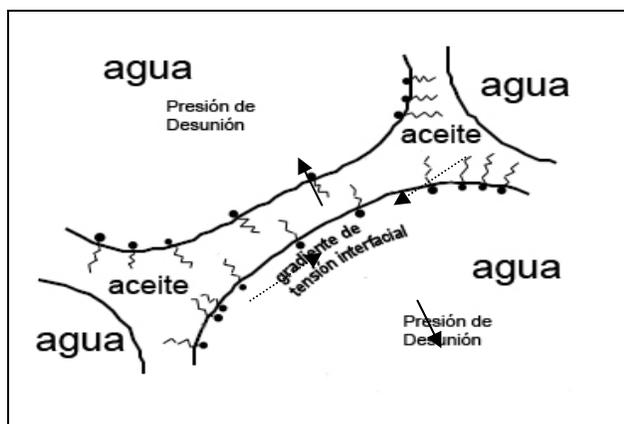


Figura 13. Presión de Desunión presente en la película intergota.

Al adicionar al sistema un surfactante capaz de reducir significativamente la tensión interfacial (denominado deemulsionante, o deshidratante), sus moléculas se adsorben en los espacios vacíos entre los surfactantes naturales, y el gradiente de tensión se vuelve positivo; esto induce a un aumento del drenaje de la película intergota [Marfisi, 2004].

Los métodos de deshidratación tienden a favorecer la floculación mediante una reducción de las fuerzas repulsivas o la formación de las fuerzas atractivas adicionales (dipolos inducidos en campo electrostático). También se intenta acelerar la floculación con aditivos químicos floculantes y reducir las propiedades viscosas y visco-eléctricas de la película adsorbida de emulsificante por desplazamiento por otros surfactantes y/o aumento de la temperatura [MARAVEN S.A, 1982].

♦ Coalescencia:

Una emulsión no se considera rota hasta tanto no ocurra el fenómeno de coalescencia, el cual se define como un fenómeno irreversible en el cual las gotas pierden su identidad, el área interfacial se reduce y también la energía libre del sistema (condición de inestabilidad). Sin embargo, este fenómeno se produce sólo cuando se vencen las barreras energéticas asociadas con las capas de emulsionante adsorbido y se drena la película de fase continua entre dos gotas.

### **Propiedades involucradas en el rompimiento de emulsiones**

- ♦ Viscosidad:

Un crudo con alta viscosidad tiene la habilidad de contener mayor cantidad y gotas más grandes de agua que un crudo de baja viscosidad. La viscosidad de un crudo puede ser reducida por calentamiento, la adición de diluentes o la dosificación de químicos. A medida que la viscosidad del crudo es menor, se incrementa la velocidad de asentamiento de las gotas de agua y su movilidad a través del crudo, lo que aumenta el acercamiento, el número de colisiones y la coalescencia de las gotas y, por lo tanto, la separación de las fases.

- ♦ Diferencia de densidades de las fases:

Al proporcionar calentamiento a una emulsión agua en crudo, típicamente la densidad del crudo decrece más rápido con la temperatura que la densidad del agua, lo que promueve una separación más rápida de las fases debido a las diferencias de densidades. En este sentido, se debe destacar que la deshidratación de crudos pesados es más difícil debido a que la densidad del crudo es muy cercana a la del agua.

- ♦ Tensión interfacial:

La tensión interfacial, es una medida de la energía libre interfacial por unidad de área que actúa en una interfase y tiende a disminuir el área de superficie de donde actúa, donde la energía libre interfacial es la mínima cantidad de trabajo requerido para crear una interfase.

A menor tensión interfacial, menor es el tamaño de las gotas para un proceso de agitación dado y la emulsión es más estable. Sin embargo, una reducción en la tensión interfacial no es suficiente para aumentar la estabilidad de una emulsión. Inclusive, sistemas de tensión superficial ultra-bajas, comparado con la tensión

superficial del sistema sin surfactante, producen emulsiones inestables. La tensión interfacial en emulsiones de agua en crudo disminuye con el tiempo y se requiere a menudo varias horas de contacto para obtener un valor estable. La estabilización de la tensión interfacial depende del pH de la fase acuosa, lo que indica que los emulsificantes naturales pertenecen a diferentes familias, de los cuales se diferencian por lo menos dos tipos: ácidos y bases nitrogenadas [Salager J.L., 1987].

Aunque a valores bajos de tensión interfacial se facilita la formación de una emulsión también se promueve la ruptura de la misma, debido a que ambos procesos están gobernados por las fuerzas interfaciales presentes. Por lo tanto se pudiera obtener alguno de estos resultados dependiendo del objetivo buscado en este punto de inestabilidad en la emulsión [Schramm, 1999].

- ♦ Viscosidad interfacial

La viscosidad interfacial mide la resistencia de la capa de la fase emulsionada. Como esta capa está ligada con la película de fase externa que debe drenarse, la viscosidad interfacial tiene que ver con la estabilidad. Típicamente, la existencia de películas de alta viscosidad interfacial reduce, a veces considerablemente, la velocidad de coalescencia. Tales circunstancias ocurren a menudo en presencia de fase acuosa ácida, y se forman películas interfaciales viscoelásticas que llegan a producir una barrera esencialmente mecánica respecto a la coalescencia. Por otra parte, se puede también obtener emulsiones estables aún con una viscosidad interfacial baja; por lo tanto, si bien es cierto que una alta viscosidad interfacial está asociada con emulsiones estables, la situación inversa no se aplica [Schramm, 1999].

### **Deshidratación electrostática de emulsiones W/O**

En la actualidad existen muchas técnicas para el mejoramiento de la separación de las fases en las emulsiones de agua en crudo, como lo son: la adición de químicos

demulsificantes, ajuste de pH, sedimentación gravitacional o centrífuga, filtración, tratamiento térmico y desmulsificación electrostática [Morales C., 2005]. Cada técnica desarrollada hasta ahora presenta sus conveniencias e inconveniencias, dependiendo en gran porcentaje de las características físico-químicas de la emulsión a tratar.

Como comparación breve se puede mencionar que el uso de químicos funciona adecuadamente en la modificación de las propiedades interfaciales agua/aceite, lo cual permite a las gotas de agua coalescer de forma más sencilla y formar gotas más grandes. Sin embargo, se encuentra presente el problema de la remoción de los deemulsificadores, luego de la separación de ambas fases. En el caso de ajuste de pH, su efecto puede ser utilizado para la separación de emulsiones O/W, pero usualmente no es muy efectivo para las emulsiones W/O. El uso de la centrifugación es muy efectivo para emulsiones específicas, pero con un costo de operación elevado. Ahora bien, el tratamiento térmico puede reducir la viscosidad del aceite; por lo tanto, las gotas de agua pueden caer de manera más rápida a través de la fase aceite. Pero el uso de esta técnica, al igual que el uso de químicos demulsificantes, es costoso y el calentamiento tiene la tendencia a resultar en un consumo de combustible considerable [Morales C., 2005].

Un campo eléctrico solamente puede ser usado para aumentar el porcentaje coalescido de una fase dispersa en una emulsión, cuando la fase continua posee una constante dieléctrica mucho menor que la fase dispersa [Cottrel and Spread, 1911; Cottrel, 1911; McKibben, 1919; Bailes y Watson, 1992]. Al mismo tiempo, la fase continua debería tener una baja conductividad y actuar como aislante entre los dos electrodos. Cada tipo de campo trabaja de acuerdo a diferentes mecanismos de mejoramiento de la separación de fases por la coalescencia gota-gota [Waterman, 1965; Galvin, 1986]. Generalmente, la eficiencia de la separación mejora con el aumento de tensión del campo aplicado [Goto et al., 1989]. Sin embargo, si la fuerza

del campo es muy elevada, pudiera ocurrir la ruptura de algunas gotas, debido a que el estrés eléctrico sobrepasa las fuerzas de recuperación por la tensión superficial.

Desde el punto de vista de eficiencia energética, la demulsificación eléctrica es considerada la mejor entre todos los métodos para la separación de emulsiones [Eow J., Ghadiri M.; 2001]. El concepto de separación eléctrica de fases ha sido usado en la industria petrolera aplicando un campo eléctrico de alta tensión a la emulsión en flujo, para generar la floculación y coalescencia de las gotas dispersas de agua.

El tratamiento eléctrico consiste en aplicar un campo eléctrico para acelerar el proceso de acercamiento de las gotas en la fase dispersa, generado por el suministro de un alto voltaje entre dos electrodos.

Una gota suspendida entre dos electrodos es afectada por cinco fuerzas. Dos de estas cinco fuerzas son la gravitacional e hidráulica. La fuerza gravitacional igual al peso de la gota intenta mover la gota hacia el fondo del recipiente. La fuerza de arrastre generada por el aceite ascendente intenta levantar la gota hacia el tope o salida a donde se dirige la fase orgánica. Si la gota supera un diámetro de gota determinado, el peso será mayor que el arrastre y la gota será separada del aceite [Sams G. y Warren K., 2003].

Las otras tres fuerzas influyentes en el movimiento inducido de la gota son de naturaleza eléctrica, tal como se observa en la figura 14. Estas fuerzas se encuentran presentes actuando sobre la gota de manera individual o simultáneamente, dependiendo de la manera que sean usados los parámetros eléctricos y el equipo con el cual se aplica el campo eléctrico. Estas fuerzas son, interacción dipolo-dipolo, electroforesis y dielectroforesis [Sams G. y Warren K.; 2003].

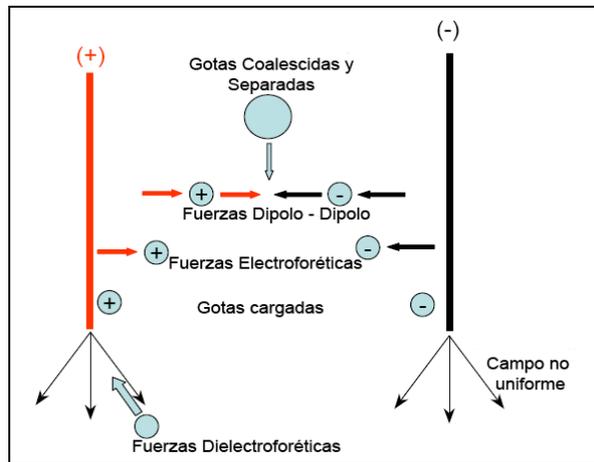


Figura 14. Fuerzas que actúan sobre una gota de agua suspendida en un campo eléctrico [Sams W.G. y Warren K.W., 2003]

♦ Interacción Dipolo-Dipolo:

En este tipo de interacción la gota de agua en una emulsión W/O es polarizada en el campo eléctrico; por lo tanto, las cargas son inducidas en la superficie de la gota y como resultado dos gotas pueden atraerse mutuamente, como se ilustra en la figura 15, aunque ninguna de ellas posea carga neta [Draxler y Marr; 1993].

La fuerza de la interacción dipolo-dipolo depende del tamaño de la gota de agua y del espacio entre las gotas, tendiendo a disminuir mientras mayor separación se encuentre entre ellas. Además, si se supone una uniformidad en el tamaño de gota y homogeneidad en su distribución en la fase continua, el espaciado intergota es inversamente proporcional al volumen de agua dispersada. Por lo tanto, a medida que las gotas de agua coalescen aumenta el espacio existente entre las gotas y la interacción dipolo-dipolo tiende a disminuir rápidamente [Eow J., Ghadiri M.; 2001].

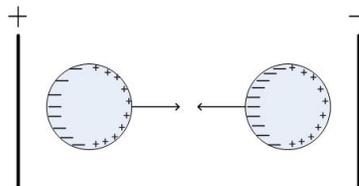


Figura 15. Interacción Dipolo-Dipolo

- ♦ Electroforesis:

Las fuerzas electroforéticas son las fuerzas de atracción y repulsión que se establecen en un campo de voltaje uniforme entre las gotas cargadas y los electrodos. Son fuerzas proporcionales a la fuerza del campo eléctrico, diámetro de gota y la conductividad de la fase continua. Además, este tipo de fuerzas tiende a decaer con el tiempo, debido a que las gotas se descargan en medios conductivos, y esto ocurre incluso en medios orgánicos debido a que también poseen valores de conductividad, aunque éstos sean muy bajos comparados con los valores de conductividad del agua.

Como puede observarse en la figura 16, las gotas cargadas se descargan cuando entran en contacto con el electrodo, cambian su polaridad y migran hacia el otro electrodo. Sin embargo, las gotas cargadas pueden también descargarse por otras gotas. La electroforesis y la transferencia de carga resultan de un movimiento de las gotas, ocasionando colisiones aleatorias y coalescencia [Eow J., Ghadiri M.; 2001].

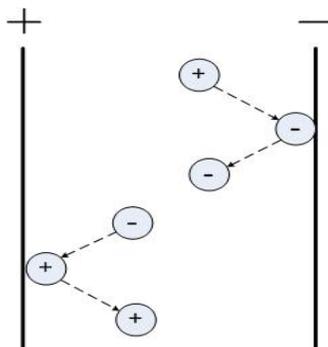


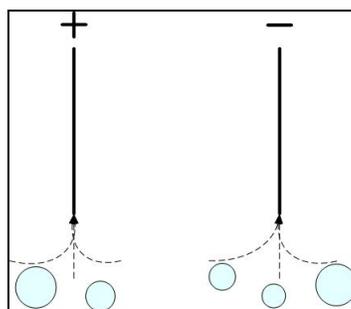
Figura 16. Fuerzas electroforéticas

- ♦ Dielectroforesis:

Las fuerzas dielectroforéticas son fuerzas atractivas en un campo eléctrico no uniforme. Estas fuerzas, representadas gráficamente en la figura 17, halan la gota

hacia el gradiente de voltaje más alto y son proporcionales al diámetro de gota y a la conductividad del aceite.

Existe independencia entre estas fuerzas y el espaciado intergota, pero son dependientes del cambio de voltaje aplicado, el cual hala las gotas más grandes hacia la zona con mayor gradiente. Estas fuerzas tienden a acumular agua en áreas del campo electrostático donde su divergencia es la más alta [Eow J., Ghadiri M.; 2001].



**Figura 17. Fuerzas dielectroforéticas.**

### **Fenómeno de Percolación [Salager, J.;1999(b)]**

En ciertos sistemas W/O de alto contenido de fase interna se pueden formar cadenas de gotas de agua entre los electrodos, produciéndose un aumento considerable de conductividad a lo largo de estas cadenas.

Este fenómeno llamado percolación que se produce en ausencia de agitación puede disminuir la eficiencia de aplicación del campo eléctrico a la emulsión en estudio en los deshidratadores electrostáticos. La percolación de emulsiones entre un par de electrodos se ejemplifica en la figura 18.

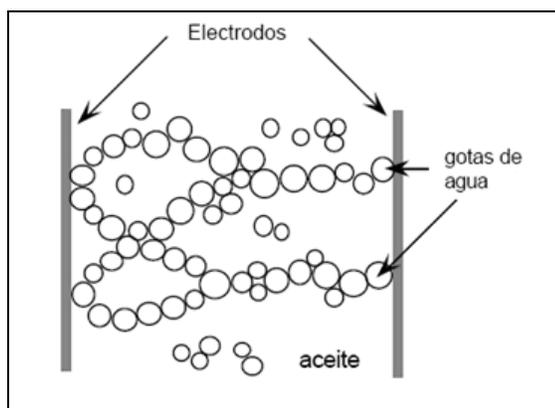


Figura 18. Fenómeno de Percolación entre electrodos.

### Efecto del tipo de campo eléctrico aplicado.

El mecanismo predominante de coalescencia en un sistema depende, entre otras cosas, de la naturaleza del campo electrostático. Campos AC, DC, DC en pulso o una combinación de los anteriores han sido utilizados en la separación de dispersiones o emulsiones W/O.

En un campo DC, las gotas se mueven en un patrón continuo con una velocidad y tiempo de relajación determinados por la viscosidad de la fase continua y gradualmente pierden su carga. El tiempo de relajación es el tiempo que le toma a la partícula tener una magnitud de velocidad igual a cero.

La aplicación de voltajes AC permite que coalezcan las gotas grandes, pero no es muy efectivo en gotas pequeñas (1 a 2 micras). Para la remoción de este tipo de gotas es mejor emplear potenciales DC de polaridad dual (corriente rectificada), es decir, un electrodo cargado positivo y el otro negativo, lo cual es similar a la AC

excepto que las cargas son constantes con un alto potencial DC entre los electrodos [Marfisi S.; 2004]. Con el uso de un campo DC en un rango de 5 a 25kV con electrodos no aislados se puede obtener un porcentaje de deemulsificación de un sesenta a setenta por ciento [Eow J., Ghadiri M.; 2001].

## **CAPÍTULO III**

### **METODOLOGÍA EXPERIMENTAL**

Para lograr los objetivos propuestos en la investigación se llevaron a cabo una serie de pruebas en el Laboratorio de Separaciones Mecánicas (LSM) de la Escuela de Ingeniería Química en la Universidad Central de Venezuela.

Las emulsiones estudiadas en este trabajo son sistemas dispersos W/O formados por crudo, agua y sólidos provenientes de las fosas de producción Acema-100, Guara-2 y Merey-31, ubicadas en el Distrito San Tomé, Estado Anzoátegui.

Con las emulsiones estudiadas se realizó una modificación en la relación de fases con el objetivo de provocar un aumento del número de gotas de agua en la fase dispersa y conseguir un mayor número de colisiones entre ellas en el momento de someterlas a la acción de un campo eléctrico de corriente directa. Se esperaba que las colisiones que sufrieran las gotas promoviesen la coalescencia de la fase interna y por lo tanto obtener una mayor separación de las fases, lo cual identifica una disminución de la estabilidad de la emulsión como consecuencia de la manipulación de la composición de la fase orgánica o acuosa.

La variable de formulación que se utilizó para el tratamiento de las emulsiones fue la temperatura. Con un aumento de esta variable se buscó disminuir la alta viscosidad que éstas presentan, para así facilitar el movimiento de las gotas de agua tanto en el proceso de colisión y coalescencia como en el paso de asentamiento de la fase ya separada.

Teniendo la caracterización de las emulsiones (Padrón A. y Zúñiga P., 2005), se comenzaron las pruebas con la obtención de algunas propiedades físicas de la emulsión y de los aditivos a utilizar, como: viscosidad y densidad, las cuales se muestran en la tabla 2. Luego se estableció la temperatura de la muestra y las cantidades de los aditivos (agua o parafina) a mezclar con las emulsiones para cumplir con la composición de las fases requerida, que formará parte del barrido necesario para la construcción de los mapas de formulación-composición bidimensionales. Este mezclado tuvo una duración de 10 minutos, tiempo que se estableció como resultado de algunas pruebas preliminares.

**Tabla 2. Propiedades físicas de las emulsiones y aditivos.**

<b>Emulsión o aditivo</b>	<b>Densidad a 25 °C (Kg/m<sup>3</sup>)</b>	<b>Viscosidad a 65 °C (Pa.s)</b>
<b>Agua</b>	997	0,0004
<b>Parafina</b>	848	0,062
<b>Acema-100</b>	940	2,100 (a 60 rpm)
<b>Guara-2</b>	1000	7,750 (a 60 rpm)
<b>Merey-31</b>	980	2,900 (a 60 rpm)

Para la estimación de la estabilidad de la emulsión, bajo la composición y formulación establecida, se sometió la muestra a un campo electrostático por un tiempo de 30 minutos aproximadamente, tiempo que fue establecido igualmente por pruebas preliminares. Luego, se revisaron las muestras para tratar de identificar la posible separación de agua de la emulsión para distintos tiempos. El volumen de agua obtenido depende del grado de inestabilidad alcanzado por la emulsión, ya que mientras más agua haya podido separarse de la emulsión mayor será la inestabilidad alcanzada por la emulsión para esa condición físico-química.

Con los valores de volumen de agua coalescida para distintos tiempos se buscaba representar gráficamente la velocidad de coalescencia de las emulsiones para una composición y formulación dada, lo cual al mismo tiempo representa la

información de estabilidad de la muestra necesaria para la construcción de los mapas de formulación composición.

Debido a la alta estabilidad que presentaron las emulsiones durante la ejecución de las pruebas, se hizo necesaria la utilización de otros recursos como por ejemplo la centrifugación y filtración como procesos de separación mecánica, o el desasfaltado de la muestra como proceso desestabilizador químico de la emulsión. La metodología aplicada se presenta junto con sus resultados en la sección de análisis y discusión de resultados. Esta alta estabilidad de las muestras hizo también imposible la medición del grado de coalescencia de la fase dispersa en el tiempo; por lo tanto, con los recursos antes mencionados se pudo medir sólo el volumen de agua total coalescida en la muestra después de habersele aplicado campo eléctrico y centrifugación.

La tabla 3 es un ejemplo de la hoja de registro utilizada en las pruebas realizadas a la fosa Merey-31. El mismo tipo de pruebas se llevaron a cabo para la emulsión de Acema-100 y Guara-2. Además del agua, para las tres emulsiones se utilizó una parafina comercial de naturaleza orgánica para estudiar el efecto del cambio de composición de esa fase en la estabilidad de las emulsiones.

Las pruebas se realizaron a tres temperaturas de trabajo, 60, 80 y 100 °C, haciendo experimentos con 10 cambios en la cantidad de fase acuosa por agregación de agua y con 10 cambios en la cantidad de fase orgánica por dilución con parafina. Estas pruebas se aplicaron a las emulsiones de las tres fosas en estudio dando un total de 198 experimentos.

Tabla 3. Ejemplo del plan de pruebas realizadas en el Laboratorio de Separaciones Mecánicas.

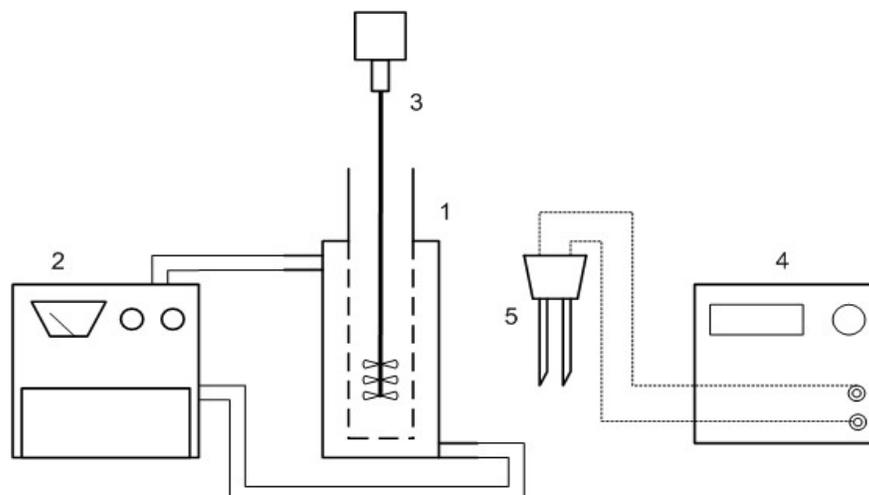
Lista de pruebas experimentales – Fosa: Merrey-31			
Composición de agua de la emulsión original: 21%v/v –Temperatura 60 °C			
Variable modificada: Composición			
Prueba N°	Cantidad de agua o parafina agregada (%V <sub>agua o parafina</sub> /V <sub>Emulsión</sub> )	Voltaje aplicado en 30 min. (Voltios)	Volumen total de agua sedimentada (ml)
1	0		-
2	10		
3	20		
4	30		
5	40		
6	50		
7	60		
8	70		
9	80		
10	90		
11	100		

### Descripción de equipos.

Se necesitó la disponibilidad de los siguientes equipos para realizar los experimentos con las tres muestras de emulsiones a estudiar:

- ♦ Deshidratador electrostático.

Este equipo fue diseñado en este trabajo para la deshidratación de crudo mediante la aplicación de un campo electrostático. Su montaje se realizó en el LSM para la realización del presente trabajo de grado y consta de: reactor de vidrio de 100 ml con chaqueta de calentamiento, baño térmico analógico con rango de temperatura de 30 a 150 °C, agitador con motor eléctrico, electrodos tipo placa de cobre, fuente de poder de 10kV de corriente DC.



1. Reactor con chaqueta de calentamiento
2. Baño térmico
3. Mezclador con eje de acero y 3 álabes de mezclado
4. Fuente de poder de alto voltaje
5. Electrodo

**Figura 19. Deshidratador Electrostático.**

El eje y los álabes del agitador fueron diseñados con la finalidad de proporcionar un mezclado uniforme dentro del reactor (ver figura 19). Los álabes se encuentran en tres secciones diferentes del eje central, para garantizar un mezclado completo del contenido del reactor. Además, el reactor también sirve como celda electrolítica porque la aplicación del campo electrostático se hace en el mismo dada la facilidad de tener electrodos removibles, pudiendo ser éstos retirados para preparar la muestra.

♦ Viscosímetro Brookfield.

Es un viscosímetro rotacional (ver figura 20) que tiene dos tipos de rotores: cilíndricos y en forma de discos. Estos rotores se sumergen en el líquido en estudio y se accionan por medio de un motor sincrónico que mediante una caja de velocidades, puede suministrar ocho velocidades de rotación diferentes. La fuerza que produce el corte del líquido puede medirse por la deformación de un resorte solidario al eje del rotor. Este resorte está calibrado y provisto de una aguja indicadora sobre una escala [Méndez F., 1992].



**Figura 20. Viscosímetro Rotacional Brookfield [Padrón A., Zúñiga P., 2005].**

Las lecturas del viscosímetro se pueden convertir directamente en centipoise (cP); no hay sincronización o cálculos implicados necesarios. Sólo multiplicar la lectura para una calibración constante y obtener la viscosidad. Para estos equipos, la capacidad de repetición está dentro de 0,2% y la exactitud es de 1% [Schramm, 1996].

- ♦ Fuente de poder de alto voltaje PHYWE 13670.93

El equipo de alto voltaje PHYWE 13670.93 (ver figura 21 y 22) transmite un voltaje DC, el cual puede ser ajustado en un rango de 0 a 10 kV. Las salidas de tensión son a prueba de corto circuito y la lectura de la tensión de salida puede leerse en la pantalla digital de tres dígitos del equipo. El equipo tiene un uso específico de descargas electrostáticas en pruebas a nivel de laboratorio.

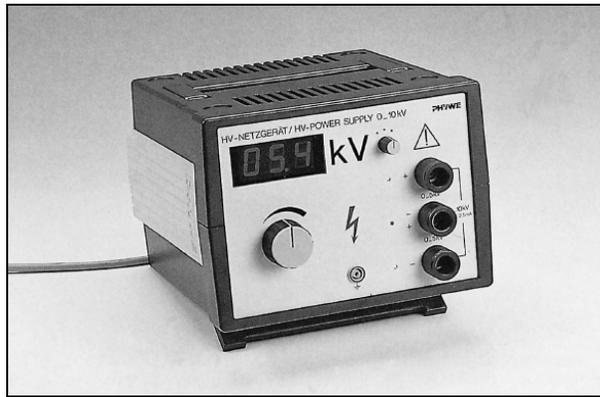


Figura 21. Fuente de poder de alto voltaje PHYWE 13670.93

En el panel frontal del equipo se encuentran los controles y conexiones necesarios para su operación, los cuales se describen en la figura que se presenta a continuación.

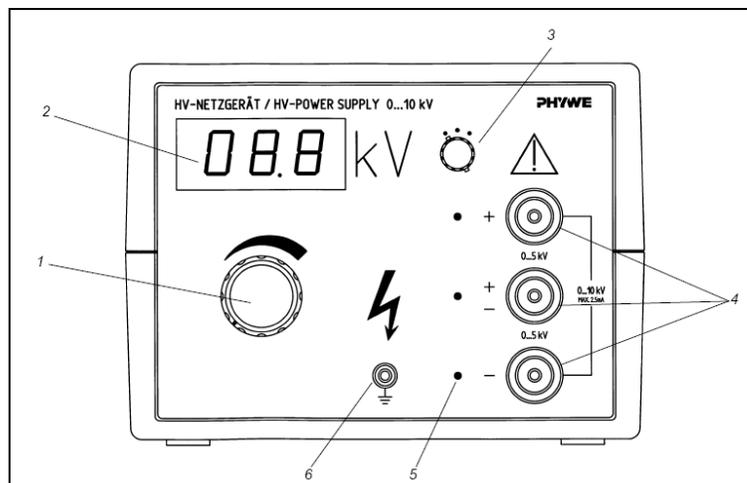


Figura 22. Descripción de controles y conexiones de la fuente de poder de alto voltaje PHYWE

- 1.- Perilla de selección de voltaje
- 2.- Pantalla digital de tres dígitos para la lectura del voltaje de salida
- 3.- Perilla de selección de tres posiciones para seleccionar la opción de conexión de salida: superior-inferior, superior-media, media-inferior.
- 4.- Tomas del voltaje de salida

5.- Luces indicadoras de las tomas de salida activas para cuyo valor de voltaje se muestra en la pantalla digital

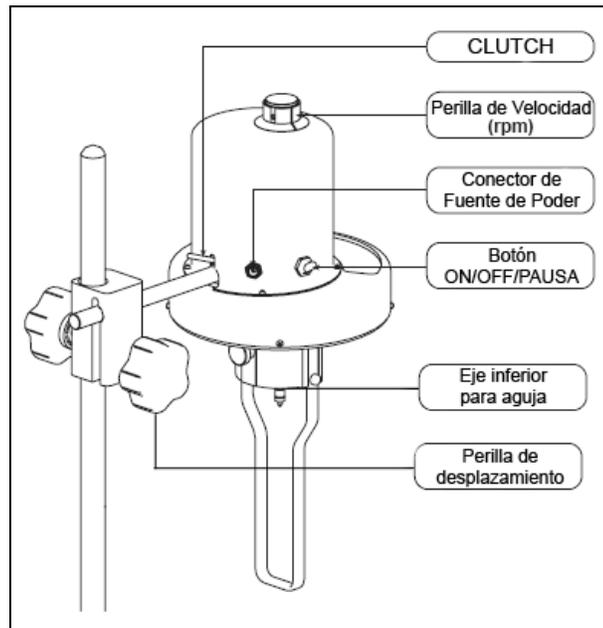
6.- Conexión a tierra de seguridad

### **Plan de Trabajo**

Medición de la viscosidad de la emulsión y aditivos.

Para determinar la viscosidad de la emulsión se procede de la siguiente manera (para identificación de partes referirse a la figura 23):

- Elevar el viscosímetro mediante la perilla de desplazamiento vertical del soporte, hasta una altura tal que se cree un espacio considerable para la instalación de la aguja.
- Conectar el equipo y seleccionar la aguja LV2, la cual es apropiada para medir la viscosidad del fluido de calibración (aceite Shell).
- Agregar en el beaker aproximadamente 400 mL del fluido patrón (aceite Shell 20 W-50 (SF/CC)).
- Levantar con la mano izquierda suavemente el eje inferior y con la mano derecha enroscar la aguja hacia la izquierda cuidadosamente; luego soltar el eje para que vuelva a su posición original.
- Bajar el viscosímetro con la perilla de desplazamiento vertical del soporte, hasta que el nivel de líquido llegue al punto de inmersión de la aguja, evitando la formación de burbujas de aire en el interior del mismo.



**Figura 23. Identificación de las partes del viscosímetro de Brookfield [Manual de operación, Brookfield Engineering].**

- Nivelar el viscosímetro girando las perillas ubicadas en la base del mismo.
- Medir la temperatura del fluido para verificar que se encuentre a la temperatura de medición de la viscosidad del fluido patrón. En los casos que esto no se cumpla se debe enfriar o calentar hasta lograr la temperatura requerida; luego se procede a la medición.
- Establecer la velocidad de rotación del motor en 50 RPM (para el caso de calibración con aceite Shell), girando la perilla de velocidades.
- Encender el motor del viscosímetro, oprimiendo en el botón On/Off permitiendo que la escala rote al menos 5 veces, luego detener la escala con el Clutch (manteniéndolo presionado) y apagar el motor.
- Tomar la lectura que señale el marcador y emplear la tabla del viscosímetro para hallar la viscosidad en centipoise (cP).
- El valor obtenido debe compararse con el valor de viscosidad del fluido estándar o patrón, verificando que se encuentre entre el rango máximo

permisible. Si esto no se cumple, se debe recurrir al servicio técnico para la calibración del equipo o alternativamente emplear una curva de calibración.

- Subir el viscosímetro con la perilla de desplazamiento vertical para desinstalar la aguja.
- Levantar suavemente con la mano izquierda el eje inferior y con la derecha desenroscar cuidadosamente la aguja en sentido antihorario. Dejar escurrir la aguja dentro del beaker y limpiarlo.
- Agregar en otro beaker aproximadamente 500 mL de la muestra a estudiar.
- Seleccionar el número de aguja entre las disponibles para el viscosímetro LVF (La selección se realiza de acuerdo a la viscosidad del fluido tratado, LV1 muy viscosos y LV4 poco viscosos).
- Levantar con la mano izquierda suavemente el Lower Shaft y con la mano derecha enroscar la aguja hacia la izquierda cuidadosamente, luego soltar el Lower Shaft.
- Bajar el viscosímetro con la perilla de desplazamiento vertical del soporte, hasta que el nivel de líquido llegue al punto de inmersión de la aguja, evitando la formación de burbujas de aire en el interior del mismo.
- Establecer la velocidad de rotación (RPM), girando el controlador de velocidad hasta que el valor requerido se encuentre sobre la cara superior (La velocidad del motor se establece de manera que el marcador del dial se encuentre en una posición lejos de los extremos de la escala).
- Encender el motor del viscosímetro, oprimiendo en el botón On/Off permitiendo que la escala rote al menos 5 veces, luego detener la escala con el Clutch (manteniéndolo presionado) y apagar el motor.
- Tomar la lectura que señale el marcador sobre el dial (% de torque) y emplear la tabla del viscosímetro para hallar la viscosidad en centipoise.
- Repetir el procedimiento con la muestra de estudio para distintas velocidades de rotación.

### Preparación de la muestra

- Calcular el volumen de emulsión a agregar en el reactor tomando en cuenta el porcentaje de aditivo (agua o parafina) a añadirse (ver tabla 3) y el volumen total de la muestra (100 ml).

Por ejemplo:

$$\begin{array}{l} Ad \cdot X_E + X_E = V_{TM} \\ 0,20 \cdot X_E + X_E = 0,1L \\ \Rightarrow X_E = 0,083L \end{array}$$

Donde Ad es la fracción de aditivo a ser agregado en la muestra siendo en este ejemplo igual a 20%,  $X_E$  el volumen de emulsión requerido y  $V_{TM}$  el volumen total de la muestra, siendo este valor igual a 100ml o 0,1L para todas las pruebas.

- Activar el baño térmico y seleccionar en el panel de control del mismo la temperatura a la que se desea mantener la emulsión. Esperar aproximadamente 5 minutos para que el baño de calentamiento se encuentre cerca de la temperatura seleccionada.
- Agregar el volumen de emulsión calculado en el paso anterior al reactor
- Agregar el aditivo al reactor hasta el aforo del reactor de 100 ml.
- Introducir el eje de mezclado y encender el motor de mezclado.
- Tener cuidado que los alabes del eje de mezclado no choquen con las paredes del reactor para evitar fracturas de las mismas.
- Llevar la velocidad del motor de mezclado hasta 500 rpm. Esta velocidad, luego de pruebas preliminares, se consideró adecuada para garantizar el mezclado total de la muestra en 10 min.
- Revisar que la temperatura de la mezcla es la deseada con una termocupla.

### **Deshidratación Electrostática**

- Luego de la preparación de la muestra remover el mezclador del reactor para dejar libre la boca del mismo. Tener cuidado al manejar el reactor pues podría estar caliente y ocasionar quemaduras.
- En la boca del reactor colocar el tapón de goma que contiene los electrodos removibles para la aplicación del campo eléctrico.
- Verificar que los electrodos queden sumergidos dos tercios de su longitud y que su extremo inferior quede por encima de la mitad de la altura del reactor. Se debe tomar en cuenta siempre el contenido de agua de la muestra, para asegurar que los electrodos nunca queden sumergidos en ésta durante la aplicación del campo eléctrico para evitar corto circuito.
- Encender la fuente de poder de voltaje DC y con la perilla de regulación de voltaje colocarlo en el valor deseado por un tiempo predeterminado.
- Tomar nota del voltaje aplicado a la muestra durante este tiempo.
- Luego del tiempo de aplicación del campo eléctrico, apagar la fuente de poder y remover los electrodos de la boca de reactor.
- Trasvasar la muestra a un cilindro graduado o tubos de centrifuga, según sea el requerimiento de la prueba.

## **CAPÍTULO IV**

### **ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS**

En esta sección se describen y analizan los resultados obtenidos con las pruebas realizadas en L.S.M. con la finalidad de alcanzar los objetivos propuestos en la presente investigación.

#### **Efecto de la relación de fases agua aceite**

Para la medición del efecto de la relación de fases sobre las emulsiones en estudio se realizaron diferentes pruebas. Las primeras se hicieron variando la cantidad de fase acuosa y las segundas variando la fase orgánica. Este grupo de experimentos se llevaron a cabo tanto en presencia como en ausencia de campo eléctrico, todas a temperatura constante.

En la variación de la cantidad de fase acuosa no se observó cambio aparente en la estabilidad de la emulsión al no poderse ver aglomeración ni coalescencia de partículas de la fase dispersa. La presencia del campo eléctrico para estas pruebas no dio muestras de ejercer algún efecto acelerador de la coalescencia de las gotas de agua, por no haberse observado ningún cambio en las fases de las muestras durante su aplicación.

Durante el sometimiento de las muestras a la deshidratación electrostática se observó en la pantalla de la fuente de poder de alto voltaje una caída del potencial electrostático aplicado a la emulsión, lo cual mostró tener una relación directa con la cantidad de agua presente como fase dispersa.

El mismo resultado de invariabilidad de la estabilidad en las emulsiones estudiadas se observó al realizar la variación de la cantidad de fase orgánica. Sin embargo, se consiguió aplicar a la emulsión un voltaje cada vez más alto a medida que aumentaba la concentración de fase orgánica en la muestra.

La diferencia de viscosidad de las tres fosas estudiadas es una propiedad importante que influye de manera importante en la estabilidad de la emulsión, tal y como se discute más adelante. Los valores de viscosidad a 65 °C para distintas velocidades de corte se muestran en la siguiente figura 24, pudiéndose notar claramente el comportamiento de fluido pseudoplástico de las emulsiones al presentar una disminución de la viscosidad con un aumento en la velocidad de corte o gradiente de deformación.

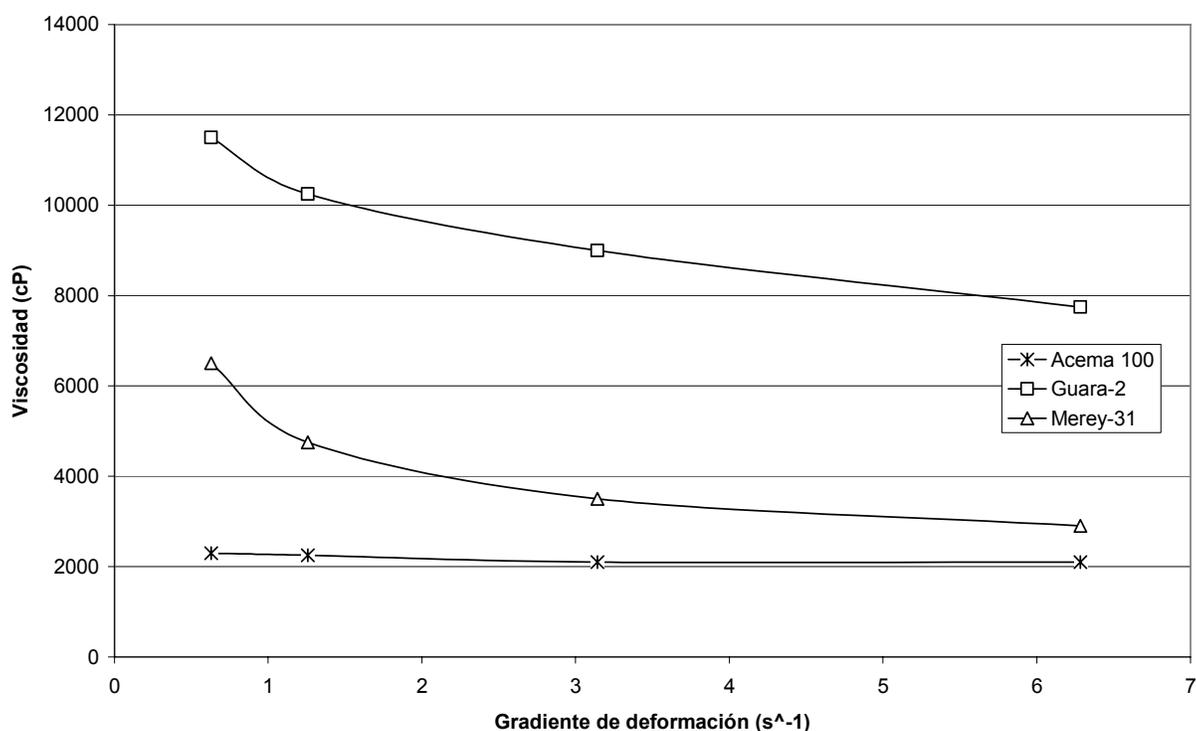


Figura 24. Viscosidad de las emulsiones a 65°C [Guerra, M. 2006]

A continuación se muestra el valor de voltaje promedio que fue posible aplicar en 30 minutos a las muestras de la fosa de Acema-100 para distintas

composiciones de fase acuosa y orgánica, con temperatura constante en 60 °C como variable de formulación. Este voltaje promedio es el promedio simple del valor de voltaje más estable en los primeros 15 minutos de aplicación del campo, según el tiempo de permanencia de tal número en la pantalla de la fuente de poder, y el valor de voltaje al cual la fuente de poder tendía a estabilizarse en los últimos 15 min de la muestra en el deshidratador electrostático. El intervalo de 15 min para la medición del voltaje es consecuencia de pruebas preliminares las cuales indicaron que las muestras tienen la tendencia a estabilizarse alrededor de un valor de voltaje para esos tiempos de aplicación del campo, especialmente en las emulsiones de las fosas de Acema-100 y Merrey-31.

Es importante mencionar que el voltaje aplicado a las emulsiones tuvo un valor muy poco estable, presentándose en algunas oportunidades valores iniciales altos pero luego de algunos minutos, a veces segundos, disminuía de manera súbita a valores muy bajos e incluso nulos de voltaje. Sin embargo, la supresión del voltaje tampoco se mantuvo constante, pudiéndose continuar con la aplicación del mismo luego que de alguna manera desapareciera el fenómeno de percolación que generaba el cortocircuito durante los treinta minutos del proceso de deshidratación electrostática.

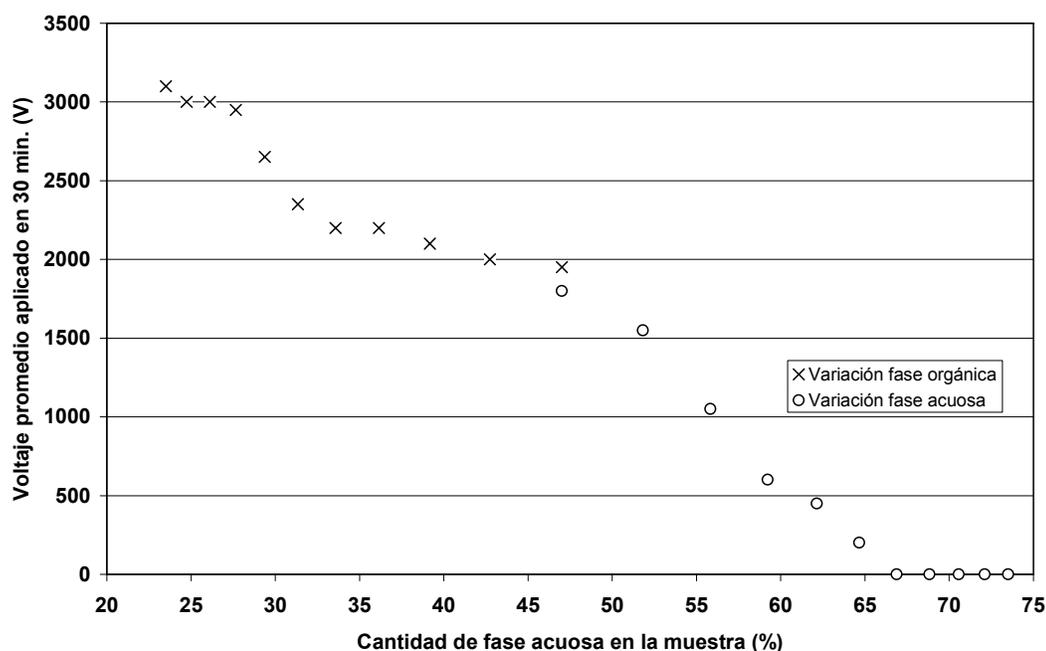


Figura 25. Aplicación del campo eléctrico a muestras de Fosa Acema-100 variando la relación de fases a 60 °C.

En la figura N° 25 se puede apreciar que a la emulsión se le pudo aplicar un voltaje promedio alrededor de los 3000 V para un 24% de agua en la muestra y que existe una diferencia notable entre el valor del voltaje al aplicar el campo eléctrico para la variación fase orgánica y acuosa. Este comportamiento está relacionado con la cantidad de agua presente en la emulsión, ya que en presencia del campo eléctrico las gotas de agua se organizan en forma de cadena entre los dos electrodos que se encuentran sumergidos en la muestra produciendo un cortocircuito. La fuente de poder de alto voltaje responde a la presencia del cortocircuito con una disminución del voltaje como medida de seguridad del equipo, ya que éste opera con intensidad de corriente constante. Al aumentar la fracción de fase acuosa que se encuentra dispersa en la emulsión se acentúa el comportamiento antes descrito, tal y como se puede observar en la gráfica de la variación de la fase acuosa en la figura 25, donde a 60 °C el valor máximo de voltaje fue de solo 1800 V y luego de una composición 62% de agua en la emulsión existe la tendencia de suprimir totalmente la aplicación del campo. Sin embargo, el aumento de la fase orgánica permite el incremento en el

valor del voltaje aplicado a la muestra, lo cual se debe a la presencia de una mayor cantidad de fase orgánica que posee una conductividad mucho menor en comparación con la del agua, disminuyendo la ocurrencia del fenómeno de cortocircuito por la presencia de las cadenas de gotas de agua.

Para las muestras provenientes de las otras dos fosas Guara-2 y Merey-31, la tendencia del voltaje promedio aplicado tiene un comportamiento análogo al de la fosa Acema-100 para la modificación de ambas fases a 60 °C. Este comportamiento es un aumento prácticamente lineal a medida que se incrementa el contenido de fase orgánica en la muestra y disminución hasta supresión del campo para un mayor contenido de fase acuosa dispersa, tal y como se puede apreciar en las figuras 26 y 27.

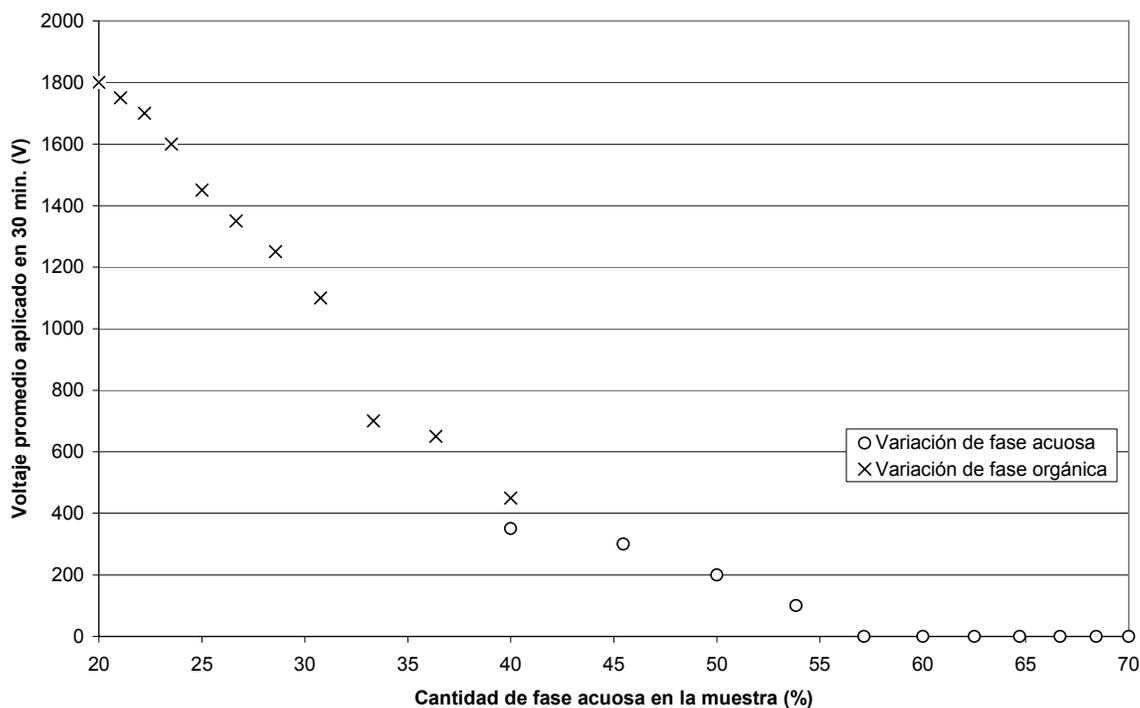


Figura 26. Aplicación del campo eléctrico a muestras de Fosa Guara-2 variando la relación de fases a 60 °C.

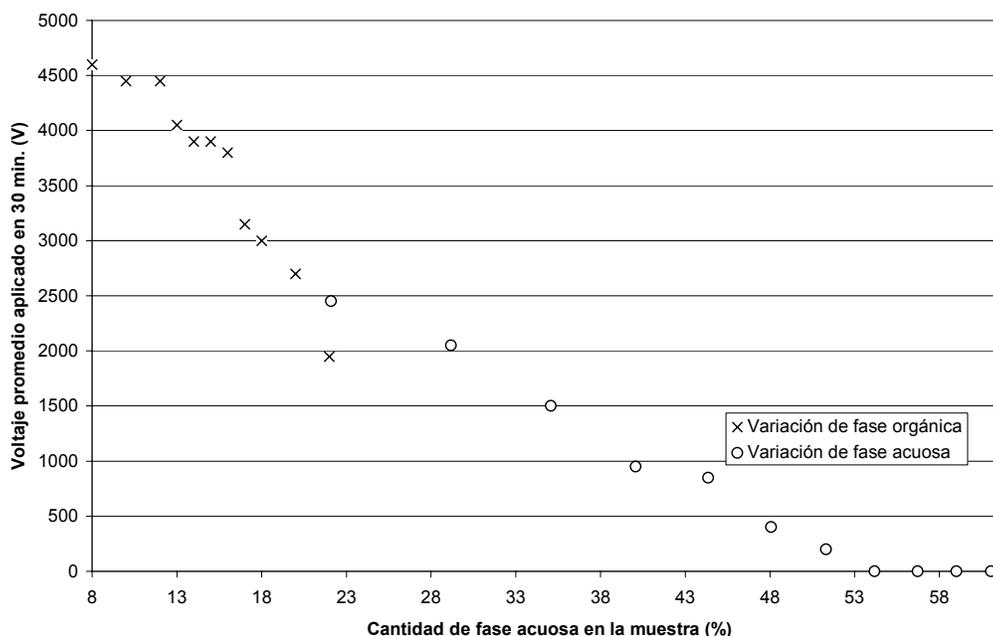


Figura 27. Aplicación del campo eléctrico a muestras de Fosa Merrey-31 variando la relación de fases a 60 °C.

Haciendo una comparación respecto al voltaje promedio aplicado en las muestras de las tres fosas para un aumento en la cantidad de agua dispersa, se puede observar en la figura 28 que las emulsiones provenientes de Acema-100, en el rango de 47% a 61% de agua en la muestra, obtuvo un valor de voltaje aplicado mayor respecto a las otras dos fosas, Guara-2 y Merrey-31. Las muestras con mayor contenido de agua provienen de la fosa Acema-100 con un 47% de agua original en la emulsión, sin embargo el hecho de haber obtenido una mejor y más alta descarga de voltaje se relaciona al efecto de la viscosidad. Las emulsiones provenientes de la fosa Acema-100 son menos viscosa que las de Guara-2 y Merrey-31; por lo tanto, en el momento de aplicación del campo eléctrico para la deshidratación electrostática las gotas polarizadas que colisionan y coalescen tienen menor impedimento para su sedimentación y salir de la zona de acción del campo. Este fenómeno, a causa de una menor viscosidad, disminuye el problema de percolación en los electrodos y permite la aplicación de un campo eléctrico más estable en el tiempo.

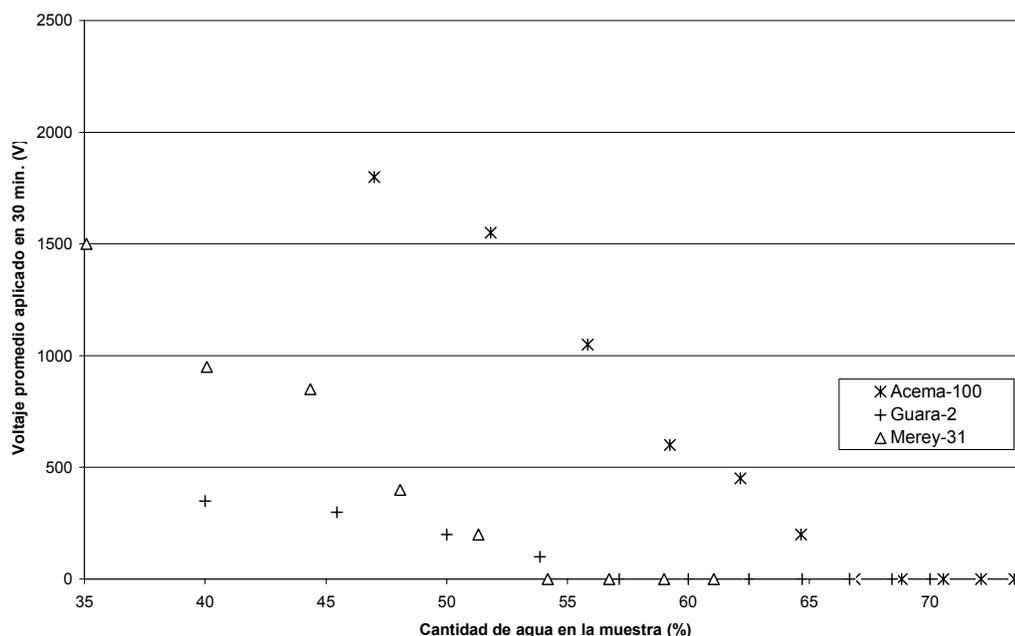


Figura 28. Aplicación del campo eléctrico a muestras de las fosas Acema-100, Guara-2 y Merrey 31 a distintas composiciones de fase acuosa a 60 °C.

Es importante mencionar el comportamiento de la emulsión de Guara-2, la cual desde un contenido de agua en la emulsión de 57% ejerció una supresión total del voltaje, incluso teniendo un contenido de agua original, menor que el de Acema-100, de un 40%. En este caso, la baja aceptación de voltaje de estas muestras se debe a la naturaleza de la emulsión: alta viscosidad y presencia de agua libre. Las muestras provenientes de la fosa Guara-2 presentan la particularidad de poseer agua separada de la emulsión en el seno de la misma, formando bolsas de agua que son evidentes al trabajar con estas muestras. La presencia de estas bolsas facilita la aparición de corto circuito durante la deshidratación electrostática, además de no ocurrir la sedimentación de las mismas por la alta viscosidad de la fase continua en estas emulsiones.

El grupo de muestras de la fosa Merrey-31 posee el valor máximo de voltaje promedio aplicado alrededor de los 2500V pero para bajo contenido de fase dispersa y suprime la aplicación del campo eléctrico a partir un 54% de contenido de agua.

Este comportamiento es predecible debido a que las emulsiones de esta fosa posee el menor contenido de agua original, lo cual facilita la incorporación de agua a la emulsión y la aplicación del campo eléctrico.

La tendencia del comportamiento de las emulsiones cuando la fracción de fase orgánica es modificada se muestra a continuación. Para este grupo de pruebas se utilizó una parafina con una gravedad específica de 0,851 a 23 °C y viscosidad dinámica de 62,310 cP a la misma temperatura e igualmente se mantuvo la Temperatura como variable de formulación constante en 60°C.

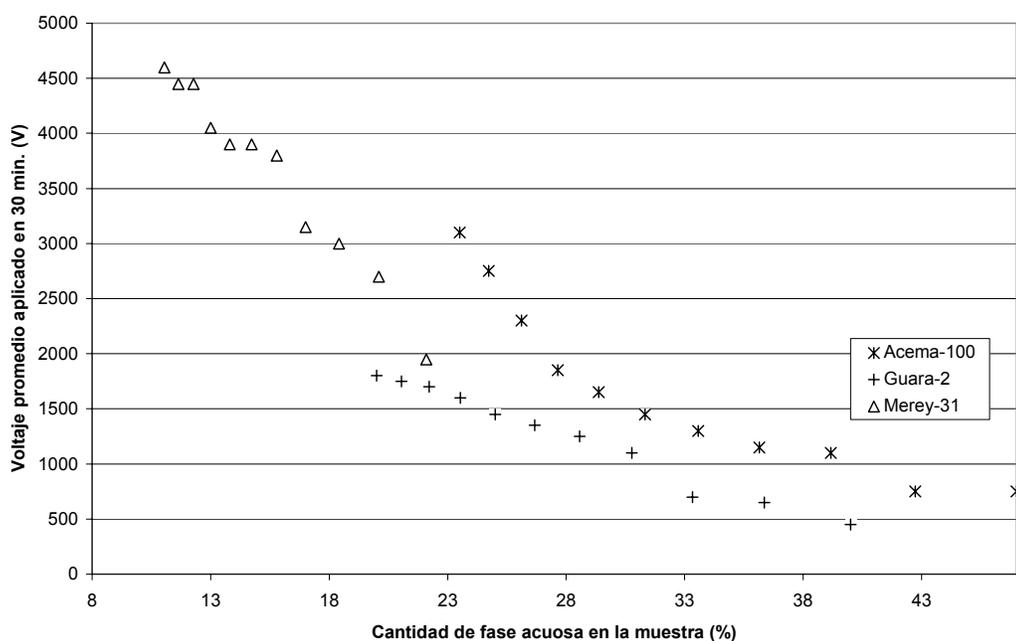


Figura 29. Aplicación del campo eléctrico a muestras de las fosas Acema-100, Guara-2 y Merrey 31 a distintas composiciones de fase orgánica a 60 °C.

En el caso de aumento de la fase orgánica, las muestras de las tres fosas presentan un incremento en el valor del voltaje promedio aplicado a medida que las emulsiones poseen un mayor contenido de fase continua. En la figura 29 es posible observar que la tendencia de la fosa Acema-100, en el rango de 23 a 43% de fase acuosa en la emulsión, es la de permitir la aplicación de un voltaje mayor en la deshidratación electrostática que las emulsiones de Merrey-31 y Guara-2. Esto se

debe a la facilidad que poseen las gotas de agua dispersas en la emulsión de Acema-100 de moverse, sedimentarse o escurrirse por la baja viscosidad de las emulsiones de esta fosa.

En este grupo de pruebas, aunque se logra aplicar un voltaje mucho mayor y estable que en las de agregación de agua, además de una disminución de la viscosidad de las muestras por la dilución de la fase orgánica en la parafina, no se logra observar coalescencia o sedimentación de gotas después de la aplicación del proceso de deshidratación electrostática; por lo tanto, no se puede dar alguna reseña de la variación en la estabilidad de la emulsiones. Sin embargo, el efecto del campo eléctrico sobre las partículas en la fase dispersa debe existir en algún grado, en el seno de la muestra, para que se genere el ordenamiento de gotas entre los electrodos y produzca la caída de voltaje por cortocircuito.

### **Efecto de la temperatura**

Las pruebas a las muestras de las fosas, antes mencionadas, fueron realizadas para una temperatura constante de 60, 80 y 100 °C. Estas temperaturas fueron seleccionadas después de varias pruebas preliminares que evidenciaron el problema de mezclado de las muestras con la fracción de agua o parafina requeridas. Con temperaturas por debajo de los 50 °C se dificulta la agregación de agua o parafina a la muestra. Cabe destacar, que no es posible con este grupo de pruebas describir algún cambio en la estabilidad de las emulsiones. No se observó coalescencia o sedimentación de gotas de agua durante su ejecución.

En general, el aumento de la temperatura en las pruebas con las emulsiones tuvo un efecto análogo al efecto de la dilución de éstas en cierta porción de parafina, debido a la disminución evidente de la viscosidad. Estos resultados se comparan y analizan a continuación.

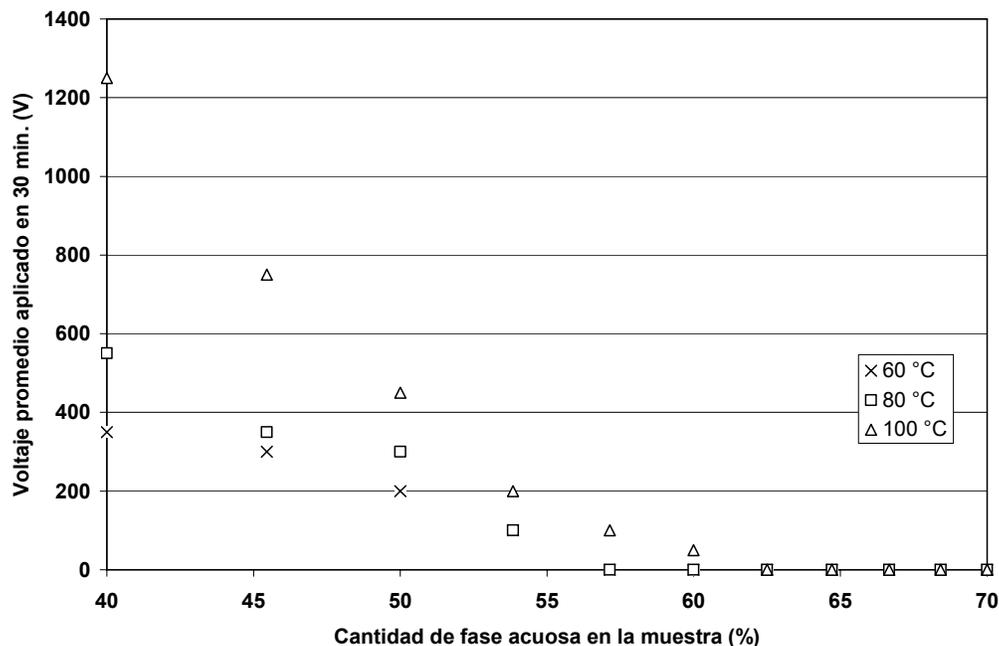


Figura 30.. Barrido de la fracción de fase acuosa a diferentes Temperaturas. Voltaje promedio aplicado a emulsiones de la fosa Guara-2

Las muestras de la fosa Guara-2 tuvieron la tendencia, con el aumento de la temperatura y disminución de la viscosidad, de aceptar un voltaje mayor. Tal y como se puede observar en la figura 30 para una temperatura de 100 °C estas muestras recibieron un voltaje promedio mayor que para una temperatura de 80° o de 60°. Esto ocurre debido a que el agua libre, característica de las emulsiones de esta fosa en particular, tiende a incorporarse en cierto grado a la emulsión con el aumento de temperatura y la fracción de agua agregada igualmente se incorpora con mucha mayor facilidad, lo cual disminuye la ocurrencia del fenómeno de percolación y permite la aplicación de un campo eléctrico más estable a estas muestras. Aunque el fenómeno descrito anteriormente claramente favorece la aplicación del campo eléctrico, el voltaje promedio máximo que se pudo aplicar estuvo alrededor de los 1200 V para 40% de agua a 100 °C, siendo este valor de voltaje relativamente bajo para promover la coalescencia de las gotas en la fase dispersa de una forma efectiva en una muestra de 100ml y con dos centímetros de separación en los electrodos.

Las muestras de la misma fosa ante el incremento de la fracción de fase orgánica con la adición de parafina y el incremento de la temperatura, tienden a recibir de mejor manera la aplicación del campo eléctrico, tal y como se puede observar en la figura 31. Esta tendencia además de ocurrir por la disminución de la cantidad de agua en la muestra, también se ve ayudada por la disminución de la viscosidad, lo que facilita la sedimentación o escurrimiento de las gotas de agua coalescidas u organizadas entre los electrodos o en la superficie de éstos al aplicar el campo electrostático a la emulsión.

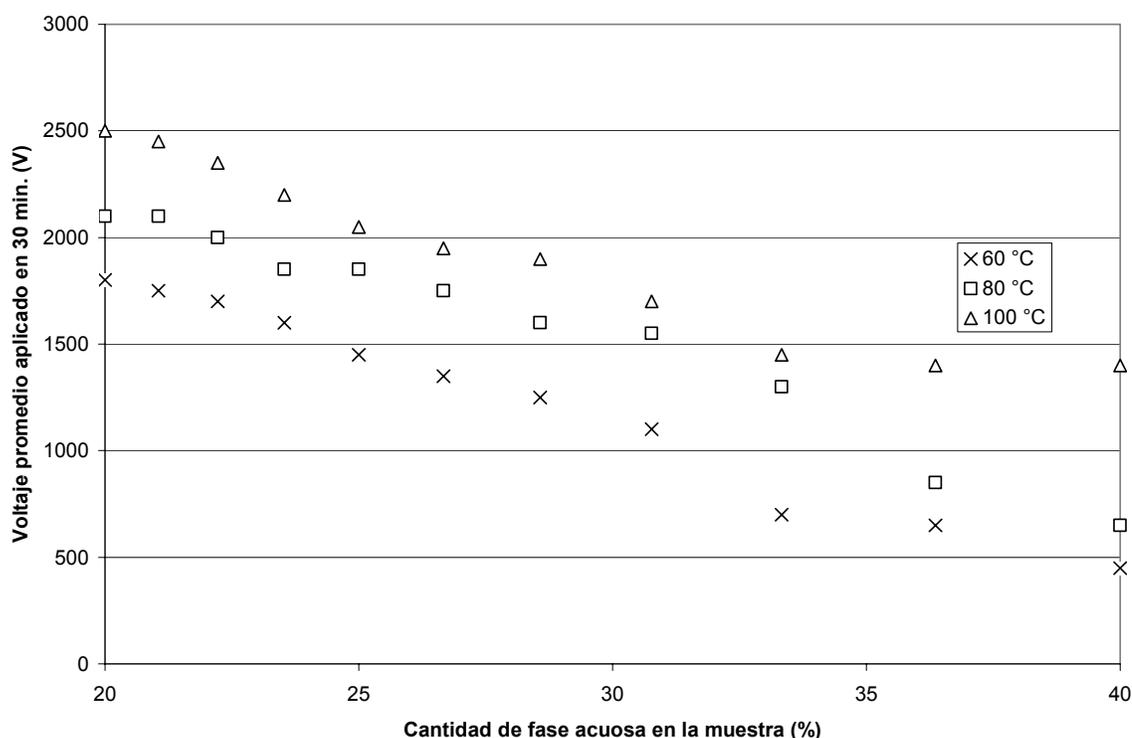


Figura 31. Voltaje promedio aplicado a emulsiones de la fosa Guara-2. Barrido de la fracción de fase orgánica a diferentes Temperaturas.

La figura 31 también deja ver que existe una relación directa entre la cantidad de agua en la emulsión y el voltaje que es posible aplicar en ella. Además, también se evidencia que una disminución de la viscosidad con el aumento de la temperatura de la muestra produce un efecto favorable para el proceso de deshidratación

electrostática disminuyendo el fenómeno de percolación. El máximo voltaje aplicado a las muestras de Guara-2 fue de 2500 V para un 20% de agua en la muestra a 100°C. El voltaje observado en la pantalla de la fuente de poder para concentraciones de fase orgánica superior a un 70% fue bastante estable, produciéndose pocos cambios de este valor en el tiempo.

Se puede decir que para las muestras provenientes de la fosa Guara-2, la dilución de la fase continua en parafina favorece notablemente el proceso de deshidratación electrostática permitiendo que la emulsión reciba una descarga de campo eléctrico alto y uniforme. De forma contraria, en el proceso de agregación de agua a la emulsión se observa un rechazo evidente de la muestra a la incorporación de mayor cantidad de fase dispersa, formándose entonces pequeñas bolsas de agua en el seno de la misma en vez de dispersarse en gotas pequeñas en ella.

Las muestras con mejor aceptación de la aplicación del campo eléctrico para estas pruebas a tres temperaturas diferentes fueron las provenientes de la fosa Merey-31. En la figura 32 se puede apreciar una comparación de las tres fosas con cambio tanto en la fracción de fase orgánica como en la fracción de fase acuosa para la temperatura de trabajo intermedia de 80 °C, donde se evidencia que para las muestras de la fosa Merey-31 se obtuvo un voltaje máximo de 5200 V en una emulsión con un 89% de fase orgánica. Es importante mencionar que tanto en las pruebas de agregación de agua como las de dilución en parafina son las muestras de la fosa Acema-100 las que desempeñan una mejor aceptación del campo, reflejándose nuevamente la importancia de la densidad para contrarrestar el fenómeno de percolación.

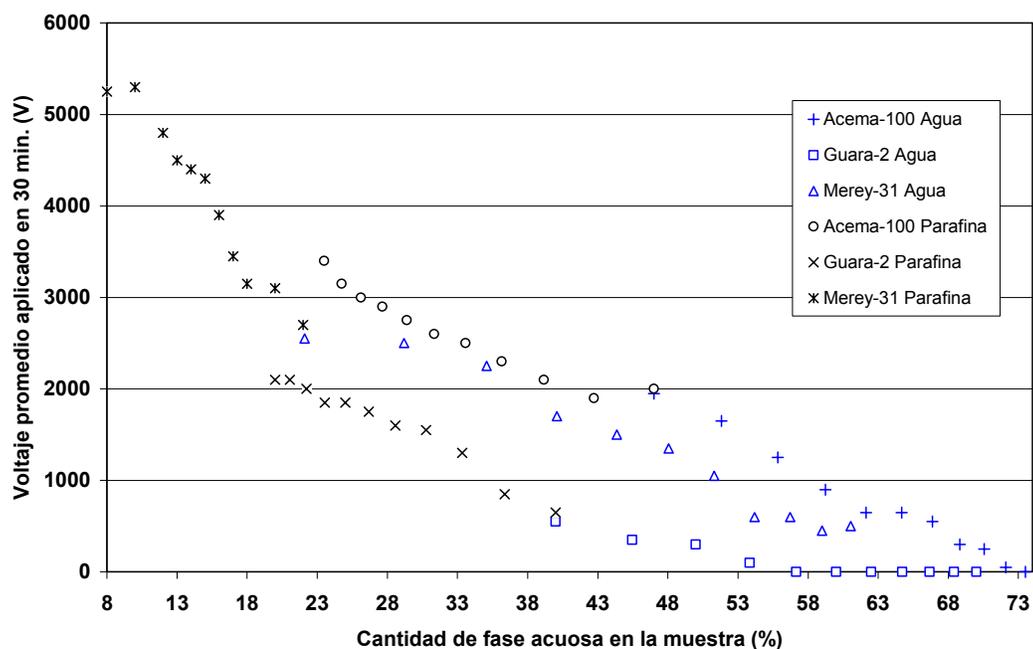


Figura 32. Voltaje promedio aplicado a emulsiones de las fosas Acema 100, Guara-2 y Merey-31. Barrido de la fracción de fase orgánica y acuosa a 80 °C.

Las muestras de la fosa Guara-2 tienen un mejoramiento en la aceptación del campo eléctrico cuando se disminuye la fracción de fase acuosa y se diluye la fase continua en la parafina obteniendo en este caso para 80 °C, como se puede ver en la figura 32, un voltaje máximo superior a los 2000 V para un contenido de fase orgánica de 80% del volumen total de la muestra.

### Desestabilización de las emulsiones

En las experiencias antes descritas se esperaba cierto grado de desestabilización de las emulsiones como consecuencia del cambio de la fracción de fase dispersa y continua en las muestras. Además, se esperaba que la manipulación de la temperatura como variable de formulación favoreciera este proceso de desestabilización, el cual debió darse de manera relativamente rápida con la aplicación del campo eléctrico. Sin embargo, en ninguna de las experiencias se pudo observar separación de las fases, aglomeración o sedimentación de las gotas de agua

que conforman la fase dispersa. Estos hechos dejaron ver de manera clara el alto grado de estabilidad que poseen las emulsiones provenientes de las fosas en estudio y el problema existente con la formación de cadenas de agua entre los electrodos en el proceso de deshidratación electrostática, promoviendo al mismo tiempo el interés en la búsqueda de métodos de separación mecánicos o químicos alternativos para la disminución de la estabilidad en las muestras y obtener resultados en la separación de las fases de las mismas. Motivo por el cual se describe a continuación el trabajo realizado para tal fin.

### **Filtración**

La presencia de partículas sólidas en las muestras de las fosas puede entenderse como una suspensión y estando en diámetros pequeños puede provocar una mayor estabilidad a la emulsión que las contiene. Este criterio va acorde con lo expuesto por Marfisi (2004) quien afirma que los “sólidos finamente divididos, tales como arena, arcilla, esquistos, lodos de perforación, incrustaciones minerales y productos de la corrosión pueden ser agentes emulsionantes”. Análogamente, Zúñiga y Padrón. (2005) mencionan en la sección de estabilidad de las suspensiones en su trabajo de grado que “una consecuencia de las partículas con tamaños pequeños en muchas suspensiones, es un aumento de la estabilidad”.

Tomando lo anterior como premisa y teniendo en conocimiento la presencia de partículas sólidas en las emulsiones trabajadas, se procedió a aplicar un proceso de filtración al vacío a un grupo de muestras con la finalidad de reducir el contenido de sólidos. Este proceso de filtrado se efectuó con tres muestras de la fosa Merey-31 (contenido de sólidos:  $0,59\% V_{\text{sólido}}/V_{\text{Total}}$ ), las cuales poseían 30, 40 y 50 por ciento de parafina para un total de 100ml de muestra, con la finalidad de disminuir su viscosidad y hacer posible la filtración. Las muestras se hicieron pasar por una tela de filtro con código V-23-1021-SK 060 de la empresa ZBF. La empresa ZBF ahora llamada SEFAR renombró este tipo de mallas de filtrado bajo el código 07-4,0-TR

que corresponde a telas de filtro con un tamaño de poro entre  $1\mu\text{m}$  a  $100\mu\text{m}$  y hechas de una fibra de poliamida.

Luego del proceso de filtrado, las muestras fueron llevadas al equipo de deshidratación electrostática por un tiempo de 30 minutos, donde se pudo observar en la pantalla de la fuente de poder una inestabilidad permanente en el valor del voltaje aplicado a las emulsiones durante este tiempo. Además, no se observó cambio alguno de las fases, aglomeración de gotas de agua o sedimentación de las mismas. Este comportamiento pudo haberse generado por la disminución del tamaño de las gotas de agua que conforman la fase dispersa debido al proceso de filtrado, lo cual genera una disminución de la distancia que las separa y facilita la ordenación de cadenas entre los electrodos produciendo el fenómeno de percolación.

El proceso de filtrado, aunque disminuye el contenido de sólidos que pudiesen colaborar con la estabilidad de la emulsión, puede producir la disminución del tamaño de las gotas de agua en la fase dispersa, según lo exponen Donis y Ricaurte (2005) en su trabajo especial de grado sobre deshidratación del crudo Slop, lo cual tiene un efecto opuesto al buscado, ya que las emulsiones tienden a ser más estables cuando su fase dispersa posee partículas más pequeñas. Sin embargo, para poder afirmar que éste fue el efecto generado por el proceso de filtrado se hace necesario el uso de la técnica de microscopía óptica para determinar el tamaño de las gotas de agua en la emulsión antes y después de la filtración. Estas pruebas de microscopía no pudieron llevarse a cabo por no encontrarse el microscopio del LSM en funcionamiento para el momento de ejecución de las pruebas.

### **Precipitación de asfaltenos**

Los asfaltenos presentes en las emulsiones de agua en aceite pueden ser agentes estabilizantes por encontrarse adsorbidos en la interfase. Algunos estudios que respaldan este criterio son los siguientes:

Malean y Kilpatrick (1997a,b): "...el mecanismo dominante por el cual las emulsiones de agua en crudo son estabilizadas es mediante la formación de una película viscoelástica de agregados de asfaltenos en la interfase crudo-agua".

Yan et al. (1999): "...los asfaltenos y sólidos finos son los principales agentes estabilizadores de las emulsiones W/O, los cuales pueden hacerlo de manera independiente".

Teniendo presente el efecto estabilizador de los asfaltenos en la interfase crudo-agua se procedió a precipitarlos en tres emulsiones de la fosa Merey-31 siguiendo el procedimiento utilizado por Marfisi (2004) para el desasfaltado de un crudo, el cual se explica en el apéndice A, obteniéndose para la fosa Merey-31 un 19% p/p de asfaltenos en la muestra.

El producto de este proceso es una emulsión de agua en crudo desasfaltada con fase continua disuelta en n-heptano. Este filtrado se sometió al proceso de deshidratación electrostática y se mantuvo en observación por 48 horas, no pudiéndose observar ningún cambio en la estabilidad de las muestras. Por lo tanto, se puede decir que la influencia de los asfaltenos en la estabilidad de la emulsión debido a su adsorción en la interfase crudo/agua es relativamente baja, ya que luego de estas pruebas no hubo presencia aparente de aglomeración, coalescencia o sedimentación de las partículas de la fase dispersa.

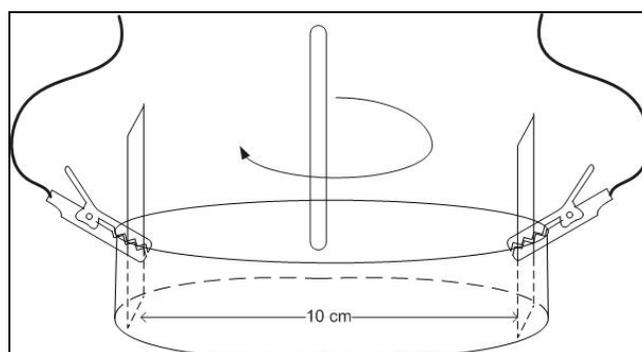
### **Electrocoalescencia y mezclado**

El problema principal observado durante el proceso de deshidratación electrostática fue la presencia del fenómeno de percolación en los electrodos. Generando dicho fenómeno la aplicación de un valor de campo eléctrico bajo o nulo, disminuyendo así la eficiencia de este proceso. Sin embargo, la presencia de las cadenas de gotas de agua entre los electrodos es evidencia de la acción del campo en las partículas de la fase dispersa; debido a esto se puede pensar que existe cierto grado de coalescencia de las gotas de agua en el seno de la emulsión, las cuales se reordenan para producir la percolación y no pueden ser observadas a simple vista, por su tamaño aún microscópico y por la coloración oscura de las muestras de las fosas.

Con el objetivo de observar la posible existencia de acumulación de gotas de agua en el seno de la emulsión durante la aplicación del campo eléctrico se realizaron un par de pruebas, con muestras de las fosas Acema-100 y Merey-31, durante las cuales se llevó a cabo un mezclado manual en la muestra mientras se aplicaba el campo eléctrico. En primer lugar 30 ml de muestra fueron colocados en una cápsula de Petri, la cual se encontraba sobre una plancha de calentamiento que mantenía la muestra a 60 °C, los electrodos para la descarga del campo eléctrico se fijaron a extremos opuestos de la cápsula y el mezclado se hizo con una varilla de vidrio en el centro de la muestra, evitando con este mezclado la formación de las cadenas de gotas de agua que generan la percolación.

Con este procedimiento se consiguió la aplicación de un campo eléctrico más estable con un valor cercano a 3000 y 3500 voltios para las muestras de las fosas Acema-100 y Merey-31; respectivamente. Además de ser estos valores de voltaje más estables, también son más altos en comparación con las pruebas antes realizadas donde la emulsión de Acema-100 permitió una descarga de campo de 1800V y la de Merey-31 de 2450V. Sin embargo, este voltaje se mantuvo estable durante aproximadamente 5 minutos, disminuyendo considerablemente luego de este tiempo

a causa de la concentración de gotas de agua claramente visibles entre los electrodos. Seguidamente, se succionó con una jeringa el agua acumulada entre los electrodos, incrementando esta acción el valor del voltaje. Este procedimiento se realizó por 15 minutos. Para este tiempo ya no se observó acumulación de gotas de agua entre los electrodos y se pudo recolectar 3,1 ml de agua para Acema-100 (22% del agua total) y 0,9 ml de agua para las emulsiones de Mere-31 (13,6% del agua total).



**Figura 33. Montaje para el mezclado manual durante la aplicación del campo eléctrico.**

El mezclado manual durante la aplicación del campo eléctrico hizo posible la disminución de la ocurrencia del fenómeno de percolación y la observación del agua acumulada en el seno de la emulsión y entre los electrodos, lo cual demuestra la efectividad del proceso de deshidratación electrostática y establece la viscosidad de la muestra y la percolación como dos de las barreras principales a vencer para obtener la separación de las fases. Debe tomarse muy en cuenta el hecho de que para estas pruebas la separación de los electrodos fue de 10 cm. como se observa en la figura 33, lo cual ocasiona que la muestra reciba un valor menor de voltaje por centímetro; sin embargo, el resultado obtenido fue satisfactorio para el objetivo buscado.

### **Centrifugación**

Los resultados obtenidos en las pruebas de deshidratación electrostática y mezclado manual promovieron la idea de aplicar un método de separación mecánico que ayudase en el proceso de sedimentación de las gotas coalescidas en el seno de la emulsión, escogiéndose la centrifugación para este fin.

En este trabajo se deseaba encontrar una vía para comprobar la existencia de la coalescencia y, por lo tanto, desestabilización de las emulsiones, utilizando la metodología originalmente planteada combinando los beneficios proporcionados por distintos procesos: 1) la deshidratación electrostática, actuando como acelerador del proceso de coalescencia y posible fuerza desestabilizadora. 2) La fuerza centrífuga, proporcionando a las gotas de agua coalescidas la suficiente fuerza para sedimentar. 3) Aumento de temperatura, disminuyendo la viscosidad de la fase continua y favoreciendo el proceso de centrifugado.

Este grupo de pruebas se realizaron de igual manera que las pruebas de relación de fases agua-crudo antes descritas, variando la fase acuosa y la fase orgánica y aplicando el campo eléctrico por 30 minutos, e igualmente manteniendo la temperatura constante para tres casos, 60, 80 y 100 °C. Sin embargo, luego de la aplicación del campo eléctrico no se dio por terminada la prueba, en cambio se sometió la muestra a la acción de la fuerza centrífuga por 30 min. a 2700rpm.

Para introducir las muestras en la centrifugadora, éstas se trasvasaron a tubos de centrifuga aforados, los cuales fueron introducidos en las bases metálicas que se acoplan a los brazos internos de la máquina para su operación. Debido a que la centrifugadora no posee sistema térmico para el control de la temperatura, las bases metálicas que contienen los tubos con las emulsiones se precalentaron en una estufa a 100 grados Celsius con la finalidad de evitar una disminución brusca de la temperatura en las muestras durante la centrifugación.

Es muy importante mencionar que los resultados obtenidos con este procedimiento sólo pueden ser tomados como la tendencia que pueden tener estas emulsiones en la separación de sus fases, ya que durante la ejecución de los experimentos, luego de la centrifugación, se observó la presencia de gotas de agua aún atrapadas en el seno de la emulsión, las cuales no pudieron ser contabilizadas para los resultados que aquí se presentan. La permanencia de gotas de agua en el seno de la emulsión, incluso después de la centrifugación, puede deberse a un aumento de la viscosidad de la emulsión como consecuencia de la disminución de la temperatura durante el centrifugado, debido a que las muestras se encontraban a temperatura ambiente, aproximadamente 23 °C, luego de este proceso.

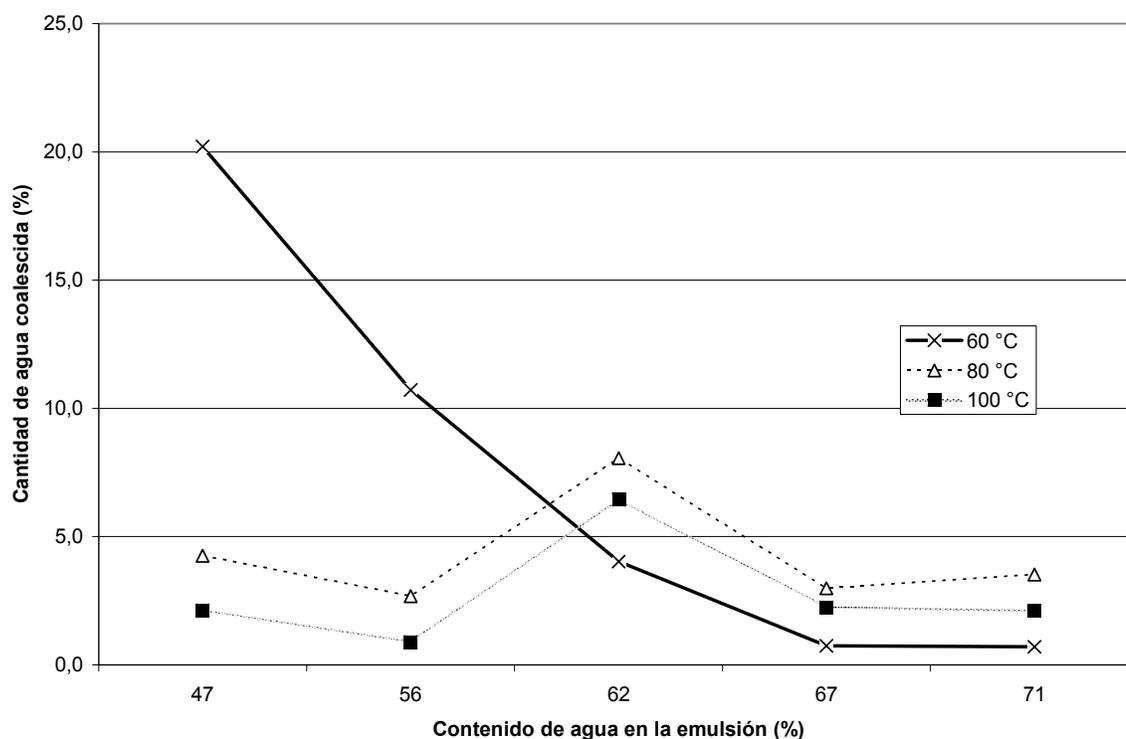
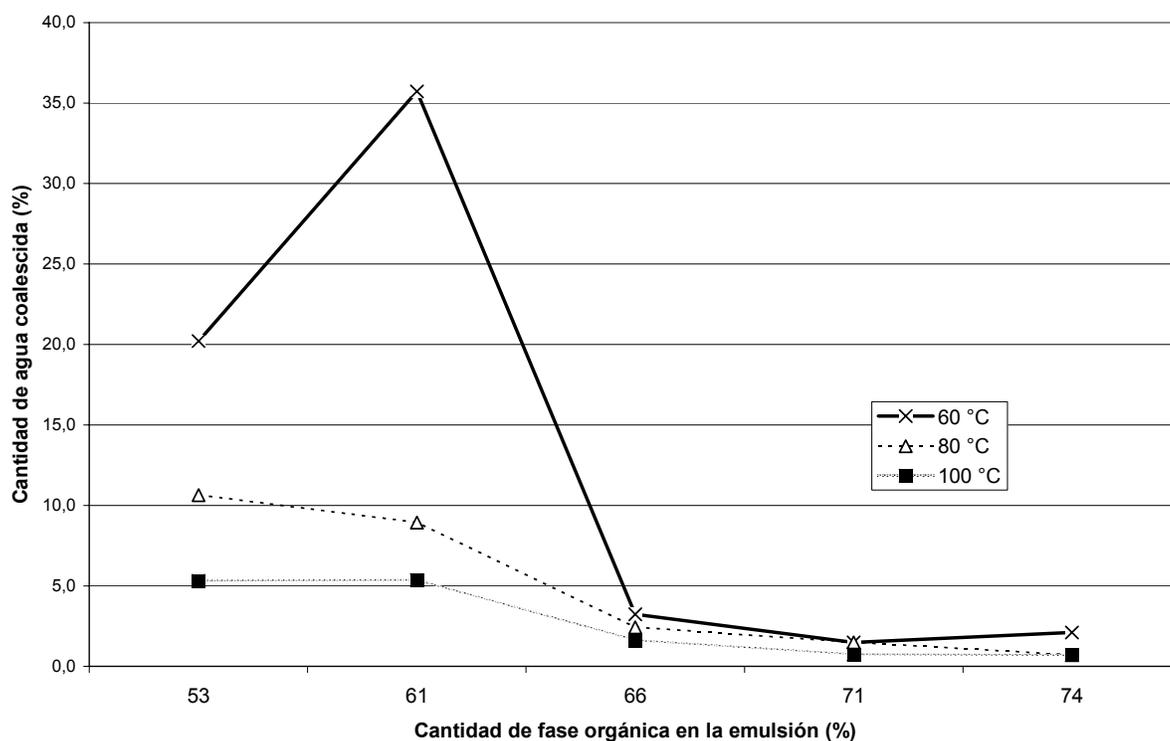


Figura 34. Porcentaje de agua separada por centrifugación de las muestras de la Fosa Acema-100 para el caso de agregación de agua.

Los resultados de la cantidad de agua separada luego de la centrifugación se exponen en la figura 34 para las muestras de la fosa Acema-100, para la agregación

de agua a la emulsión en las tres temperaturas de trabajo. En la figura se puede observar que las emulsiones provenientes de esta fosa presentaron un mayor porcentaje de agua separada, cercano al 20% del agua total, para un contenido de agua del 47% a 60 °C. y un máximo de 8,1% y 6,5% de agua separada para las temperaturas de 80 y 100 °C, respectivamente. Este resultado contradice el criterio que establece que un aumento en la temperatura favorece la sedimentación de las gotas bajo la fuerza centrífuga debido a la disminución de la viscosidad. Sin embargo, esto ocurre sólo si en la etapa de deshidratación electrostática de la muestra coalescen suficientes gotas que se puedan sedimentar. Esto indica que el aumento de la temperatura tiene un efecto estabilizador en la emulsión, quizás por la presencia de surfactantes aniónicos en la muestra que aumentan su afinidad al mismo tiempo que aumenta la temperatura. Además, el aumento en el contenido de agua de la emulsión afecta el proceso de aplicación del campo eléctrico provocando una disminución en el porcentaje de agua coalescida, tal y como se puede apreciar en la figura 34.

En el caso de la dilución en parafina para aumentar el contenido de fase orgánica en las emulsiones provenientes de esta misma fosa, se observó un mejoramiento considerable para una temperatura de 60 °C y un contenido de fase orgánica de un 61%, como se puede apreciar en la figura 35.



**Figura 35. Porcentaje de agua separada por centrifugación de las muestras de la fosa Acema-100 para el caso de dilución en parafina.**

Para una temperatura de 60 °C se pudo conseguir una separación del 35,7% del agua contenida en la emulsión para 61% de contenido de fase orgánica. Esto evidencia que para esta configuración de formulación-composición existe un acercamiento de esta emulsión a una zona de inestabilidad que favorece la separación de las fases. El porcentaje de agua separada para las temperaturas de 80 y 100 °C se mantuvo en un rango de 5 a 10%, demostrando nuevamente el efecto estabilizador de la temperatura para este grupo de muestras.

Análogamente, las emulsiones de las fosas de Guara-2 y Merey-31 presentaron una mayor separación para las pruebas de dilución en parafina, como se puede apreciar en las gráficas que se encuentran a continuación. Sin embargo, el efecto de la temperatura en estas emulsiones fue muy diferente, ya que el incremento

de esta variable ayudó a conseguir una mayor separación del agua en las emulsiones (ver figuras 36 y 37).

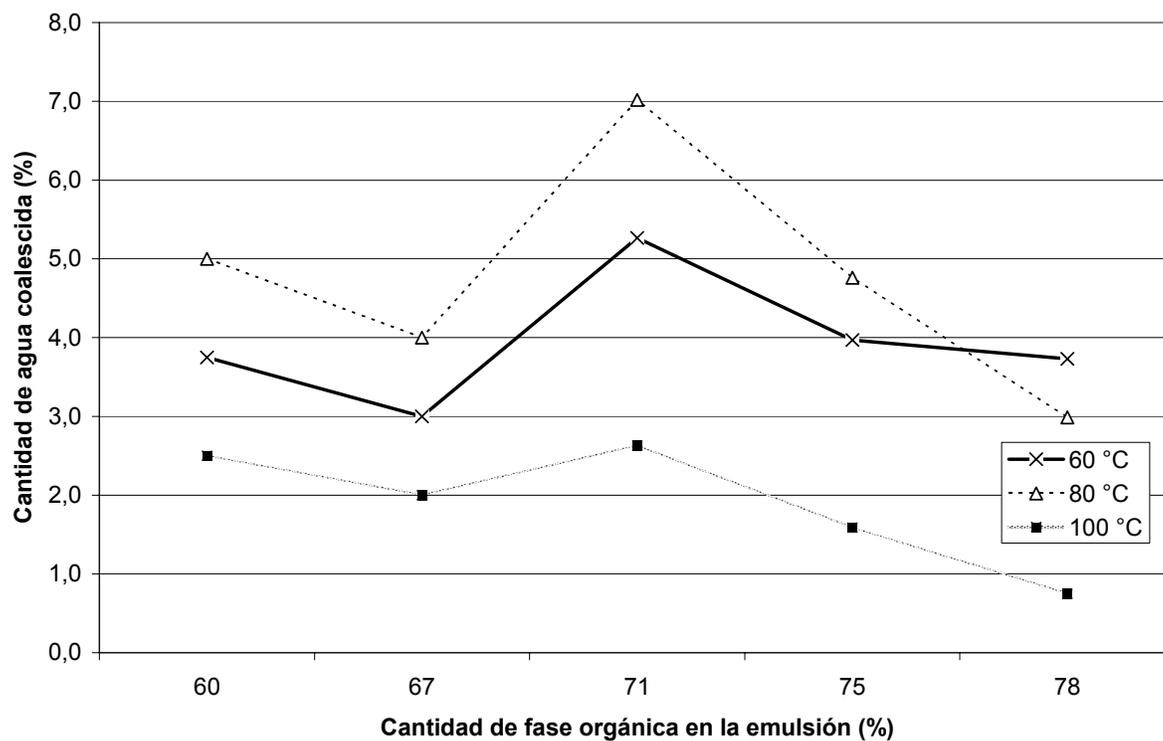


Figura 36. Porcentaje de agua separada por centrifugación de las muestras de la fosa Guara-2

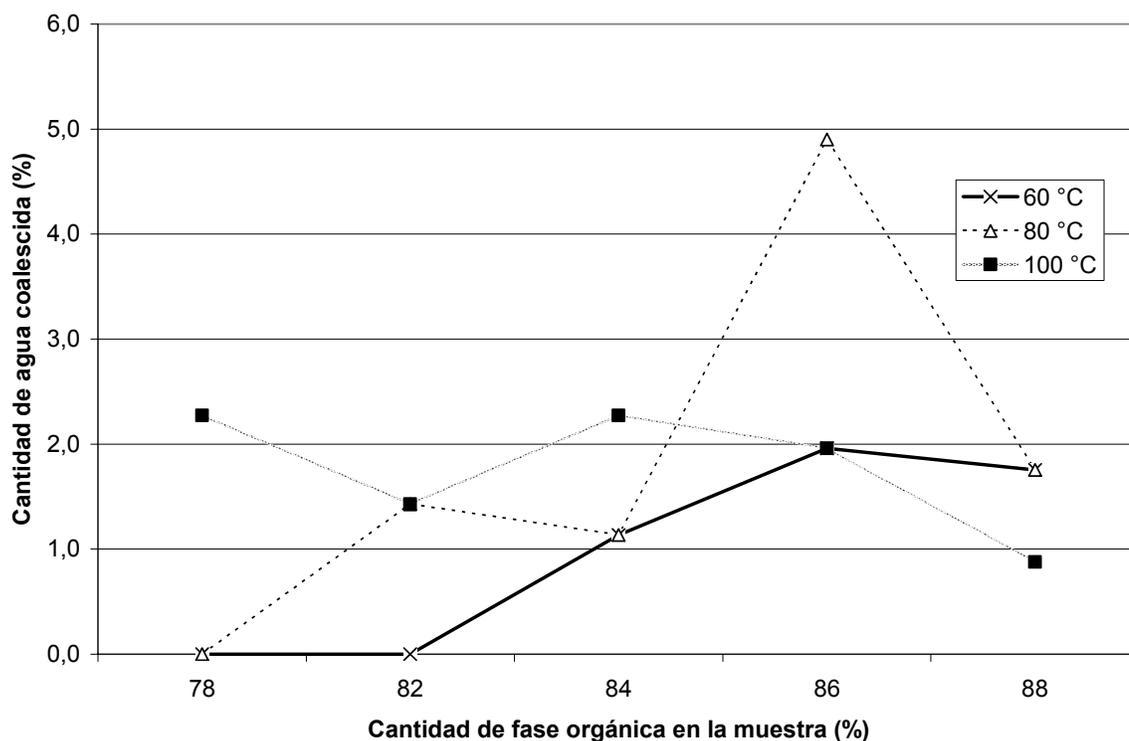


Figura 37. Porcentaje de agua separada por centrifugación de las muestras de la fosa Mery-31

La mayor desestabilización de las emulsiones se encontró en las pruebas realizadas a 80 °C, presentando para Guara-2 un máximo de separación de 7% y 5% para Mery-31. En estos resultados deben tomarse en cuenta nuevamente las características de cada emulsión, como la particularidad de las muestras de Guara-2 de poseer una cantidad considerable de agua libre que no es consecuencia del proceso desestabilizador al que fueron sometidas, aunque es contabilizado en el volumen de agua sedimentada luego de la centrifugación.

Las diferencias y similitudes de los porcentajes de agua separada para las emulsiones tienen su razón en que al realizarse estas pruebas se están haciendo barridos en la composición de la muestra a formulación constante, lo cual puede provocar tanto el acercamiento como el alejamiento de la emulsión a zonas de estabilidad o inestabilidad.

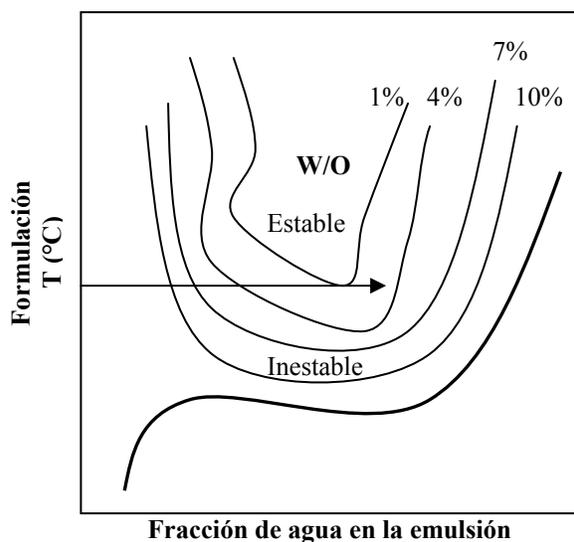


Figura 38. Barrido de composición a formulación constante.

La figura 38 ejemplifica como es posible, en un barrido de composición a formulación constante, hacer pasar la emulsión por distintas zonas de estabilidad las cuales están representadas por las curvas de isopropiedad, que en esta figura representan el porcentaje de agua coalescida para cierto proceso desestabilizador y para una relación de fases y formulación específicas. La curva de 1% se encuentra en una zona de alta estabilidad por representar una zona en la cual sólo el 1% del agua total dispersa se recupera para esa configuración formulación-composición, mientras que la curva de 10 % está en una zona de baja estabilidad cercana a la curva de inversión de fases. La forma que poseen las curvas de isopropiedad depende de las características físico-químicas de la emulsión trabajada y pueden utilizarse como referencia para otras emulsiones sólo cuando éstas posean características similares.

Los resultados obtenidos para los valores de la composición de fases y el valor de la variable de formulación para un mayor porcentaje de agua separada en las emulsiones se agrupan en la tabla 4. La presencia del agua sedimentada en estas pruebas responde la pregunta de la posible existencia de agua coalescida como

consecuencia de la deshidratación electrostática y cambio en la relación de las fases de las emulsiones; por lo tanto, se considera la alternativa de la centrifugación de las muestras como una vía de solución al problema de sedimentación que se había presentado hasta ahora en las pruebas.

**Tabla 4. Valores de composición y formulación con mayor porcentaje de agua separada.**

<b>Nombre de la Fosa</b>	<b>Cantidad de fase acuosa en la emulsión (<math>V_{\text{agua}}/V_{\text{total}}\%</math>)</b>	<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Porcentaje de agua separada en la muestra (<math>V_{\text{agua sedimentada}}/V_{\text{total agua}}\%</math>)</b>
<b>Acema-100</b>	47	60	35,7
<b>Guara-2</b>	29	80	7,0
<b>Merey-31</b>	14	80	5,0

El fenómeno de percolación estuvo igualmente presente durante estas pruebas, lo cual afectó el campo eléctrico que se pudo aplicar y como consecuencia esto afecta la cantidad de gotas de agua en la fase dispersa que pudieron coalescer. Por lo tanto, observando los valores del porcentaje de agua separada para las fosas de Guara-2 y Merey-31 en la tabla 4, se procedió a buscar un procedimiento que genere un incremento del agua separada para estas emulsiones. Este procedimiento consistió en tres pasos: aplicar la deshidratación electrostática a la muestra, someterla a centrifugación y seguidamente remover el agua sedimentada en el tubo de centrífuga. Estos tres pasos se realizaron tres veces de manera consecutiva a la misma muestra con el objetivo de conseguir cada vez una mejor aplicación de campo eléctrico y un mayor porcentaje de separación de agua. Para estas pruebas se seleccionó la fosa Guara-2 por poseer las emulsiones con mayor problema respecto al fenómeno de percolación.

Durante la realización de las pruebas se mantuvo, donde fue posible en este proceso, la temperatura constante en 80 °C utilizando una plancha de

calentamiento. La muestra se preparó al 29% de fase acuosa mediante la dilución en parafina por ser este valor el óptimo reportado en la tabla anterior. Los resultados se muestran a continuación.

**Tabla 5. Porcentaje máximo de agua recuperada para tres aplicaciones de deshidratación electrostática y centrifugación alternada**

Guara-2 30 ml a 80 °C	Voltaje máximo aplicado (V)			Volumen de agua sedimentada (ml)			Agua total recuperada (%)
	1 <sup>a</sup> aplicación	2 <sup>a</sup> aplicación	3 <sup>ra</sup> aplicación	1 <sup>a</sup> aplicación	2 <sup>a</sup> aplicación	3 <sup>ra</sup> aplicación	
Muestra 1	2100	2700	3200	1,0	0,5	0,4	15,8
Muestra 2	2200	2500	3400	1,0	0,4	0,4	15,0
Muestra 3	2100	2500	3600	1,1	0,6	0,3	16,7

Los valores reportados en la tabla 5 demuestran la posibilidad de obtener una separación de fases mayor mediante la aplicación consecutiva del proceso de deshidratación electrostática y centrifugación, llegando a obtener más del doble, en porcentaje, del agua recolectada que para las pruebas donde se hace un tratamiento único a la muestra. Durante el desarrollo de estas pruebas se observó una disminución del fenómeno de percolación y por lo tanto fue posible aplicar a la emulsión un campo eléctrico más estable. La disminución de la cantidad de agua recolectada para cada una de las corridas tiene como causa la variación de la composición de fase acuosa, que ocasiona el desplazamiento de la emulsión a una zona diferente de estabilidad en su mapa de formulación-composición e igualmente produce una disminución del número de partículas dispersas en el seno de la emulsión, lo cual disminuye la probabilidad de ocurrencia de colisiones entre las gotas durante la deshidratación electrostática.

## **CAPÍTULO V**

### **PROPUESTA DE DISEÑO**

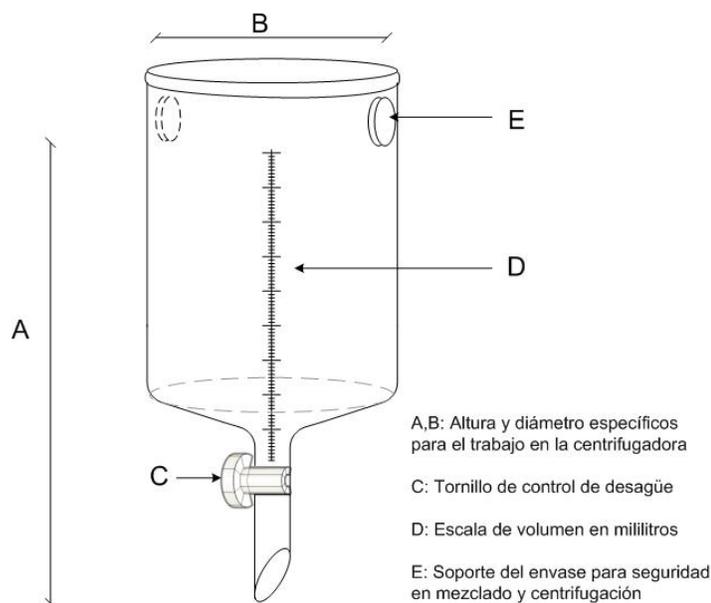
La experiencia recolectada, luego de ejecutar las pruebas en el Laboratorio de Separaciones Mecánicas para alcanzar los objetivos de esta investigación, hace posible reconocer la necesidad de aplicar cambios de diseño en alguno de los equipos utilizados, que mejoren el trabajo con las fosas y minimicen los problemas experimentales que se han presentado hasta ahora.

Se han podido reconocer las siguientes necesidades de cambio en material y proceso experimental:

- ❖ Debe existir un movimiento lento y continuo de la muestra mientras se aplica el campo eléctrico para disminuir el fenómeno de percolación.
- ❖ Se debe aplicar un proceso de separación mecánico, como Centrifugación, para acelerar la sedimentación de las gotas de la fase dispersa que coalescieron durante la deshidratación electrostática.
- ❖ El reactor que contiene la muestra debe tener el diseño adecuado para que la emulsión permanezca en él hasta el final del proceso experimental sin la necesidad de trasvasado.
- ❖ Rediseño de los electrodos para el aumento de la superficie de contacto emulsión/electrodo.

### Reactor de trabajo

El reactor, en el cual se ejecuten las pruebas, debe ser capaz de contener la muestra durante su preparación, aplicación del campo eléctrico y uso de la centrifugadora. Para esto debe tener las dimensiones adecuadas además de elementos de soporte y desagüe que cubran las necesidades experimentales para el trabajo de la emulsiones.

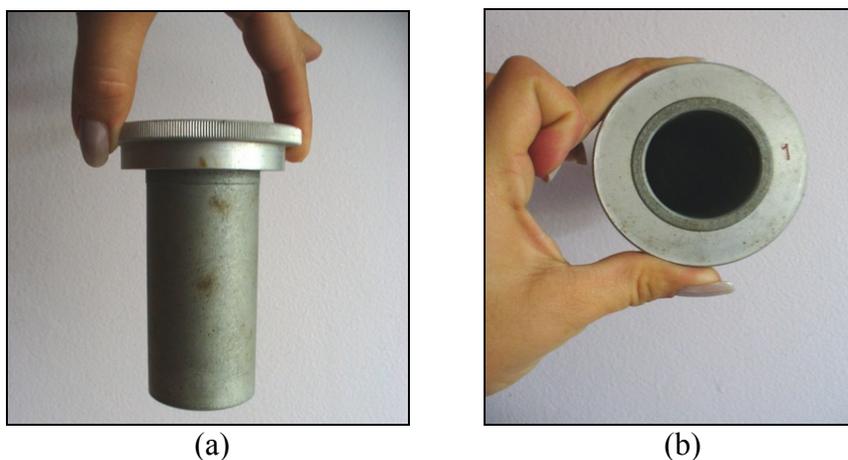


**Figura 39. Reactor para preparación, aplicación de campo eléctrico y centrifugación de emulsiones.**

Debe tomarse muy en cuenta los soportes laterales, que se indican con la letra E en la figura 39, los cuales cumplen el importante trabajo de evitar deslizamiento del reactor durante la preparación de la muestra como también el posible daño en el tubo de desagüe durante la centrifugación. La altura y diámetro del reactor deben ser adecuados para que pueda introducirse en los soportes metálicos de la centrifugadora, los cuales poseen un diámetro interno de 3,60cm y una profundidad de 9,5cm (ver figura 40 a y b).

La escala del reactor debe ser en mililitros y empezar a la altura del tornillo de control de desagüe para garantizar la medida de incluso pequeñas

porciones de agua sedimentadas. El material del reactor debe ser de vidrio para facilitar la visualización de su contenido y resistente a una temperatura máxima de 200 °C, para evitar daños en el reactor al trabajar a altas temperaturas con las emulsiones.



**Figura 40. Base metálica de equipo de centrifugación. (a) Vista lateral, (b) Vista superior**

Después del centrifugado, se podrá medir la cantidad de agua sedimentada y será posible removerla a través del tubo de desagüe ubicado en la parte inferior del reactor. Sin embargo, para una rápida remoción del agua en el fondo es necesario una fuerza mayor que la gravitacional, por lo que se requiere el uso de un mecanismo de empuje de la columna de fluido. Esta es la finalidad de uso del accesorio que se presenta a continuación.

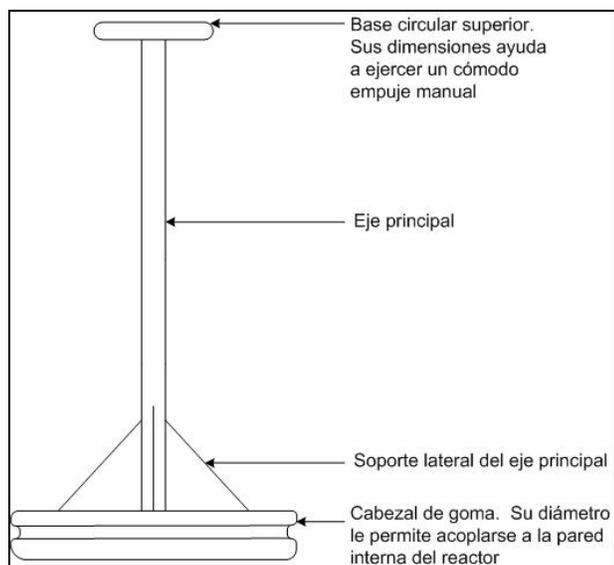


Figura 41. Accesorio de empuje manual para desagüe.

El objetivo principal del accesorio que se presenta en la figura 41 es el de la remoción rápida del agua sedimentada en el fondo del reactor para continuar el trabajo de deshidratación de la muestra que este contenga. Su uso, al ser acoplado al cuerpo del reactor, es similar al de una inyectora o jeringa, haciéndose posible de forma sencilla el drenaje del volumen de agua sedimentada por empuje manual. El acoplado del accesorio al reactor y movimiento de empuje se ejemplifican en la figura 42.

Para aplicar el mezclado durante la descarga del campo eléctrico, es necesario que el eje de mezclado sea de plástico y no de hierro, como el utilizado en la parte experimental de la presente investigación, para evitar descargas eléctricas al motor que genera la rotación de dicho eje. El material utilizado para la construcción del eje debe ser resistente a altas temperaturas, evitándose así posibles deformaciones durante su uso.

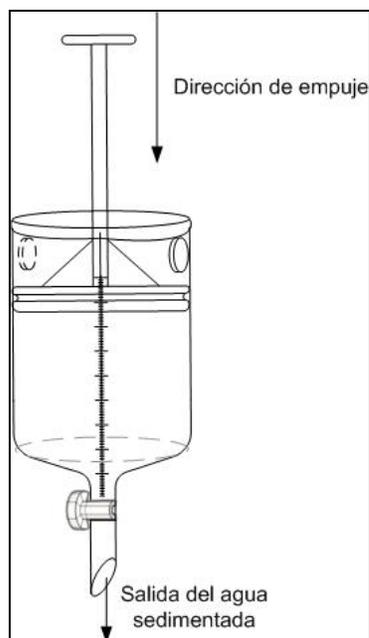


Figura 42. Acoplamiento al reactor del accesorio de empuje.

### Diseño de electrodos

La eficiencia de aplicación del campo eléctrico va a depender en cierto grado de la geometría de los electrodos que sean utilizados para tal fin y el valor de constante de celda que éstos posean. La constante de celda ( $\kappa'$  en  $\text{cm}^{-1}$ ) es la relación entre la superficie ( $S_e$  en  $\text{cm}^2$ ) de los electrodos y la distancia ( $L$  en  $\text{cm}$ ) que los separa, siendo esta relación  $\kappa' = L/S_e$ . La disminución del valor de constante de celda puede deberse tanto a la disminución de la distancia de separación de los electrodos como al aumento de la superficie de los mismos, pero en ambos casos se logra aumentar la intensidad de aplicación del campo para cierto volumen de emulsión.

Tomando en cuenta el diseño del reactor antes reseñado, se propone la siguiente geometría de electrodo con el objetivo de incrementar la efectividad de aplicación del campo eléctrico durante el proceso de deshidratación electrostática:

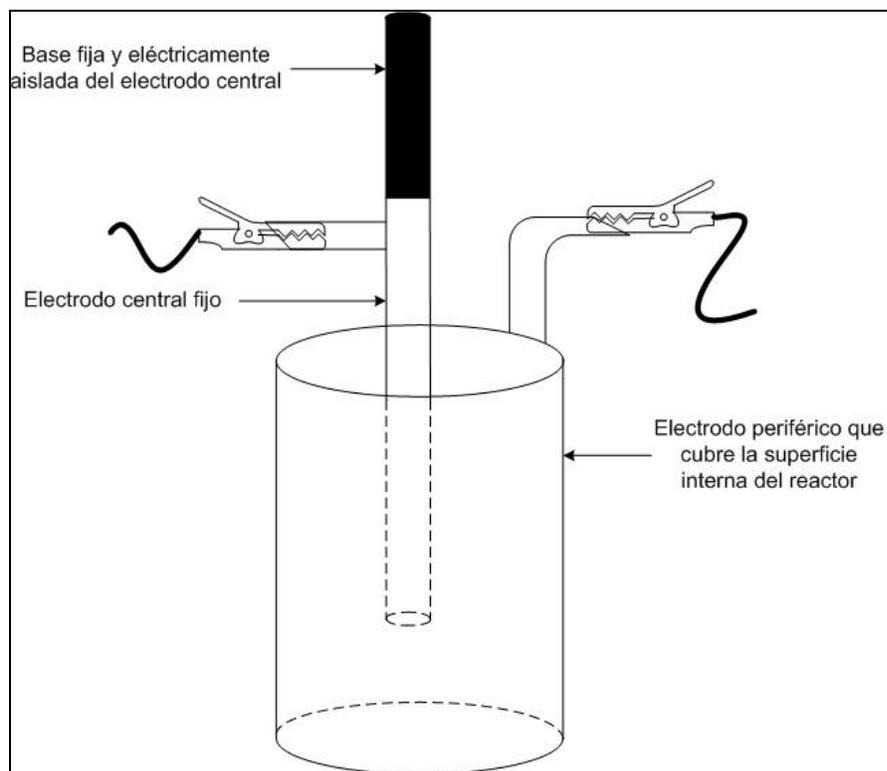


Figura 43. Electrodos cilíndricos.

Los electrodos cilíndricos propuestos pueden observarse en la figura 43, los cuales gracias a su geometría poseen una mayor superficie que estaría en contacto con la emulsión y un mejoramiento en la distribución del campo eléctrico aplicado al volumen de emulsión trabajada.

Los electrodos deben ser fabricados en cobre para garantizar una buena conductividad eléctrica, e incluso pudiesen ser recubiertos de pintura anticorrosiva para disminuir la velocidad del proceso de deterioro de los mismos.

Para esta geometría de electrodos, el movimiento en la emulsión para disminuir el fenómeno de percolación pudiese aplicarse directamente al reactor a través de un movimiento vibracional manteniendo el electrodo central fijo, lo cual lograría el desplazamiento necesario de las gotas organizadas en cadenas entre los

electrodos. El movimiento vibracional puede ser generado por un equipo como el VXR Basic IKA Vibrax ® que se presenta en la siguiente figura 44.



**Figura 44. Equipo de mezclado VXR Basic IKA Vibrax ®**

Este equipo posee un movimiento de mezclado orbital de 4mm y una velocidad ajustable de 0-2200rpm, además soporta muestras hasta de 2Kg. El reactor de trabajo, luego de la preparación de la muestra, puede acoplarse con ayuda de algunos accesorios al VXR Basic IKA Vibrax ® para aplicar el movimiento otorgado por este equipo a la muestra durante el proceso de deshidratación electrostática. La información técnica detallada del equipo de mezclado vibracional se encuentra en el apéndice B.

Cabe resaltar que Mafisi (2004) en su trabajo doctoral concluye que entre varias geometrías de electrodos utilizadas para sus pruebas experimentales, fueron los electrodos con geometría cilíndrica los que obtuvieron un mejor desempeño durante la deshidratación electrostática de emulsiones w/o al reportar el menor tiempo de coalescencia de la fase dispersa durante su utilización.

## **CAPÍTULO VI**

### **CONCLUSIONES**

- Existe una relación directa entre el contenido de agua de las emulsiones y el voltaje que es posible aplicarles durante el proceso de deshidratación electrostática. Pudiéndose aplicar altos valores de voltaje para bajo contenido de fase dispersa en las emulsiones.
- La disminución de la viscosidad en las emulsiones favorece la aplicación del campo eléctrico por permitir el movimiento, con mayor libertad, de las gotas de agua en el seno de la emulsión.
- El aumento de temperatura favorece el proceso de aplicación del campo eléctrico al provocar una disminución en la viscosidad de la fase continua de la emulsión.
- El fenómeno de percolación tiene mayor ocurrencia en emulsiones de alto contenido de fase acuosa y puede controlarse al aplicarse movimiento a la emulsión durante la deshidratación electrostática.
- Los asfaltenos presentes en la emulsión de la fosa Merey-31 tienen una influencia baja en la estabilidad de la emulsión, debido a que al ser extraídos de la muestra, la emulsión no presenta cambios apreciables en su estabilidad.
- La centrifugación de las emulsiones luego del proceso de deshidratación electrostática acelera el proceso de sedimentación de las gotas coalescidas en la muestra.

- La aplicación repetida de los procesos de deshidratación electrostática y centrifugación de forma alternada para una misma muestra, resulta en un aumento del total de agua que es posible separar de la emulsión.
- El aumento de la temperatura tiene un efecto favorable en el proceso de desestabilización de las emulsiones de las fosas de Guara-2 y Merey-31 al aumentar el porcentaje de agua sedimentada para una temperatura de 80 °C. Sin embargo, el aumento de esta misma variable tiene un efecto desfavorable en la emulsión de la fosa Acema-100 al producir un decremento del porcentaje de agua separada para esas muestras.
- El aumento de la cantidad de fase orgánica en las emulsiones dado por la dilución en parafina, favorece la aplicación del campo eléctrico por la disminución de fase dispersa en la emulsión y disminuye la probabilidad de colisiones de partículas de agua bajo el efecto del campo eléctrico en el seno de la misma.

**CAPÍTULO VII**  
**RECOMENDACIONES**

- Desarrollar un estudio con emulsiones limpias que simulen las características físico-químicas de las emulsiones de las fosas para obtener valores de formulación y composición en los cuales estas emulsiones preparadas presentan un mínimo en la estabilidad, facilitando así el trabajo con las emulsiones reales.
- Analizar el cambio en la distribución del tamaño de partícula en las emulsiones, luego de un cambio en la relación de sus fases para estudiar su efecto en la estabilidad de las mismas.
- Aplicar movimiento a la emulsión mediante agitación o vibración para controlar el fenómeno de percolación presente en el proceso de deshidratación electrostática.
- Utilizar un equipo de centrifugación que pueda aplicar mayor velocidad de rotación a las muestras para garantizar la sedimentación total de las gotas de agua coalescidas en el seno de la emulsión.
- Controlar la temperatura durante el proceso de centrifugación para evitar una disminución de la viscosidad de las muestras como consecuencia de la disminución de esta variable.
- Llevar a cabo las pruebas un mínimo de tres veces para garantizar la reproducibilidad de los resultados

## CAPÍTULO VIII

### REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

**Amigó, Vicente**, *Microscopía en materiales*.

<http://alumnat.upv.es/pla/visfit/4957/AAAGNXAAXAAAD5PABX/unidad9.pdf>

Consultada en Diciembre 2005.

**Anton R.E., Salager J.L.**, *An improved graphic Method to Characterize a Surfactant*. J. Dispersion Sci. Technology, 6:245-253. (1985)

**Anton R.E., Garces N., Yajuare A.**, *Correlation for three-phase behavior of cationic surfactant-oil-water systems*. J. Dispersion Sci. Technol. 18:539-555. (1997)

**Bailes P.J., Larkai S.K.L.**; *Influence of phase ratio on electrostatic coalescence of water in oil dispersions*. Chem. Eng. Res. Des. Vol.62, January (1984).

**Bailes, P., M. Watson**; *Electrostatic and centrifugal separation of liquid dispersions*, UK Patent 2 249 741A (1992).

**Becher, P.** *Emulsions: Theory and Practice*, Ed. 2, R. Kreiger, New York. (1977)

**Bourrel M., Salager J.L., Schechter R.S.**, *A correlation for phase behavior of nonionic surfactants*. J. Colloid Interface Sci., 75(2):451-461. (1980)

**Bourrel M., Schechter R.S.**, *Microemulsions and Related Systems*. Marcel Dekker, New York. (1988)

**Cash, L., Cayias J.L., Fournier G., McAllister D., Schres T., Schechter R.S., Wade W.H.** *The application of low interfacial tension scaling rule of binary hydrocarbon mixtures*. J. Colloid Interface Sci. 59 (1): 39-44. (1977).

**Cayias J.L.,** Schecheter R.S., Wade W.H. *Modeling crude oils for low interfacial tension.* Soc. Pet. Eng. J. 16:351-357. (1976).

**Cottrell F.G., Speed J.B.;** US Patent 987-115. (1911)

**Cottrell F.G.;** U.S. Patent 987 114. (1911)

**Donis F., Ricaurte M.;** *Evaluación integral de la deshidratación del crudo slop en patio de tanques Lagunillas Norte.* Trabajo Especial de Grado. Universidad Central de Venezuela. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Química. (2005)

**Draxler, J. y Marr R.;** *Design criteria for electrostatic deemulsifiers.* International Chemical Engineering. Austria. Vol. 33, N.1. (1993)

**Eow J.S., Ghadiri M.;** *Electrostatic enhancement of coalescence of water droplets in oil: a review of the technology.* Chemical Engineering Journal. Vol. 84. (2001)

**Galvin, C.** *Design principles for electrical coalescers,* IChemE Symp. Ser. 88 101–113 (1986).

**Goto, M., J. Irie, K. Kondo, F. Nakashio,** *Electrical Demulsification of w/o emulsion by continuous tubular coalescer,* J. Chem. Eng. Jpn. 22 (4) 401–406. (1989)

**Jefrey, G.; Davies J.T.;** *Coalescence of liquid droplets and liquid dispersion.* En *Recent Advances in liquid-liquid Extraction,* Hanson C. (Ed.), New York, Pergamon Press, 495-584. (1971).

**Kokal, S; AL-JAMAL, J;** *Quantification of Various factors Affecting Emulsion Stability: Watercut, Temperature, Shear, Asphaltene Content, Demulsifier Dosage and Mixing Different Crudes.* Paper SPE 56641 presentado en 1999 SPE Annual Technical Conference and Exhibition, Texas, USA. (1999).

**McLean J.D., Kilpatrick P.K. 1997 a.** *J. Colloid interface Sci.*, 189:242

**McLean J.D., Kilpatrick P.K. 1997 b.** *J. Colloid interface Sci.*, 196:23

**Marfisi V., Shierly;** *Estabilidad de emulsiones relacionada con el proceso de deshidratación de crudos.* Universidad de Los Andes. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Química, Laboratorio FIRP. (2004).

**MARAVEN S.A.;** *Basic Engineering Manual Dehydration of Crude Oil Water Treatment and Sludge Treatment.* PLT Engineering. (1982)

**McKibben, C.,** *Method of separating associated liquids,* US Patent 1 299 589 (1919).

**Méndez, F;** *Estabilidad dinámica de emulsiones de aceite en agua.* Universidad Central de Venezuela. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Química. (1992).

**Morales, C.;** *Seminario de trabajo doctoral.* Universidad Central de Venezuela. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Química. (2005)

**Padrón A., Zuñiga P.;** *Aplicación de la técnica de microscopía óptica para la caracterización de sistemas dispersos formados por crudo, agua y sólidos.* Trabajo Especial de Grado. Universidad Central de Venezuela. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Química. (2005)

**Ríos, J., Fals, B.,** *Diseño y Selección de Procesos y Operación de Equipos para Tratamiento de Crudos y Aguas Efluentes.* CEPET. (1990).

**Salager J.L.,** *Physico-chemical properties of surfactant-water-oil mixtures: phase behavior, microemulsion formation and interfacial tension.* Thesis Ph.D., Univ. de Texas, Austin. (1977).

**Salager J.L.;** Vásquez, E., Morgan, J.C., Schechter, R.S., and Wade, W.H. *Optimum Formulation of Surfactant/Water/Oil Systems for Minimum Interfacial Tension of Phase Behavior.* Soc. Pet. Eng. J., 107-115. (1979).

**Salager J.L.;** *Físico-química de los sistemas surfactante-agua-aceite. Aplicación a la recuperación de petróleo.* Revista del Instituto Mexicano de Petróleo, 11(3):59-71. (1979).

**Salager J.L.,** Quintero, L., Ramos, E., Anderéz, J.M., *Properties of Surfactant-oil-water emulsified systems in the neighborhood of the three-phase transition.* J. Colloid Interface Sci. 72(1):288-289. (1980).

**Salager J.L., Antón R.E.,** *Physico-chemical characterization of a surfactant: A quick and precise method.* J. Dispersión Sci. Technology. 4, 313-329. (1983).

**Salager J.L.,** *Micro y macroemulsiones.* Inf. Técnico FIRP No. 8401, Universidad de Los Andes, Mérida. (1984)

**Salager J.L.,** *Deshidratación del crudo.* Cuaderno FIRP 353. Universidad de Los Andes. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Química. (1987)

**Salager J.L.**, *Surfactantes en solución acuosa*. Cuaderno FIRP S201-A. Universidad de Los Andes. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Química. (1993)

**Salager J.L. (a)**, *Formulación, Composición y Fabricación de Emulsiones para obtener las Propiedades deseadas. Estado del Arte*. Cuaderno FIRP 747 parte A: Introducción y compuestos de formulación físico-química. Universidad de los Andes. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Química, Laboratorio FIRP. (1999).

**Salager J.L. (b)**, *Formulación, Composición y Fabricación de Emulsiones para obtener las Propiedades deseadas. Estado del Arte*. Cuaderno FIRP 747 parte B: Propiedades de las emulsiones y su medición. Universidad de los Andes. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Química, Laboratorio FIRP. (1999).

**Salager J.L. (c)**, *Formulación, Composición y Fabricación de Emulsiones para obtener las Propiedades deseadas. Estado del Arte*. Cuaderno FIRP 747 parte C: Efectos de la Formulación. Universidad de los Andes. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Química, Laboratorio FIRP. (1999).

**Salager J.L. (d)**, *Formulación, Composición y Fabricación de Emulsiones para obtener las Propiedades deseadas. Estado del Arte*. Cuaderno FIRP 747 parte D: Fenómenos dinámicos y de memoria. Universidad de los Andes. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Química, Laboratorio FIRP (2002).

**Salager J.L. (e)**, *Surfactantes, tipos y usos*. Cuaderno FIRP 300-A. Universidad de Los Andes. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Química, Laboratorio FIRP (2002).

**Sams W.G. y Warren K.W.**, *New Methods of Application of Electrostatic Fields*. AIChE Spring National Meeting for Recent Advances in Desalting. NATCO © Group 2003.

**Schramm, L.** Petroleum Emulsions: Basic Principles. *Emulsions Fundamentals and Applications in the Petroleum Industry*. Schramm Laurier (Ed). Washington, DC. USA. American Chemical Society. (1992).

**Schramm, L.**, *Suspensions: Basic principles: En Suspensions: Fundamentals and Applications in the Petroleum Industry*, Schramm, L. L. (Ed.), Advances in Chemistry Series. Vol 251, American Chemical Society, Washington. (1996).

**Spielman, L.A.; Goren, S.L.**; *Progress in induced coalescence and a new theoretical framework for coalescence by porous media*. Ind. Eng. Chem. 62 (10):10-24. (1962).

**Vold, R.D.; Groot, R.C.**; *An ultracentrifugal method for the quantitative determination of emulsion stability*. J. Phys. Chem. 66:1969-74. (1962).

**Waterman, L.**, *Electrical coalescers*, Chem. Eng. Prog. 61 (10) 51–57 (1965).

**Yan Z.; Elliot J.; Masliyah J.**; *Roles of various Bitumen Components on the Stability of Water-in Diluted Bitumen Emulsions*. Journal of Colloid and Interface Science. 220:52-63. (1999)

## **APÉNDICE A**

### **EXTRACCIÓN DE ASFALTENOS**

[Marfisi, S.;2004]

Pesar en un Beaker de 600 ml 100g de emulsión, y disolverla en en 250 ml de n-heptano, agitando la solución durante 20 minutos; con la finalidad de separar las resinas peptizadas de los asfaltenos. Se continúa la dilución hasta alcanzar una relación 1:20 en volumen de emulsión/heptano. La solución se deja reposar durante 1 día para asegurar la precipitación de los asfaltenos.

Después, la solución se filtra en un equipo de filtración al vacío; previamente se pesa el papel de filtro, limpio y seco. En el papel de filtro se recolectan los asfaltenos y el filtrado es una emulsión desasfaltada diluida en n-heptano.

Los asfaltenos precipitados en el papel de filtro se lavan con n-heptano hasta obtener un solvente de color amarillo claro, usando 500ml o más de solvente. El filtrado se debe separar cada 250ml para observar los cambios de coloración. La finalidad del lavado fue eliminar las resinas tipo I que acompañan a los asfaltenos precipitados.

El papel de filtro con los asfaltenos se lleva a una estufa a 80 °C para eliminar las trazas de solvente. La cantidad de asfaltenos se determina por la diferencia entre el peso del papel de filtro con los asfaltenos y el peso del papel de filtro limpio y seco. Seguidamente se calcula el porcentaje de asfaltenos en la emulsión.

APÉNDICE B

DATOS TÉCNICOS DEL EQUIPO VRX Basic IKA Vibrax®

Product Data Sheet



VXR basic IKA Vibrax®



- Optoelectronically controlled small shaker with a very wide speed range.
- Suitable for continuous operation
  - New design and improved drive system
  - Circular shaking motions
  - Slow speeds are well maintained
  - Attachments are interchangeable

Technical Data			
Type of movement [-]	orbital	Orbital diameter [mm]	4
Permissible shaking weight (incl. attachment) [kg]	2	Motor rating input [W]	35
Motor rating output [W]	13.2	Permissible ON time [%]	100
Speed min (adjustable) [1/min]	100	Speed range [1/min]	0 - 2200
Speed display [-]	scale	Timer [-]	no
Operating mode [-]	continuous operation	Shaking table lock [-]	no
Working with microtiter plates [-]	no	Dimensions (W x H x D) [mm]	157 x 130 x 247
Weight [kg]	6,1	Permissible ambient temperature [°C]	5 - 40
Permissible relative moisture [%]	80	Protection class according to DIN EN 60529 [-]	IP 21
RS 232 interface [-]	no	Analog output [-]	no
Voltage [V]	220 - 240 / 100 - 120	Frequency [Hz]	50/60
Power input [W]	45		

APÉNDICE C

REPORTE DE LOS VALORES DE VOLTAJE ACEPTADOS POR  
EMULSIONES DE LA FOSA ACEMA-100

Tabla 6. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 60 °C para agregación de agua.  
Acema100

Agua agregada (% $v_{\text{agua}}/v_{\text{emulsión}}$ )	Total de Agua en la muestra (%)	Voltaje inicial (V)	Voltaje final (V)	Voltaje promedio (V)
0	47	1800	1800	1800
10	52	1700	1400	1550
20	56	1200	900	1050
30	59	800	400	600
40	62	800	100	450
50	65	300	100	200
60	67	0	0	0
70	69	0	0	0
80	71	0	0	0
90	72	0	0	0
100	74	0	0	0

Tabla 7. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 80 °C para agregación de agua.  
Acema100

Agua agregada (% $V_{\text{agua}}/V_{\text{emulsión}}$ )	Total de Agua en la muestra (%)	Voltaje inicial (V)	Voltaje final (V)	Voltaje promedio (V)
0	47	2100	1800	1950
10	52	1800	1500	1650
20	56	1400	1100	1250
30	59	1300	500	900
40	62	1100	200	650
50	65	1000	300	650
60	67	900	200	550
70	69	500	100	300
80	71	500	0	250
90	72	100	0	50
100	74	0	0	0

Tabla 8. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 100 °C para agregación de agua.  
Acema100

Agua agregada (% $V_{\text{agua}}/V_{\text{emulsión}}$ )	Total de Agua en la muestra (%)	Voltaje inicial (V)	Voltaje final (V)	Voltaje promedio (V)
0	47	2200	1800	2000
10	52	1800	1600	1700
20	56	1600	1600	1600
30	59	1300	1000	1150
40	62	1200	1000	1100
50	65	1200	600	900
60	67	1000	300	650
70	69	900	100	500
80	71	900	100	500
90	72	800	100	450
100	74	400	0	200

**Tabla 9. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 60 °C para dilución en parafina. Acema100**

<b>Parafina agregada</b> (%v <sub>parafina</sub> /v <sub>emulsión</sub> )	<b>Total de Agua en la muestra</b> (%)	<b>Voltaje inicial (V)</b>	<b>Voltaje final (V)</b>	<b>Voltaje promedio (V)</b>
0	47	2000	1900	1950
10	43	2000	2000	2000
20	39	2200	2000	2100
30	36	2200	2200	2200
40	34	2400	2000	2200
50	31	2400	2300	2350
60	29	2700	2600	2650
70	28	3000	2900	2950
80	26	3000	3000	3000
90	25	3000	3000	3000
100	24	3200	3000	3100

**Tabla 10. Valores de voltaje aceptado por 30 minutos a 80 °C para dilución en parafina. Acema100**

<b>Parafina agregada</b> (%v <sub>parafina</sub> /v <sub>emulsión</sub> )	<b>Total de Agua en la muestra</b> (%)	<b>Voltaje inicial (V)</b>	<b>Voltaje final (V)</b>	<b>Voltaje promedio (V)</b>
0	47	1900	2100	2000
10	43	2000	1800	1900
20	39	2200	2000	2100
30	36	2300	2300	2300
40	34	2600	2400	2500
50	31	2600	2600	2600
60	29	2900	2600	2750
70	28	3000	2800	2900
80	26	3000	3000	3000
90	25	3300	3000	3150
100	24	3600	3200	3400

**Tabla 11. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 100 °C para dilución en parafina.  
Acema100**

<b>Parafina agregada (%V<sub>parafina</sub>/V<sub>emulsión</sub>)</b>	<b>Total de Agua en la muestra (%)</b>	<b>Voltaje inicial (V)</b>	<b>Voltaje final (V)</b>	<b>Voltaje promedio (V)</b>
0	47	2000	1800	1900
10	43	2000	2000	2000
20	39	2200	2000	2100
30	36	2500	2100	2300
40	34	2800	2000	2400
50	31	2800	2000	2400
60	29	3200	2300	2750
70	28	3300	2600	2950
80	26	3700	2500	3100
90	25	4100	3000	3550
100	24	4300	3000	3650

APÉNDICE D

REPORTE DE LOS VALORES DE VOLTAJE ACEPTADOS POR  
EMULSIONES DE LA FOSA GUARA-2

Tabla 12. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 60 °C para agregación de agua. Guara2

Agua agregada (% $v_{\text{agua}}/v_{\text{emulsión}}$ )	Total de Agua en la muestra (%)	Voltaje inicial (V)	Voltaje final (V)	Voltaje promedio (V)
0	40	400	300	350
10	45	400	200	300
20	50	300	100	200
30	54	100	100	100
40	57	0	0	0

Tabla 13. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 80 °C para agregación de agua. Guara2

Agua agregada (% $v_{\text{agua}}/v_{\text{emulsión}}$ )	Total de Agua en la muestra (%)	Voltaje inicial (V)	Voltaje final (V)	Voltaje promedio (V)
0	40	700	400	550
10	45	500	200	350
20	50	400	200	300
30	54	200	0	100
40	57	0	0	0

**Tabla 14. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 100 °C para agregación de agua. Guara2**

<b>Agua agregada (%V<sub>agua</sub>/V<sub>emulsión</sub>)</b>	<b>Total de Agua en la muestra (%)</b>	<b>Voltaje inicial (V)</b>	<b>Voltaje final (V)</b>	<b>Voltaje promedio (V)</b>
0	40	1300	1200	1250
10	45	900	600	750
20	50	600	300	450
30	54	300	100	200
40	57	100	100	100
50	60	100	0	50
60	63	0	0	0

**Tabla 15. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 60 °C para dilución en parafina. Guara2**

<b>Parafina agregada (%V<sub>parafina</sub>/V<sub>emulsión</sub>)</b>	<b>Total de Agua en la muestra (%)</b>	<b>Voltaje inicial (V)</b>	<b>Voltaje final (V)</b>	<b>Voltaje promedio (V)</b>
0	40	500	400	450
10	36	900	400	650
20	33	1000	400	700
30	31	1600	600	1100
40	29	1900	600	1250
50	27	2000	700	1350
60	25	2000	900	1450
70	24	2300	900	1600
80	22	2300	1100	1700
90	21	2400	1100	1750
100	20	2400	1200	1800

Tabla 16. Valores de voltaje aceptado por 30 minutos a 80 °C para dilución en parafina. Guara-2

Parafina agregada (%v <sub>parafina</sub> /v <sub>emulsión</sub> )	Total de Agua en la muestra (%)	Voltaje inicial (V)	Voltaje final (V)	Voltaje promedio (V)
0	40	700	600	650
10	36	1000	700	850
20	33	1700	900	1300
30	31	2000	1100	1550
40	29	2200	1000	1600
50	27	2300	1200	1750
60	25	2500	1200	1850
70	24	2500	1200	1850
80	22	2700	1300	2000
90	21	2700	1500	2100
100	20	2700	1500	2100

Tabla 17. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 100 °C para dilución en parafina. Guara2

Parafina agregada (%v <sub>parafina</sub> /v <sub>emulsión</sub> )	Total de Agua en la muestra (%)	Voltaje inicial (V)	Voltaje final (V)	Voltaje promedio (V)
0	40	1400	1400	1400
10	36	1400	1400	1400
20	33	2000	900	1450
30	31	2300	1100	1700
40	29	2700	1100	1900
50	27	2700	1200	1950
60	25	3000	1100	2050
70	24	3100	1300	2200
80	22	3400	1300	2350
90	21	3400	1500	2450
100	20	3500	1500	2500

**APÉNDICE E**

**REPORTE DE LOS VALORES DE VOLTAJE ACEPTADOS POR  
EMULSIONES DE LA FOSA MEREY-31**

**Tabla 18. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 60 °C para agregación de agua.  
Merey31**

<b>Agua agregada (%v<sub>agua</sub>/v<sub>emulsión</sub>)</b>	<b>Total de Agua en la muestra (%)</b>	<b>Voltaje inicial (V)</b>	<b>Voltaje final (V)</b>	<b>Voltaje promedio (V)</b>
0	22	2800	2100	2450
10	29	2200	1900	2050
20	35	1800	1200	1500
30	40	1200	700	950
40	44	1000	700	850
50	48	700	100	400
60	51	300	100	200
70	54	0	0	0
80	57	0	0	0
90	59	0	0	0
100	61	0	0	0

Tabla 19. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 80 °C para agregación de agua. Merey31

Agua agregada (% $v_{\text{agua}}/v_{\text{emulsión}}$ )	Total de Agua en la muestra (%)	Voltaje inicial (V)	Voltaje final (V)	Voltaje promedio (V)
0	22	3100	2000	2550
10	29	3100	1900	2500
20	35	3000	1500	2250
30	40	2400	1000	1700
40	44	2100	900	1500
50	48	1800	900	1350
60	51	1500	600	1050
70	54	1000	200	600
80	57	1000	200	600
90	59	900	0	450
100	61	1000	0	500

Tabla 20. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 100 °C para agregación de agua. Merey31

Agua agregada (% $v_{\text{agua}}/v_{\text{emulsión}}$ )	Total de Agua en la muestra (%)	Voltaje inicial (V)	Voltaje final (V)	Voltaje promedio (V)
0	22	3600	2500	3050
10	29	3500	2000	2750
20	35	3000	1600	2300
30	40	2600	1400	2000
40	44	2200	1100	1650
50	48	1800	1100	1450
60	51	1500	1000	1250
70	54	1300	800	1050
80	57	1300	500	900
90	59	1000	500	750
100	61	1000	600	800

Tabla 21. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 60 °C para dilución en parafina.  
Merey31

Parafina agregada (% $v_{\text{parafina}}/v_{\text{emulsión}}$ )	Total de Agua en la muestra (%)	Voltaje inicial (V)	Voltaje final (V)	Voltaje promedio (V)
0	22	2000	1900	1950
10	20	3100	2300	2700
20	18	3900	2100	3000
30	17	3900	2400	3150
40	16	4400	3200	3800
50	15	4700	3100	3900
60	14	4700	3100	3900
70	13	4800	3300	4050
80	12	5000	3900	4450
90	10	4900	4000	4450
100	8	5200	4000	4600

Tabla 22. Valores de voltaje aceptado por 30 minutos a 80 °C para dilución en parafina.  
Merey31

Parafina agregada (% $v_{\text{parafina}}/v_{\text{emulsión}}$ )	Total de Agua en la muestra (%)	Voltaje inicial (V)	Voltaje final (V)	Voltaje promedio (V)
0	22	3500	1900	2700
10	20	3900	2300	3100
20	18	4000	2300	3150
30	17	4600	2300	3450
40	16	4800	3000	3900
50	15	4800	3800	4300
60	14	5000	3800	4400
70	13	5000	4000	4500
80	12	5200	4400	4800
90	10	5500	5100	5300
100	8	5400	5100	5250

**Tabla 23. Valores de voltaje aceptados por 30 minutos a 100 °C para dilución en parafina.  
Merey31**

<b>Parafina agregada (%v<sub>parafina</sub>/v<sub>emulsión</sub>)</b>	<b>Total de Agua en la muestra (%)</b>	<b>Voltaje inicial (V)</b>	<b>Voltaje final (V)</b>	<b>Voltaje promedio (V)</b>
0	22	4200	2800	3500
10	20	4500	3300	3900
20	18	4500	3200	3850
30	17	4900	3300	4100
40	16	5200	3500	4350
50	15	5200	3800	4500
60	14	5600	3800	4700
70	13	6200	4000	5100
80	12	6200	4500	5350
90	10	6600	5300	5950
100	8	7100	5500	6300

APÉNDICE F

REPORTE DEL VOLUMEN DE AGUA SEDIMENTADO LUEGO  
DE LA CENTRIFUGACIÓN PARA LAS EMULSIONES DE ACEMA-100,  
GUARA-2 Y MEREY-31

Tabla 24. Agua sedimentada luego del centrifugado. Acema-100 a 60 °C

Cantidad de fase acuosa en la emulsión (%V <sub>agua</sub> /V <sub>muestra</sub> )	Cantidad de agua sedimentada (%V <sub>agua</sub> /V <sub>agua tot</sub> )	Cantidad de fase orgánica en la emulsión (%V <sub>f.orgánica</sub> /V <sub>muestra</sub> )	Cantidad de agua sedimentada (%V <sub>agua</sub> /V <sub>agua tot</sub> )
47	20,2	53	20,2
56	10,7	61	35,7
62	4,0	66	3,2
67	0,7	71	1,5
71	0,7	74	2,1

Tabla 25. Agua sedimentada luego del centrifugado. Acema-100 a 80 °C

Cantidad de fase acuosa en la emulsión (%V <sub>agua</sub> /V <sub>muestra</sub> )	Cantidad de agua sedimentada (%V <sub>agua</sub> /V <sub>agua tot</sub> )	Cantidad de fase orgánica en la emulsión (%V <sub>f.orgánica</sub> /V <sub>muestra</sub> )	Cantidad de agua sedimentada (%V <sub>agua</sub> /V <sub>agua tot</sub> )
47	4,3	53	10,6
56	2,7	61	8,9
62	8,1	66	2,4
67	3,0	71	1,5
71	3,5	74	0,7

Tabla 26. Agua sedimentada luego del centrifugado. Acema-100 a 100 °C

Cantidad de fase acuosa en la emulsión (%V <sub>agua</sub> /V <sub>muestra</sub> )	Cantidad de agua sedimentada (%V <sub>agua</sub> /V <sub>agua tot</sub> )	Cantidad de fase orgánica en la emulsión (%V <sub>f.orgánica</sub> /V <sub>muestra</sub> )	Cantidad de agua sedimentada (%V <sub>agua</sub> /V <sub>agua tot</sub> )
47	2,1	53	5,3
56	0,9	61	5,4
62	6,5	66	1,6
67	2,2	71	0,7
71	2,1	74	0,7

Tabla 27. Agua sedimentada luego del centrifugado. Guara-2 a 60 °C

Cantidad de fase acuosa en la emulsión (%v <sub>agua</sub> /V <sub>muestra</sub> )	Cantidad de agua sedimentada (%v <sub>agua</sub> /V <sub>agua tot</sub> )	Cantidad de fase orgánica en la emulsión (%V <sub>f.orgánica</sub> /V <sub>muestra</sub> )	Cantidad de agua sedimentada (%v <sub>agua</sub> /V <sub>agua tot</sub> )
40	5,0	60	3,8
50	4,0	67	3,0
57	0,9	71	5,3
63	0,8	75	4,0
67	0,0	78	3,7

Tabla 28. Agua sedimentada luego del centrifugado. Guara-2 a 80 °C

Cantidad de fase acuosa en la emulsión (%v <sub>agua</sub> /V <sub>muestra</sub> )	Cantidad de agua sedimentada (%v <sub>agua</sub> /V <sub>agua tot</sub> )	Cantidad de fase orgánica en la emulsión (%V <sub>f.orgánica</sub> /V <sub>muestra</sub> )	Cantidad de agua sedimentada (%v <sub>agua</sub> /V <sub>agua tot</sub> )
40	5,0	60	5,0
50	4,0	67	4,0
57	6,1	71	7,0
63	0,8	75	4,8
67	0,7	78	3,0

Tabla 29. Agua sedimentada luego del centrifugado. Gara-2 a 100 °C

Cantidad de fase acuosa en la emulsión (%v <sub>agua</sub> /V <sub>muestra</sub> )	Cantidad de agua sedimentada (%v <sub>agua</sub> /V <sub>agua tot</sub> )	Cantidad de fase orgánica en la emulsión (%V <sub>f.orgánica</sub> /V <sub>muestra</sub> )	Cantidad de agua sedimentada (%v <sub>agua</sub> /V <sub>agua tot</sub> )
40	0,0	60	2,5
50	1,0	67	2,0
57	2,6	71	2,6
63	0,8	75	1,6
67	0,7	78	0,7

Tabla 30. Agua sedimentada luego del centrifugado. Mere-31 a 60 °C

Cantidad de fase acuosa en la emulsión (%v <sub>agua</sub> /V <sub>muestra</sub> )	Cantidad de agua sedimentada (%v <sub>agua</sub> /V <sub>agua tot</sub> )	Cantidad de fase orgánica en la emulsión (%V <sub>f.orgánica</sub> /V <sub>muestra</sub> )	Cantidad de agua sedimentada (%v <sub>agua</sub> /V <sub>agua tot</sub> )
22	0,0	78	0,0
35	0,0	82	0,0
44	0,0	84	1,1
51	1,0	86	2,0
57	1,8	88	1,8

Tabla 31. Agua sedimentada luego del centrifugado. Mere-31 a 80 °C

Cantidad de fase acuosa en la emulsión (%v <sub>agua</sub> /V <sub>muestra</sub> )	Cantidad de agua sedimentada (%v <sub>agua</sub> /V <sub>agua tot</sub> )	Cantidad de fase orgánica en la emulsión (%V <sub>f.orgánica</sub> /V <sub>muestra</sub> )	Cantidad de agua sedimentada (%v <sub>agua</sub> /V <sub>agua tot</sub> )
22	0,0	78	0,0
35	1,4	82	1,4
44	3,4	84	1,1
51	1,0	86	4,9
57	1,8	88	1,8

Tabla 32. Agua sedimentada luego del centrifugado. Mere-31 a 100 °C

Cantidad de fase acuosa en la emulsión (%v <sub>agua</sub> /V <sub>muestra</sub> )	Cantidad de agua sedimentada (%v <sub>agua</sub> /V <sub>agua tot</sub> )	Cantidad de fase orgánica en la emulsión (%V <sub>f.orgánica</sub> /V <sub>muestra</sub> )	Cantidad de agua sedimentada (%v <sub>agua</sub> /V <sub>agua tot</sub> )
22	0,0	78	2,3
35	1,4	82	1,4
44	2,3	84	2,3
51	2,0	86	2,0
57	1,8	88	0,9