

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

**ESTUDIO DE LA COALESCENCIA Y SEDIMENTACIÓN DE
EMULSIONES DE AGUA EN ACEITE BAJO EFECTO DE
CAMPO ELÉCTRICO DC**

Presentado ante la Ilustre
Universidad Central de Venezuela
Por el T.S.U. De Almeida M., Armando J.,
y la Br. Rodríguez R., Neliana J.
para optar al Título
de Ingeniero Químico

Caracas, 2006

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

ESTUDIO DE LA COALESCENCIA Y SEDIMENTACIÓN DE EMULSIONES DE AGUA EN ACEITE BAJO EFECTO DE CAMPO ELÉCTRICO DC

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

Presentado ante la Ilustre
Universidad Central de Venezuela
Por el T.S.U. De Almeida M., Armando J.,
y la Br. Rodríguez R., Neliana J.
para optar al Título
de Ingeniero Químico

Caracas, 2006

Caracas, noviembre, 2006

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 T.S.U. Armando J. De Almeida M. y la Bachiller Neliana J. Rodríguez R., titulado:

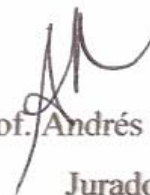
“Estudio de la Coalescencia y Sedimentación de Emulsiones de Agua en Aceite Bajo Efecto de Campo Eléctrico DC”

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**.



Prof. Alí Lara

Jurado



Prof. Andrés Rosales

Jurado



Prof. Carlos Morales

Tutor Académico



Prof. José A. Sorrentino

Tutor Académico

DEDICATORIA

A ti Pancho, mi sobrino y compañero de juegos, porque estando contigo me volví a sentir como el niño que fui. Estabas aquí cuando comencé este camino, no me canso de sentir que te extraño y espero que seas tú quien me abra las puertas del cielo. Te amaré siempre...

A mis padres, Elena y Armindo, por darme el aliento e impulso que necesitaba para alcanzar este sueño de vida que ahora comienza, el ser Ingeniero Químico...

A ti Angel Gabriel, mi sobrino y ahijado, por hacerme sentir niño nuevamente, por motivarme a seguir adelante y por darme la oportunidad de sentirme responsable por tu alegría...

Armando José De Almeida Mejías

*A quienes siempre han sido mis guías y apoyo:
A mis padres, a mis hermanos,
a Carlos y mis amigos quienes me ayudaron
a construir y alcanzar este gran logro.*

*Su amor y su fe en mí, me dan Valor y
Fuerzas para seguir siempre adelante.*

*Los quiere
Neliana José Rodríguez Ruiz.*

AGRADECIMIENTOS

A nuestra alma mater, la Universidad Central de Venezuela, por darnos la oportunidad de formarnos como profesionales en la principal casa de estudios del país, ese patrimonio cultural de la humanidad del cual siempre nos sentiremos muy orgullosos.

A Dios, nuestra fortaleza.

A nuestros tutores, el Msc. Carlos Morales y el Dr. José A. Sorrentino, por su confianza, constante asesoramiento y orientación a lo largo de todo el proceso de desarrollo de nuestro Trabajo Especial de Grado.

A nuestros padres, Elena y Armindo, Rosa y Nelson; quienes nos han dado la formación y enseñanza de corazón para poder lograr esta gran meta.

Al Ing. Alida Padrón por su apoyo y ayuda, constante y desinteresada, en el desarrollo de este trabajo.

Al Sr. Armando Quijada y al T.S.U. Carlos Escalante por su disponibilidad y colaboración en el desarrollo de herramientas necesarias para el logro de los objetivos.

Al T.S.U. Gustavo Landaeta (Departamento de Física en Ingeniería) y al Sr. Pascual Yannotta (Auto-vidrios Los Teques) por su ayuda indispensable en el diseño y puesta en marcha del equipo.

Al T.S.U. Francisco Mejías (I.V.I.C.) por su ayuda en el desarrollo y complemento de nuestras ideas.

A los T.S.U. Nurian Bolívar (I.U.T.), Yenner Bentarcurt (I.U.T.) y Marlyn Liliana De Abreu (INTEVEP) por su gran contribución con parte de los insumos necesarios para el desarrollo de este proyecto.

A la empresa ORINOQUIA por los conocimientos compartidos que nos ayudaron en el logro de los objetivos.

A la Profa. Nólides Guzmán, al Ing. Andrés Rosales y a la Sra. Iraida Rojas por su interés y disposición.

A nuestros compañeros Joel Bauer y Joaquín Aguilar porque su contribución fue de corazón y clave para el logro de metas puntuales dentro del desarrollo de este proyecto.

A Litkalina Zavarce y María Daniela Guerra por su compañía y disposición durante todo el proceso de ejecución del proyecto.

De Almeida M., Armando J.

Rodríguez R., Neliana J.

ESTUDIO DE LA COALESCENCIA Y SEDIMENTACIÓN DE EMULSIONES DE AGUA EN ACEITE BAJO EFECTO DE CAMPO ELÉCTRICO DC

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

Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Química. Año 2006, 145 p.

Palabras Claves: Fosas de Producción, Emulsiones W/O, Deshidratación Electrostática, Coalescencia, Sedimentación, Campos Eléctricos.

Resumen. En las operaciones de producción de petróleo se genera una gran cantidad de residuos sólidos y líquidos (agua y crudo) que son depositados en las llamadas fosas de producción, éstos con el paso de los años han producido una emulsión (del tipo W/O) muy estable, viscosa, envejecida, oxidada y difícil de tratar. Estos residuos representan un fuerte impacto sobre el ambiente, ya que su exposición a la atmósfera genera la contaminación del aire, mientras que por otro lado también se genera la contaminación de los suelos al existir la posibilidad de infiltración hacia cursos de aguas subterráneas.

Por tal motivo, en este trabajo se formula una emulsión sintética estable de agua en parafina (W/O), con un contenido de agua de 50% similar al de la fosa de producción Acema-100 proveniente del Distrito San Tomé (Estado Anzoátegui), para estudiar su mecanismo de ruptura y desestabilización empleando campo eléctrico DC, como fuerza impulsora para promover la separación de fases, en diferentes magnitudes de voltaje y en distintas modalidades de aplicación. Adicionalmente, se propone una metodología de visualización para el estudio de los fenómenos y mecanismos involucrados en la ruptura de la emulsión sintética empleando la técnica de aumento de imagen. Esto con el fin de comprender el proceso de separación de las emulsiones del tipo W/O y, poder así, enfocar los resultados hacia la desestabilización de las emulsiones provenientes de las fosas de producción para lograr la recuperación del crudo y la eliminación de estos pasivos.

Los resultados obtenidos en este trabajo indican que la gravedad, como fuerza impulsora natural, no contribuye a la desestabilización de la emulsión formulada, mientras que la aplicación de campo eléctrico de corriente directa permite la desestabilización y separación de sus fases componentes de manera acelerada.

Al observar la desestabilización de esta emulsión en el tiempo por simple acción de la gravedad, se identificaron dos zonas: la zona de emulsión con alto contenido de fase

interna en el fondo y la zona de fase oleica, libre de fase acuosa, en el tope. Mientras que con la aplicación de campo eléctrico DC, se observaron tres zonas: la zona superior igual al caso anterior (fase oleica), una zona media conformada por emulsión y otra zona inferior donde se concentra la fase acuosa.

En la desestabilización de la emulsión con la aplicación de campo eléctrico en distintas magnitudes de voltajes fijos y continuos (0,50; 0,75; 1,00; 1,25; 1,50; 1,75 y 2,00kV) se observa que existe un voltaje óptimo (en este caso 1,00kV) que puede ser definido como la magnitud por medio de la cual cambia radicalmente la velocidad de separación. De igual manera, se observa que mientras aumenta la magnitud de voltaje aplicado, aumenta la frecuencia a la coalescencia y la velocidad de sedimentación de las gotas de agua contenidas en la emulsión.

Para la desestabilización de la emulsión bajo la aplicación de diversas modalidades de campo eléctrico DC, se realiza la aplicación de voltaje fijo continuo, la intermitencia de voltaje (voltaje en pulso) a diferentes frecuencias (15, 30, 60 y 120s), y el cambio de la polaridad de los electrodos a la magnitud óptima de voltaje; y finalmente, la aplicación de voltaje variable en el tiempo. Los resultados indican que la modalidad de voltaje variable propicia una velocidad de sedimentación inicialmente menor pero con mayor separación en el tiempo que las modalidades fija continua, con cambio de polaridad o en pulso, obteniendo mayor similitud entre estas dos primeras.

Las propiedades de la fosa de producción petrolera “Acema-100”, tales como viscosidad, densidad de las fases que la conforman, edad, salinidad, entre otras; dificultan el proceso de deshidratación electrostática al compararlo con el proceso de separación aplicado a la emulsión sintética formulada.

ÍNDICE DE CONTENIDO

	<i>Pág.</i>
LISTA DE SÍMBOLOS	
CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN	1
1.1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	2
1.2. ANTECEDENTES	4
1.3. OBJETIVOS	6
1.3.1. Objetivo General	6
1.3.2. Objetivos Específicos	6
CAPÍTULO II. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	8
2.1. EMULSIONES	8
2.1.1. Tipos de Emulsiones	9
2.1.2. Rol de los Surfactantes en las Emulsiones	10
2.1.3. Propiedades de las Emulsiones	12
2.1.4. Estabilidad de Emulsiones	14
2.1.5. Formulación de Emulsiones	15
2.2. FUNDAMENTOS EN LA SEPARACIÓN DE EMULSIONES DE AGUA EN ACEITE	20
2.2.1. Mecanismo de Ruptura	21
2.2.2. Métodos de Separación	24
2.2.2.1. Gravedad	24
2.2.2.2. Agentes químicos demulsificantes	25
2.2.2.3. Adición de calor	25
2.2.2.4. Campo eléctrico	26
2.3. AUMENTO DE IMAGEN POR MICROSCOPIA ÓPTICA	30

CAPÍTULO III. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	33
3.1. DESCRIPCIÓN DE EQUIPOS	34
3.2. FORMULACIÓN DE LA EMULSIÓN SINTÉTICA DE AGUA EN ACEITE	38
3.3. ANÁLISIS POR AUMENTO DE IMAGEN	39
3.3.1. Diseño, Montaje y Puesta a Punto del Equipo de Visualización....	39
3.3.1.1. Diseño de una celda de deshidratación electrostática para el estudio por aumento de imagen	39
3.3.1.2. Disposición del Microscopio Estereoscópico Nikon SMZ-U	41
3.3.2. Pruebas Exploratorias con el Equipo de Visualización	41
3.3.3. Preparación de Muestras para el Equipo de Visualización	42
3.3.4. Aplicación de Campo Eléctrico a Muestras en la Celda de Deshidratación Electrostática para el Estudio por Aumento de Imagen	42
3.4. APLICACIÓN DE CAMPO ELÉCTRICO DC PARA LA SEPARACIÓN DE FASES	43
3.4.1. Diseño de una Celda de Deshidratación Electrostática para el Estudio de Separación de Fases	43
3.4.2. Pruebas Exploratorias para la Separación de Fases	45
3.4.3. Preparación de Muestras para la Separación de Fases	45
3.4.4. Aplicación de Campo Eléctrico a Muestras en la Celda de Deshidratación Electrostática para el Estudio de Separación de Fases ...	45
3.5. MANIPULACIÓN DE DATOS	46
3.5.1. Determinación del Efecto de la Variación de Voltaje del Campo Eléctrico DC sobre el Tiempo de Vida Media de las Muestras	47
3.5.2. Determinación del Efecto de la Aplicación de Voltaje del Campo Eléctrico DC en Distintas Modalidades sobre la Emulsión Sintética	47
3.5.3. Determinación del Efecto de la Variación de Voltaje del Campo Eléctrico DC sobre la Temperatura de las Muestras	48
3.5.4. Comparación entre la Emulsión Sintética y la Emulsión	48

Proveniente de la Fosa de Producción Petrolera “Acema-100”	
CAPÍTULO IV. ANÁLISIS DE DATOS	49
4.1. PREPARACIÓN DE LA EMULSIÓN SINTÉTICA	49
4.1.1. Pruebas Realizadas con Surfactante N-40	49
4.1.2. Pruebas Realizadas con Surfactante Span-60	51
4.1.3. Pruebas Realizadas con Surfactante Span-80	52
4.1.4. Barrido de HLB	55
4.2. APLICACIÓN DE CAMPO ELÉCTRICO DC	57
4.2.1. Aumento de Imagen	58
CAPÍTULO V. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	60
5.1. Evaluación de la Estabilidad de la Emulsión Sintética W/O	60
5.2. Análisis de la Puesta en Marcha del Equipo de Visualización con la Emulsión Sintética W/O	63
5.3. Evaluación del Efecto de la Aplicación de Campo Eléctrico DC Sobre la Estabilidad de la Emulsión Sintética W/O	65
5.3.1. Efecto del cambio de la magnitud de voltaje	67
5.3.2. Efecto del cambio de la modalidad de voltaje	73
5.4. Estudio Comparativo Entre la Emulsión Sintética W/O y la Emulsión Proveniente de la Fosa de Producción Petrolera “Acema-100”	81
CAPÍTULO VI. CONCLUSIONES	85
CAPÍTULO VII. RECOMENDACIONES	87
CAPÍTULO VIII. APÉNDICE	88
APÉNDICE A. INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN PARA EL ESTUDIO DE SEPARACIÓN DE FASES DE EMULSIONES DE AGUA EN	88

ACEITE	
APÉNDICE B. INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN DEL EQUIPO DE VISUALIZACIÓN PARA LA DESESTABILIZACIÓN DE EMULSIONES DE AGUA EN ACEITE	101
CAPÍTULO IX. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	123
CAPÍTULO X. ANEXOS	126
ANEXO A. REPORTE DE ESTABILIDAD DE LA EMULSIÓN SINTÉTICA W/O	126
ANEXO B. REPORTES DE LA DESESTABILIZACIÓN DE LA EMULSIÓN SINTÉTICA W/O A DIVERSAS MAGNITUDES DE CAMPO ELÉCTRICO DC	128
ANEXO C. REPORTES DE LA DESESTABILIZACIÓN DE LA EMULSIÓN SINTÉTICA W/O A DIVERSAS MODALIDADES DE CAMPO ELÉCTRICO DC	136
ANEXO D. CÁLCULO DE LA DESVIACIÓN ESTÁNDAR DE LOS DATOS	145

ÍNDICE DE FIGURAS

	<i>Pág.</i>
Figura N° 1. Microfotografía de una emulsión agua en aceite	8
Figura N° 2. Tipos de emulsiones	10
Figura N° 3. Disposición del agente surfactante en la interfase de emulsiones	12
Figura N° 4. Zonas presentes en la desestabilización de emulsiones ...	14
Figura N° 5. Diagrama ternario: Zona de emulsiones	16
Figura N° 6. Algunos tipos de fuerzas de repulsión	23
Figura N° 7. (a) Adhesión, (b) Coalescencia, (c) Encapsulamiento	24
Figura N° 8. Fuerzas que actúan sobre una gota de agua suspendida en un campo eléctrico	27
Figura N° 9. Fuerzas electroforéticas sobre una gota de agua en un campo eléctrico	28
Figura N° 10. Microscopía de Luz	31
Figura N° 11. Microscopio Estereoscópico Nikon SMZ-U	36
Figura N° 12. Cámara captadora de imágenes	36
Figura N° 13. Fuente de poder para alto voltaje variable	37
Figura N° 14. Fuente de poder para alto voltaje fijo	38
Figura N° 15. Celda de deshidratación electrostática de emulsiones W/O para el equipo de visualización	40
Figura N° 16. Soporte para el Microscopio Estereoscópico Nikon SMZ-U	41
Figura N° 17. Celda de deshidratación electrostática para el estudio de separación de fases de emulsiones W/O	44
Figura N° 18. Separación de fases observadas en las emulsiones preparadas con N-40 al 1, 2 y 3% v/v	50

Figura N° 19.	Separación de fases observadas en las emulsiones preparadas con N-40 como surfactante y butanol u octanol como co-surfactante	51
Figura N° 20.	Separación de fases observada en las emulsiones preparadas con Span-80	53
Figura N° 21.	Separación de fases observada en el barrido de salinidad. Emulsiones sin sal y con 1, 4 y 8%p/v de izquierda a derecha	56
Figura N° 22	Separación de fases observada en la emulsión preparada con el colorante después de aplicar campo eléctrico	57
Figura N° 23.	Objetivos que integran el equipo de visualización del Microscopio Estereoscópico Nikon SMZ-U (1X, 1.5X y 2X de izquierda a derecha)	59
Figura N° 24.	Estabilidad de la emulsión sintética W/O por acción de la gravedad y temperatura ambiente de (74,0+/-4,0)°F...	61
Figura N° 25.	Apreciación de la imagen con distintas intensidades de luz, de alta a media alta, en el equipo de visualización para la desestabilización de la emulsión sintética W/O ...	63
Figura N° 26.	Sección de secuencia de fotografías de desestabilización de la emulsión sintética W/O para definir un video con Image Pro Plus.....	64
Figura N° 27.	Separación de la emulsión sintética W/O bajo la aplicación de 60, 300, 900, 1800 y 3600 segundos de campo eléctrico DC a un voltaje de 2,00kV.....	67
Figura N° 28.	Gráfico de variación de porcentaje de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo distintas magnitudes de campo eléctrico DC fijo continuo.....	68

Figura N° 29.	Tiempo aparente de desestabilización de la emulsión sintética W/O a distintas magnitudes de campo eléctrico DC fijo continuo.....	70
Figura N° 30.	Gráfico de variación de los tiempos de vida media de la emulsión sintética W/O bajo distintas magnitudes de campo eléctrico DC con voltaje fijo continuo.....	71
Figura N° 31.	Gráfico de porcentaje de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O luego de la aplicación de dos horas de distintas magnitudes de campo eléctrico DC fijo continuo.....	72
Figura N° 32.	Gráfico de variación del porcentaje de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo diversas modalidades de campo eléctrico DC a 1,00kV – 0,18kV/cm.....	74
Figura N° 33.	Gráfico de variación del porcentaje de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de campo eléctrico DC variable continuo.....	77
Figura N° 34.	Gráfico de variación del voltaje aplicado a la emulsión sintética W/O en el tiempo.....	79

ÍNDICE DE TABLAS

	<i>Pág.</i>
Tabla N° 1. Propiedades de las emulsiones	13
Tabla N° 2. Emulsiones preparadas con mezclas de surfactantes	55
Tabla N° 3. Propiedades de las sustancias puras que componen a la emulsión sintética W/O	62
Tabla N° 4. Efecto del tiempo de sedimentación luego de la aplicación de campo eléctrico DC con un voltaje de 2,00kV a la emulsión sintética W/O	66
Tabla N° 5. Propiedades de las emulsiones del tipo W/O estudiadas ...	83
Tabla N° 6. Estabilidad de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo acción de la gravedad y temperatura ambiente	126
Tabla N° 7. Efecto sobre la temperatura de la emulsión sintética W/O durante la aplicación de campo eléctrico DC (de 2,00kV) a diversos tiempos para luego evaluar la contribución de la gravedad	127
Tabla N° 8. Variación del contenido de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo continuo de 2,00kV	128
Tabla N° 9. Variación de la temperatura de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo continuo de 2,00kV	128
Tabla N° 10. Variación del contenido de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo continuo de 1,75kV	129
Tabla N° 11. Variación de la temperatura de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo continuo de 1,75kV	130

Tabla N° 12.	Variación del contenido de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo continuo de 1,50kV	130
Tabla N° 13.	Variación de la temperatura de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo continuo de 1,50kV	131
Tabla N° 14.	Variación del contenido de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo continuo de 1,25kV	131
Tabla N° 15.	Variación de la temperatura de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo continuo de 1,25kV	132
Tabla N° 16.	Variación del contenido de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo continuo de 1,00kV	132
Tabla N° 17.	Variación de la temperatura de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo continuo de 1,00kV	133
Tabla N° 18.	Variación del contenido de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo continuo de 0,75kV	133
Tabla N° 19.	Variación de la temperatura de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo continuo de 0,75kV	134
Tabla N° 20.	Variación del contenido de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo continuo de 0,50kV	134

Tabla N° 21.	Variación de la temperatura de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo continuo de 0,50kV	134
Tabla N° 22.	Variación de los tiempos de vida media de la emulsión sintética W/O para cada magnitud de campo eléctrico DC con voltaje fijo continuo	134
Tabla N° 23.	Variación de los tiempos aparentes de desestabilización de la emulsión sintética W/O para cada magnitud de campo eléctrico DC con voltaje fijo continuo	135
Tabla N° 24.	Variación de la separación de agua de la emulsión sintética W/O para cada magnitud de campo eléctrico DC con voltaje fijo continuo aplicado por 2 horas	135
Tabla N° 25.	Efecto sobre la temperatura de la emulsión sintética W/O para cada magnitud de campo eléctrico DC con voltaje fijo continuo	135
Tabla N° 26.	Variación del contenido de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de campo eléctrico DC continuo de 1,00kV con cambio de polaridad c/2min	136
Tabla N° 27.	Variación de la temperatura de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de campo eléctrico DC continuo de 1,00kV con cambio de polaridad c/2min	137
Tabla N° 28.	Variación del contenido de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC en pulso de 1,00kVc/2min	138
Tabla N° 29.	Variación de la temperatura de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC en pulso de 1,00kV c/2min	138

Tabla N° 30.	Variación del contenido de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC en pulso de 1,00kVc/1min	139
Tabla N° 31.	Variación de la temperatura de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC en pulso de 1,00kV c/1min	139
Tabla N° 32.	Variación del contenido de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC en pulso de 1,00kVc/30s	140
Tabla N° 33.	Variación de la temperatura de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC en pulso de 1,00kV c/30s	140
Tabla N° 34.	Variación del contenido de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC en pulso de 1,00kVc/15s	141
Tabla N° 35.	Variación de la temperatura de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC en pulso de 1,00kV c/15s	141
Tabla N° 36.	Variación del contenido de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC variable continuo	142
Tabla N° 37.	Variación del voltaje aplicado de campo eléctrico DC a la emulsión sintética W/O en el tiempo	143
Tabla N° 38.	Variación de la temperatura de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC variable continuo	144
Tabla N° 39.	Efecto sobre la temperatura de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de diversas modalidades de campo eléctrico DC	144

LISTA DE SÍMBOLOS

- HLB_m : Parámetro de estabilidad de la mezcla de surfactantes (%)
- HLB_i : Parámetro de estabilidad del surfactante i (%)
- X_i : Fracción molar del surfactante i (adimensional)
- R : Constante de Winsor (adimensional)
- A_{co} : Sumatoria de las interacciones entre el surfactante y la fase aceite (adimensional)
- A_{cw} : Sumatoria de las interacciones entre el surfactante y la fase acuosa (adimensional)
- S : Salinidad de la fase acuosa (% p/p)
- b : Constante de salinidad según el tipo de electrolito (adimensional)
- T : Temperatura del sistema (R)
- a_T : Constante de la temperatura (adimensional)
- c_T : Constante de la temperatura (adimensional)
- v_s : Velocidad de asentamiento de la gota (m/s)
- g : Aceleración de la gravedad (m^2/s)
- d_m : Diámetro de gota (m)
- F : Fuerza de atracción entre gotas del mismo tamaño (dinas)
- K : Constante dieléctrica de la fase dispersa (dinas/ $V^2 \cdot cm^2$)
- E : Gradiente de campo eléctrico (V)
- r : Radio de gota (cm)
- L : Distancia entre los centros de las gotas (cm)
- R_e : Resistencia eléctrica (Ω)
- S_e : Área de la superficie de contacto de los electrodos (cm^2)
- L_e : Distancia entre los electrodos (cm)

S_e/L_e : Constante de la celda (cm)

V : Voltaje (V)

I : Intensidad de la corriente (A)

$fr(\bar{x}_i)$: Densidad de distribución de tamaño de gota (área, volumen, número)

\bar{x}_i : Tamaño promedio de gota (μm)

$Fr(x_i)$: Distribución acumulada de tamaños de gota (%)

x_i : Tamaño particular de gota (μm)

fw: Concentración de agua en la emulsión (%v/v)

Símbolos Griegos

μ_w^* : Potencial químico estándar del surfactante en la fase acuosa (adimensional)

μ_o^* : Potencial químico estándar del surfactante en la fase aceite (adimensional)

σ , k y α : Parámetros característicos del tipo de surfactante usado (adimensional)

$f(A)$: Función dada por el tipo y la concentración de alcohol (adimensional)

$\phi(A)$: Función dada por el tipo y la concentración de alcohol (adimensional)

ΔT : Diferencia de temperatura del sistema referido a la temperatura ambiente (R)

ρ_w : Densidad del agua (Kg/m^3)

ρ_o : Densidad del aceite (Kg/m^3)

μ_o : Viscosidad del aceite (Pa.s)

ρ : Resistividad del medio (Ω/cm)

Abreviaturas

HLB : Parámetro de estabilidad Balance Lipofílico-Hidrofílico del surfactante (adimensional)

EON : Grupo óxido de etileno presente por molécula de surfactante (%)

SAD: Diferencia de afinidad del surfactante (adimensional)

EACN: Número de átomos de carbono de la molécula de n-alcano equivalente (adimensional)

DTG: Distribución de Tamaño de Gotas (μm)

DTP: Distribución de Tamaño de Partículas (μm)

SOW: Surfactante-Aceite-Agua (adimensional)

LSM-UCV: Laboratorio de Separaciones Mecánicas de la Universidad Central de Venezuela.

CAPÍTULO I

INTRODUCCIÓN

Las etapas de separación son parte fundamental de muchos procesos industriales en el mundo entero y le dan el valor agregado al producto final, sobre todo en la industria de producción petrolera donde la materia prima (crudo de pozo) proviene con un contenido de agua y sólidos que son indeseables para los posteriores procesos de manejo de fluidos, tratamiento y refinación.

Los procesos de separación y deshidratación comúnmente usados para emulsiones o mezclas de agua, crudo y sólidos se basan en la sedimentación, el uso de agentes químicos demulsificantes, la aplicación de calor, y/o la aplicación de campo eléctrico; los cuales provocan los fenómenos y mecanismos de ruptura que conllevan a la separación de los componentes. Estas técnicas también pueden ser empleadas para el tratamiento y aprovechamiento de los desechos de producción petrolera, representando beneficios ambientales y económicos por la disposición de desechos y recuperación del crudo comercial.

Estas operaciones de separación dependen fundamentalmente de las características de la emulsión. Las gotas presentes en diferentes formas y tamaños influyen significativamente en el proceso de separación. También tienen efecto sobre este último las variaciones en las demás propiedades características de la emulsión, tales como la densidad de las fases presentes, conductividad, viscosidad, tensión interfacial, y edad de la misma, que pueden traer cambios en la velocidad de sedimentación.

En la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad Central de Venezuela se está desarrollando una línea de investigación, como parte integral del Trabajo Doctoral del Profesor Carlos Morales en la Universidad Técnica de Cottbus en Alemania y en cooperación con la Universidad Central de Venezuela, cuya visión o enfoque es el estudio de la estabilidad y separación de las fases presentes en

emulsiones de agua en aceite bajo efecto de campo eléctrico de corriente DC tomando en cuenta la existencia de tecnologías o equipos para aplicaciones de desalación y deshidratación de emulsiones de agua en crudo, pero con poco conocimiento de los fenómenos involucrados en el proceso de desestabilización donde podría encontrarse la clave para la extensión de la aplicabilidad de dichos equipos con las modificaciones pertinentes para el tratamiento de emulsiones provenientes de fosas de producción cuya fisicoquímica es sustancialmente más compleja.

Con este trabajo se pretende desarrollar un procedimiento que permita determinar el efecto que tiene la aplicación de campo eléctrico de corriente directa en la estabilidad de emulsiones de agua en aceite, visualizando los fenómenos y mecanismos involucrados. La efectividad de la técnica para la desestabilización de emulsiones es medida en términos de la cantidad de agua coalescida o aceite clarificado según convenga.

1.1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

A lo largo de la vida productora de un pozo petrolero existe la tendencia general de un aumento en la proporción de agua, cuando el nivel aceptable en las refinerías es menor al 1%. El agua proviene del mismo yacimiento y/o de diversas operaciones de recuperación; su presencia es indeseable no sólo porque es una impureza sin valor, sino porque el agua contiene sales inorgánicas susceptibles de provocar la corrosión y obstrucción de las instalaciones de transporte y refinación (Salager, 1999).

Un residuo de fosas de producción petrolera es un desecho de la industria de producción de petróleo que consiste en un crudo que contiene una cantidad de agua indeseable, sedimentos y otros desechos; el cual es depositado en piscinas dispuestas al aire libre y en contacto directo con el suelo, donde se almacena el crudo fuera de especificación envejeciéndose con el tiempo, haciendo que su contenido de agua sea más difícil de separar; es decir, este residuo se convierte en una emulsión

cinéticamente muy estable en el tiempo gracias a la presencia de sustancias químicas (agentes emulsificantes o surfactantes naturales) y a las condiciones climáticas a la que es sometido por años.

En Venezuela se tienen unas 12 mil fosas de producción que representan un gran volumen de pasivos ambientales que no han sido tratados, sin embargo en la actualidad existen regulaciones ambientales internacionales que promueven la producción limpia y la eliminación de estos pasivos. En vista de esto, el gobierno y la industria petrolera nacional (PDVSA) ya han hecho varios intentos en pro del saneamiento de los pasivos ambientales y han tenido éxito tanto en el tratamiento de las aguas como en la recuperación de los suelos, pero los intentos por recuperar el crudo han fracasado debido a que todas las fosas de producción petrolera poseen propiedades características muy diferentes, inclusive dentro de una misma piscina, y el enfoque de una sola técnica para el tratamiento de todas no es viable. Por lo tanto, debido a la alta estabilidad que poseen estas mezclas, nace la necesidad de realizar estudios sobre el comportamiento de las emulsiones del tipo agua en aceite (W/O), así como de las variables que influyen en la desestabilización y separación de sus fases componentes, con la finalidad de extrapolar resultados a las dispersiones que conforman las fosas de producción.

Una técnica usada a nivel mundial y que hace posible la separación de emulsiones muy estables es la deshidratación electrostática, la cual se basa en la aplicación de campo eléctrico a una emulsión para generar la desestabilización y separación de sus fases componentes de manera acelerada; por lo tanto, se considera este método como el adecuado para el presente estudio.

1.2. ANTECEDENTES

El método más usado en las industrias para la ruptura o desestabilización de emulsiones se basa en el uso de agentes químicos demulsificantes, pero su uso representa un costo elevado, sobre todo para sistemas de gran estabilidad. No obstante, se han venido realizando estudios para lograr los mismos resultados en la ruptura de emulsiones, pero disminuyendo la dosis de agentes químicos al combinarlos con otros métodos de desestabilización.

Una investigación técnica realizada por Eow y Ghadiri en el 2002, basada en el estudio de la coalescencia de gotas de agua en aceite bajo campo eléctrico, permitió conocer que para lograr la coalescencia de gotas se requiere de un campo eléctrico de alta tensión, pero limitado por cierto rango según el tamaño de las gotas. Los investigadores realizaron sus experimentos en una celda electrostática rectangular dispuesta horizontalmente con los electrodos a sus extremos, y observaron el fenómeno de coalescencia empleando la técnica de microscopía óptica, utilizando un campo eléctrico DC estrecho entre 3,5 y 3,8 kV/cm para emulsiones de agua en aceite de 1,2mm de diámetro promedio, ya que un campo de mayor magnitud tendía a romper y dispersar a la gota estudiada. Las muestras fueron caracterizadas previamente; sin embargo, el video obtenido les permitió realizar la caracterización de la muestra en cualquier instante de la prueba mediante un análisis de imagen en un software.

En el 2003, Novales, Papineau, Sire y Axelos desarrollaron un método para la caracterización de emulsiones y suspensiones a través de la técnica de análisis de imagen asistida por videos; lo cual consistió en preparar emulsiones y suspensiones, no muy estables, para que se separaran sus fases componentes en un tubo cilíndrico transparente por acción de la gravedad donde con una cámara se realizaba una secuencia de fotografías que permitían desarrollar un video con el cual se lograba determinar la distribución de tamaños de gotas (DTG), el tiempo de separación y los volúmenes de las fases presentes. Las conclusiones más importantes de la experiencia

del trabajo en cuestión indican que la técnica permite una caracterización relativamente rápida, se requiere de buen foco de luz y no se modifica o destruye a la muestra que se analiza, siempre y cuando exista un control de la temperatura del sistema, variable que afecta directamente al proceso de coalescencia y sedimentación.

En este trabajo se formula una emulsión estable de agua en parafina y se determinan sus propiedades (densidad y viscosidad), para luego someterla a la aplicación de campo eléctrico DC quien es el promotor de su desestabilización. La estabilidad del sistema, bajo estas condiciones, es medida en términos de la cantidad de agua sedimentada. Adicionalmente, se desarrollan dos instructivos, uno para el estudio de la separación de las fases presentes en las emulsiones W/O bajo aplicación de campo eléctrico, y otro para realizar el análisis cualitativo de la electrocoalescencia en las emulsiones mediante un sistema de visualización.

Marfisi en el 2004, presenta su tesis doctoral sobre la estabilidad de emulsiones relacionada con el proceso de deshidratación de crudos. Evaluó cuatro tipos de químicos deshidratantes a base de resinas fenol formaldehído etoxiladas, siliconas y nonil fenol etoxilados, realizando pruebas de separación con presencia y ausencia de 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.

Padrón y Zúñiga (2005), desarrollaron un procedimiento de caracterización de emulsiones combinando la técnica de microscopía óptica y los métodos estándares ASTM, específicamente el de destilación para la determinación del contenido de agua y el de extracción para el contenido de sólidos. El método aporta información adicional que no puede obtenerse de ninguna de las técnicas por separado y que tiene que ver con el estado de la dispersión, como el porcentaje de gotas aglomeradas y de partículas muy pequeñas, que representan una valiosa información para el estudio de la estabilidad y posibles tratamientos de las muestras para su exitosa separación.

1.3. OBJETIVOS

Los objetivos considerados para el desarrollo de esta investigación son los siguientes:

1.3.1. Objetivo General

Determinar el efecto que tiene la aplicación de campo eléctrico de corriente DC en la estabilidad de emulsiones de agua en aceite y desarrollar una metodología de visualización para el estudio de los fenómenos y mecanismos involucrados, empleando la técnica de aumento de imagen.

1.3.2. Objetivos Específicos

- (a) Diseñar, construir, montar y poner en marcha el equipo de visualización constituido por una celda transparente provista de electrodos que simulará a un deshidratador electrostático, una fuente de poder de alto voltaje y un sistema óptico de aumento de imagen con cámara de video.
- (b) Realizar el estudio cualitativo de los fenómenos de coalescencia y sedimentación, empleando aumento de imagen asistido por video, en emulsiones estables de agua en aceite bajo la influencia de campo eléctrico de corriente DC.
- (c) Determinar el efecto de la variación de voltaje del campo eléctrico DC sobre la estabilidad de emulsiones de agua en aceite en base a la eficacia de la separación.

- (d) Realizar un estudio comparativo, cualitativo y cuantitativo, de los resultados obtenidos con emulsiones modelo y con residuos de fosas de producción puntualizando sus diferencias y similitudes.

CAPÍTULO II

REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

Para comprender la importancia de los fenómenos de coalescencia y sedimentación de las fases presentes en emulsiones estables, es necesario hacer referencia a sus propiedades y mecanismos de ruptura, a los aspectos básicos de separación de fases y a la técnica empleada para el análisis de dichos fenómenos como lo es la microscopía óptica.

2.1. EMULSIONES

Las emulsiones son suspensiones relativamente estables de pequeñas gotas de un líquido que se encuentran dispersas en otro líquido, los cuales a su vez son inmiscibles. En la Figura N° 1 se muestra una microfotografía de una emulsión de agua en aceite, donde el agua presente como finas gotas conforma la fase dispersa o interna, mientras que el aceite que le rodea constituye la fase continua o externa.

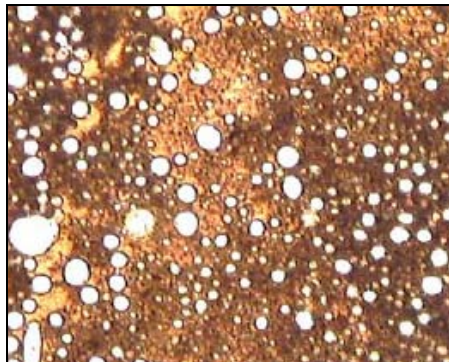


Figura N° 1. Microfotografía de una emulsión agua en aceite (Padrón y Zúñiga, 2005).

Las dispersiones líquido-líquido algunas veces son clasificadas de acuerdo al tamaño de las gotas dispersas; considerándose como *macroemulsión* cuando el rango

de las gotas es de 10 a 150 micras y como *microemulsión* o micela cuando el tamaño de gotas varía de 0,5 a 10 micras (Schramm, 1992). Una *microemulsión* no es clasificada como una emulsión, sino una sola fase de estabilidad infinita, por tanto es estable desde el punto de vista termodinámico (Salager, 1999); en cambio, una *macroemulsión* si es considerada una emulsión porque su estabilidad es finita en el tiempo y es el objeto de estudio en esta investigación.

Los tres requisitos para formar una emulsión son dos líquidos inmiscibles, suficiente agitación para dispersar un líquido en pequeñas gotas y un emulsificador o surfactante para estabilizar las gotas dispersas. Dos líquidos puros inmiscibles no pueden formar una emulsión estable, sin la presencia de fuerzas estabilizadoras de la emulsión.

2.1.1. Tipos de Emulsiones

Las emulsiones se clasifican de acuerdo a la naturaleza de su fase dispersa, teniéndose por lo general a las emulsiones del tipo aceite en agua (O/W) y a las emulsiones del tipo agua en aceite (W/O). También puede darse el caso más complejo, donde se formen emulsiones múltiples, en las cuales el líquido que conforma la fase más dispersa es a su vez el mismo líquido que conforma la fase más continua (O/W/O y W/O/W). La simbología con la que se representa cada tipo de emulsión consiste en las siglas en inglés de las sustancias que la componen, indicando desde la fase más interna hasta la fase más externa. Un sistema de cada una de estas emulsiones es como el que se presenta en la Figura N° 2 a continuación.

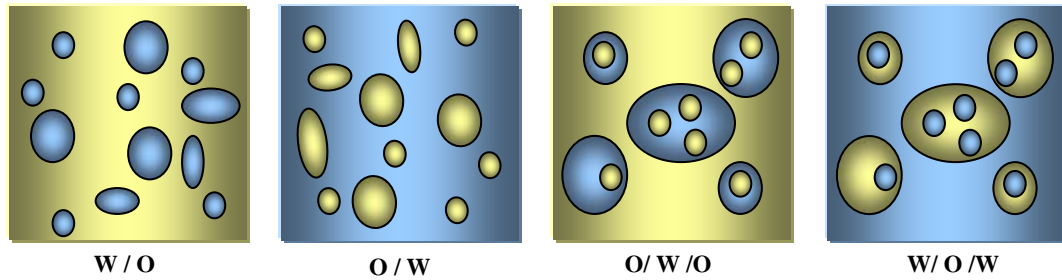


Figura N° 2. Tipos de emulsiones.

El tipo de emulsión formada depende fundamentalmente de la naturaleza del agente emulsionante, estando también influenciado por el método de preparación de la emulsión, así como por la proporción relativa de aceite y agua presentes. Los agentes emulsificantes relativamente hidrofílicos, forman en general, emulsiones O/W; mientras que los lipofílicos, favorecen la formación de emulsiones W/O (Méndez, 1992).

Las emulsiones en general pueden ser clasificadas como duras y suaves. Por definición una emulsión dura es muy estable y difícil de romper, principalmente porque las gotas dispersas son muy pequeñas. Por otro lado, una emulsión suave es una dispersión inestable y fácil de romper. En otras palabras, cuando un gran número de gotas de agua de gran diámetro están presentes, ellas a menudo se separan fácilmente por la fuerza gravitacional (Schramm, 1992).

2.1.2. Rol de los Surfactantes en las Emulsiones

La presencia de un agente surfactante es lo que permite controlar los diferentes fenómenos involucrados en la ruptura de emulsiones, cuya escala de tiempo puede variar de una fracción de segundo a varios años y hasta más en sistemas perfectamente metaestables (Salager, 1999).

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 en forma orientada, disminuyendo la tensión interfacial del sistema (Marfisi, 2004).

Los surfactantes estabilizan las emulsiones por migración a la interfase aceite-agua y forman una película interfacial alrededor de las gotas. Las moléculas de surfactante se alinean en la interfase orientando su extremo polar hidrofílico hacia la fase acuosa, mientras el extremo no polar hidrofóbico se orienta hacia la fase aceite. Esta película estabiliza la emulsión debido a las siguientes causas (Schramm, 1992):

- (a) Reduce las fuerzas de tensión superficial que se requiere para la coalescencia de las gotas. Este decremento en la tensión superficial puede ser significativo, ya que añadiendo menos de 1% de un surfactante se puede reducir la tensión interfacial de las gotas de aceite en agua de 30-35mN/m.
- (b) Forman una barrera viscosa que inhibe la coalescencia de las gotas. Este tipo de película ha sido comparada como una envoltura plástica.
- (c) Si el surfactante es polar, alineado en la superficie de las gotas de agua, su carga eléctrica provoca que se repelan unas gotas con otras.

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 cerca del otro 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 (Marfisi, 2004). También existen los *surfactantes anfotéricos* que se caracterizan por presentar, por un lado, un ión cargado negativamente y, por otro lado, un ión cargado positivamente; este tipo de agente es el menos usado en la industria, sin embargo su uso depende del tipo de fases presentes ya que de acuerdo al medio en que se encuentre puede actuar como aniónico o catiónico.

La manera en que actúan los surfactantes en general, se debe a su *adsorción* en la interfase, donde se adhiere dejando la cabeza polar orientada hacia el ambiente

acuoso mientras la cadena lipofílica se adhiere a la superficie de la interfase aceite. Los surfactantes también pueden formar micelas (polímeros de agregación, con gotas de tamaño entre 10-100Å) gracias a su capacidad de *asociación*. En la Figura N° 3 se presenta el ordenamiento y fijación de las moléculas de surfactantes a la interfase agua-aceite para los casos de emulsiones del tipo O/W y W/O, en los cuales las cabezas hidrofílicas se orientan hacia la zona acuosa (lado azul) y las colas hidrofóbicas hacia la zona oleosa (lado amarillo).

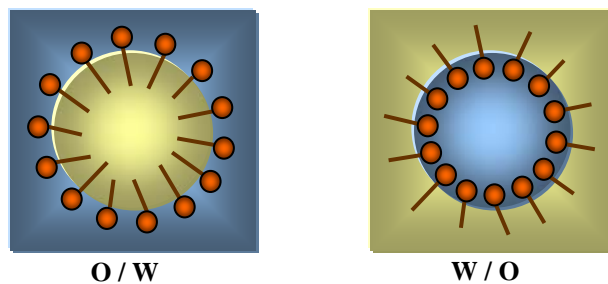


Figura N° 3. Disposición del agente surfactante en la interfase de emulsiones.

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, y por tanto su tamaño puede aumentar considerablemente. En ciertos casos el tamaño de las micelas aumenta también con otros factores como la presencia de alcohol, o un gran incremento en la concentración del surfactante.

2.1.3. Propiedades de las Emulsiones

Las propiedades más importantes que permiten caracterizar las emulsiones se resumen a continuación en la Tabla N° 1:

Tabla N° 1. Propiedades de las emulsiones.

PROPIEDAD	DEFINICIÓN	EFECTO EN LA EMULSIÓN	
		Baja	Alta
Conductividad	Capacidad de la emulsión para transportar corriente.	Cuando se trata de emulsiones del tipo W/O.	Cuando se trata de emulsiones del tipo O/W.
Viscosidad	Resistencia de la emulsión a deformarse por parte de la capa de surfactante adsorbida. Ésta es dada por el tipo de fase externa, el contenido de fase interna, y la distribución de tamaño de gotas.	Normal para emulsiones estables del tipo O/W. Indica que una emulsión es probablemente inestable, sobre todo cuando se trata de emulsiones del tipo W/O.	Para emulsiones W/O es estable porque disminuye el coeficiente de difusión y la frecuencia de colisión de las gotas.
Tamaño de gotas y tipo de distribución	Diámetro promedio del tamaño de todo el conjunto de gotas presentes en la fase dispersa de la emulsión. Cuando se habla de tamaño de gotas se refiere a la Distribución de Tamaño de Gotas o DTG, lo cual representa la tendencia general del conjunto de diámetros de las gotas presentes.	Gotas muy pequeñas producen emulsiones más estables. Una tendencia monodispersa (de un pico estrecho) es lo ideal para la estabilidad; sin embargo si es polidispersa (un pico un poco más amplio) también puede llegar a ser conveniente.	Las gotas más grandes tienden a atraer a gotas más pequeñas (distribución bimodal) produciendo emulsiones inestables. La experiencia señala que una amplia distribución de tamaños de gotas produce una emulsión menos estable que una distribución estrecha.
Tensión interfacial	Energía necesaria para aumentar la superficie de interfase mediante el aumento del área de las gotas.	A una baja tensión interfacial, el tamaño general de las gotas se hace pequeño (aumenta el área de interfase), por lo que se pueden dispersar de manera más uniforme en la fase continua haciendo estable la emulsión.	Es probablemente inestable.
Diferencia de densidades	Valor cuantitativo dado por la diferencia entre la magnitud de la densidad de la fase dispersa y la magnitud de la densidad de la fase continua.	Es probablemente muy estable, ya que la fuerza neta de gravedad que actúa en una gota es directamente proporcional a la diferencia de densidades, lo cual permite que dicha fuerza aumente para impedir la sedimentación de las gotas.	Aumentando la diferencia de densidad por incremento de la temperatura se logra aumentar la velocidad de sedimentación de las gotas y por ende, se hace inestable acelerando la coalescencia.
Salinidad	Concentración de sal presente en la fase acuosa. Esta propiedad tiene efecto sólo en emulsiones que poseen surfactantes del tipo iónico.	Favorece la estabilidad de las emulsiones.	Suele formarse emulsiones inestables.
Edad	Tiempo medido desde el instante en que la emulsión ha sido formulada hasta que se separen sus fases componentes.	Podría llegar a ser menos estable porque aún la película de surfactante que rodea a las gotas no es lo suficientemente gruesa, fuerte y dura.	Incrementa la estabilidad de la emulsión porque permite que los surfactantes migren a la interfase de la gota.

2.1.4. Estabilidad de Emulsiones

Se puede decir que la estabilidad de una emulsión se refiere a la capacidad que tiene el sistema para permanecer estable o emulsionado con el pasar del tiempo. A nivel experimental, es relativamente fácil decir cuando una emulsión se ha roto, pero es difícil definir un valor de su estabilidad. Sin embargo, una medida de la estabilidad de una emulsión consiste en determinar la variación del número o de la distribución de tamaño de gotas (en una sección de la muestra) en función del tiempo.

La estabilidad de una emulsión se relaciona con el volumen de las fases separadas. Después de algún tiempo el sistema se separa típicamente en dos o tres zonas: una zona central que contiene una nata o emulsión de alto contenido de fase interna y dos fases separadas: la interna y la externa (ver Figura N° 4).

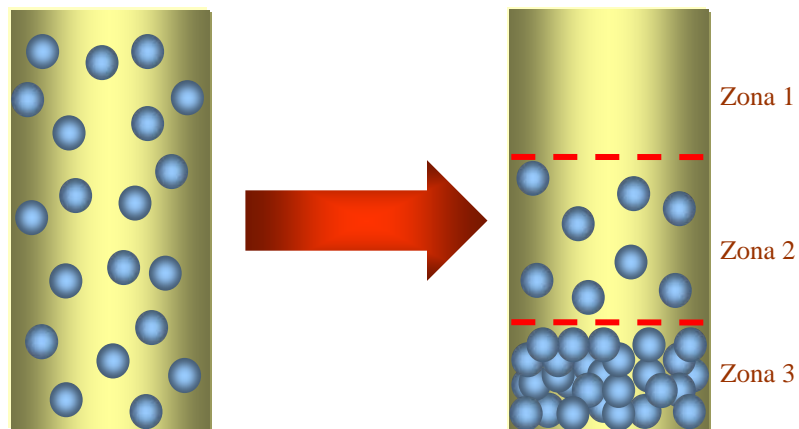


Figura N° 4. Zonas presentes en la desestabilización de emulsiones.

En general, los parámetros que afectan la estabilidad de las emulsiones son:

- (a) *Temperatura*: al aumentar la temperatura, la viscosidad del sistema disminuye y se facilita la floculación (aglomeración de gotas). Un aumento de la temperatura tiende a reducir la rigidez de la película interfacial existente entre el medio disperso y el medio continuo, y por ende a desestabilizarlas. Sin embargo, también puede producir una aceleración del proceso de formación

de dichas películas, ya que aumenta el valor del coeficiente de difusión de los surfactantes naturales.

- (b) *Surfactantes*: el tipo y la concentración de surfactantes juegan un rol muy significativo en la estabilidad de las emulsiones, ya que aumentan el tiempo de desestabilización y, por lo tanto, tienden a estabilizar la emulsión.
- (c) *Contenido de agua*: es un factor importante porque 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.
- (d) *Envejecimiento*: cuando un aceite emulsionado es almacenado y no se trata, una cierta cantidad de agua precipita por gravedad y otra parte se mantiene emulsionada favoreciendo la estabilidad en el tiempo.

2.1.5. Formulación de Emulsiones

Al momento de realizar la formulación de emulsiones se deben considerar los siguientes aspectos:

- (a) *Elegir el surfactante*: para esto, se deben tomar en cuenta la compatibilidad con las sustancias activas, el tipo de emulsión deseada, su costo, y su estabilidad con respecto al tiempo. Muchas emulsiones requieren más de un emulsificante para aumentar su estabilidad.
- (b) *Elección de la fase grasa*: las sustancias lipídicas que se utilizan y sus cantidades se determinan por el uso final de la emulsión, la consistencia y por las posibles incompatibilidades con otras sustancias.
- (c) *Sustancias adicionales*: dependen del uso final para el cual se destina la emulsión (farmacéutico, químico, alimenticio, etc.). Esto determina la adición o no de otras sustancias como antisépticas, antioxidantes, espesantes, etc.

De forma general, sólo se obtienen emulsiones para ciertas proporciones de sus fases. La Figura N° 5 muestra por medio de un diagrama ternario las zonas correspondientes a cada textura o apariencia de las emulsiones formadas por las diversas proporciones de las fases agua, aceite de parafina y un agente surfactante (tensoactivo) no iónico que posee un HLB=8,5. Cuando se busca formar emulsiones estables el objetivo es lograr lo que en esta figura se denomina emulsión fina, la cual es representada por la zona sombreada.

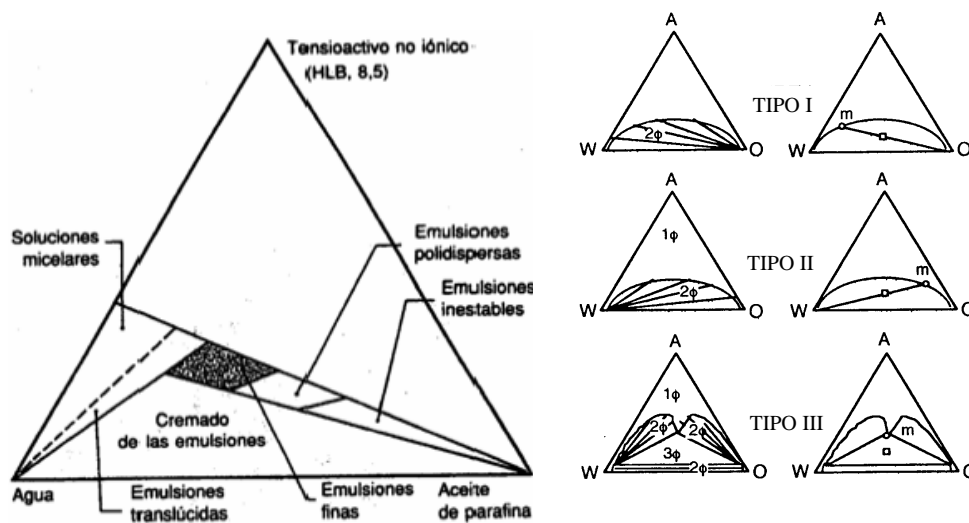


Figura N° 5. Diagrama ternario: Zona de emulsiones (Salager, 1999).

La técnica para preparar emulsiones se basa principalmente en la presencia de las cantidades apropiadas de agua y aceite, y la incorporación del surfactante adecuado junto a un co-surfactante (alcohol) en las cantidades apropiadas; pero sobre todo se basa en la adición de energía (por agitación) para lograr la formación de gotas y su dispersión en la fase continua.

Los equipos usados con este fin son numerosos, pero se pueden clasificar en cuatro categorías, tales como agitadores mecánicos, homogeneizadores, molinos coloidales y ultrasonido.

El control de calidad que se realiza a las emulsiones se basa en el control del tamaño de las gotas, la velocidad de sedimentación, la medición de la viscosidad, los controles químicos de principios activos, y en los controles microbiológicos y caracteres organolépticos, cuando sea necesario.

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

- (a) *La salinidad de la fase acuosa* (% NaCl respecto al agua) a bajas concentraciones le confiere mayor polaridad al agua para adsorber con mayor intensidad el lado polar de los surfactantes iónicos (catiónicos o aniónicos). En las emulsiones preparadas con surfactantes no iónicos, esta variable no presenta gran efecto.
- (b) *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. En el caso de aceites complejos e incluso para crudos, se usan reglas de mezcla lineales con base en las fracciones molares. Mientras mayor sea el ACN del aceite mayor será la afinidad del surfactante con éste.
- (c) *HLB* (Balance Lipofílico-Hidrofílico), es un parámetro que reporta una medida de la afinidad relativa del surfactante para las fases agua y aceite. Cuando el HLB tiende a un valor de cero (0), la afinidad del surfactante será hacia el aceite y se podrán formar emulsiones del tipo W/O, mientras que si éste tiende a un valor de veinte (20) será más afín al agua y se tendrán emulsiones del tipo O/W. El HLB se determina mediante la Ecuación N° 1 (Ec. 1), y por la Ecuación N° 2 (Ec. 2) cuando se trata de una mezcla de surfactantes:

$$HLB = \frac{\%EON}{5} \quad (\text{Ec. 1})$$

$$HLB_m = \sum HLB_i \cdot X_i \quad (\text{Ec. 2})$$

- (d) *La presencia de alcoholes*, con referencia al tipo y concentración, permiten darle cierta afinidad al surfactante para que éste sea absorbido principalmente por una de las fases. Los alcoholes de cadena corta y lineal (C₄) tienden hacia la fase acuosa aportándole más afinidad al surfactante a este medio, mientras que los de cadena larga y lineal (C₁₂) aportan mayor afinidad del surfactante hacia la fase oleica; sin embargo lo más usual es emplear un alcohol comprendido entre butanol y dodecanol para que pueda cumplir su función como co-surfactante en el sistema SOW. En las emulsiones preparadas con surfactantes del tipo iónico, los alcoholes no tienen gran efecto.
- (e) *La temperatura* afecta de manera notoria cuando se trata de emulsiones formuladas con surfactantes no iónicos, pero en general el aumento de ésta altera la estabilidad, por lo tanto su formulación debe hacerse a temperatura controlada.

Cuando se juega con las variables de formulación (barrido) existe un valor denominado *formulación óptima*, en el cual (Marfisi, 2004):

- (a) Se iguala la afinidad del surfactante por las fases acuosa y oleica.
- (b) La tensión interfacial pasa por un mínimo.
- (c) La solubilidad del agua y del aceite con el surfactante pasan por un máximo.
- (d) La estabilidad de la emulsión toma un valor mínimo.
- (e) En presencia de un alcohol adecuado algunos sistemas exhiben un comportamiento trifásico, con una fase media que consiste en una microemulsión en equilibrio con las fases en exceso de agua y aceite.

Generalmente el comportamiento de fase se representa en función de la composición de cada componente del sistema en un diagrama ternario de Winsor como el que se presenta en la Figura N° 5 (Tipo I, II y III).

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

$$R = \frac{A_{co}}{A_{cw}} \quad (\text{Ec. 3})$$

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 $\bar{2}$ y se representa tal como se muestra el diagrama ternario Tipo I de la Figura N° 5.

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 $\underline{2}$, tal como en el caso del diagrama ternario Tipo II de la Figura N° 5.

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, tal como se puede apreciar en el diagrama ternario Tipo III de la Figura N° 5.

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 pesar de que esta relación es muy útil para entender cualitativamente lo que pasa en la interfase, el estado actual de la termodinámica del estado líquido no permite estimar el valor de tales interacciones, y se debe recurrir a otros modelos (Salager, 1984).

A partir de trabajos especialmente relacionados con la condición de obtención de un sistema trifásico y el conocimiento de las diferentes variables fisicoquímicas, fue posible establecer un modelo termodinámico basado en los potenciales químicos que permite estimar la diferencia de afinidad del surfactante (SAD) entre las fases. Este modelo se presenta a continuación:

$$\text{SAD} = \mu_w^* - \mu_o^* \quad (\text{Ec. 4})$$

En la actualidad se plantean dos correlaciones importantes que toman en cuenta las variables de formulación y el ambiente fisicoquímico del sistema SOW según el tipo de surfactante (Salager, 1979; Bourrel et al, 1980; 1988):

(a) Para surfactantes iónicos:

$$\frac{SAD}{RT} = \sigma + \ln S - kEACN - f(A) - a_T \Delta T \quad (\text{Ec. 5})$$

(b) Para surfactantes no iónicos:

$$\frac{SAD}{RT} = \alpha - EON + bS - kEACN - \phi(A) + c_T \Delta T \quad (\text{Ec. 6})$$

Cuando la diferencia de afinidad del surfactante (SAD) varía de positivo a negativo se obtiene un barrido de formulación, y el sistema surfactante-aceite-agua exhibe una serie de propiedades cualquiera sea la variable de formulación utilizada para modificar SAD (Salager, 1983; Antón et al., 1985; 1997). Cuando SAD=0 la afinidad del surfactante con la fase acuosa equilibra exactamente su afinidad para la fase aceite (punto de formulación óptima); 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 (Marfisi, 2004).

2.2. FUNDAMENTOS EN LA SEPARACIÓN DE EMULSIONES DE AGUA EN ACEITE

Estos fundamentos involucran principalmente dos etapas: una primera etapa de desestabilización o ruptura que puede ser entendida por un mecanismo y una segunda etapa que comprende la separación física de las fases componentes.

2.2.1. Mecanismo de Ruptura

La ruptura de una emulsión involucra diferentes etapas que se clasifican de acuerdo al orden cronológico de ocurrencia. Estas etapas se pueden resumir de la siguiente manera:

Etapa N° 1: Acercamiento macroscópico de gotas

La primera etapa corresponde a un acercamiento de dos gotas o más, debido a la sedimentación por acción de la fuerza de gravedad, lo cual es dado por la Ley de Stokes (Ec. 7), basada en la suposición de que las gotas son esféricas y rígidas.

$$v_s = \frac{g \cdot d_m^2 \cdot (\rho_w - \rho_o)}{18 \cdot \mu_o} \quad (\text{Ec. 7})$$

Para aumentar la velocidad de asentamiento de las gotas (sedimentación) se puede emplear calor, ya que éste permite reducir la viscosidad de la fase externa y aumentar la diferencia de densidad entre los fluidos. También se puede emplear fuerzas diferentes a la de gravedad para aumentar la velocidad de contacto y/o el tamaño de la gota, tal como la centrifugación, las fuerzas capilares con filtros coalescedores o fuerzas electrostáticas (Marfisi, 2004).

La fuerza responsable de la aglomeración de gotas es la fuerza de atracción o de Van Der Walls entre las moléculas absorbidas del emulsificante.

Los métodos de deshidratación tienden a favorecer la floculación (aglomeración de gotas) mediante una reducción de las fuerzas repulsivas o la formación de fuerzas atractivas adicionales. También se intenta acelerar la floculación con aditivos químicos y reducir las propiedades viscosas de la película absorbida de emulsificante por desplazamiento de otros surfactantes y/o aumento de la temperatura (MARAVEN, 1982).

Etapa N° 2: Drenaje de la película intergota

Al culminar la etapa anterior, las gotas se deforman y se genera una película interfacial entre dos gotas, dando así inicio a fenómenos interfaciales relacionados con la presencia de los surfactantes adsorbidos y al drenaje de la película intergota. De esta etapa depende, en gran parte, la rapidez de rompimiento de la emulsión (Schramm, 1992).

Cuando dos gotas se aproximan una a la otra debido a las fuerzas gravitacionales, fuerzas de atracción, convección térmica y/o agitación, se crea un flujo de líquido entre la superficie de las gotas. La velocidad con que se efectúa el drenaje de la película depende de las fuerzas que actúan en la interfase.

El flujo de líquido trae consigo moléculas de surfactantes y otras partículas de actividad superficial que se adsorben en la interfase, lo cual origina un gradiente de concentración de dichas moléculas dando lugar a una disminución en el valor local de la tensión interfacial.

Al adicionar al sistema un surfactante capaz de reducir significativamente la tensión interfacial, sus moléculas se adsorben en los espacios vacíos entre los surfactantes originales, y el gradiente de tensión aumenta; esto induce al drenaje de la película intergota (Marfisi, 2004).

Entre las fuerzas de repulsión presentes en la interfase que afectan el drenaje de la película se tienen (ver Figura N° 6):

- (a) La repulsión electrostática dada entre iones de igual carga.
- (b) La repulsión estérica dada entre grupos lipofílicos u otros componentes.
- (c) El efecto electroviscoso que se genera al drenarse la película intergota que arrastra los iones.
- (d) El aumento de la viscosidad interfacial que hace rígida la superficie de la gota.

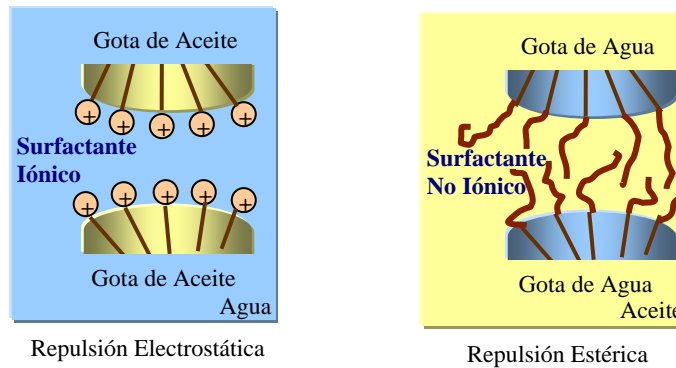


Figura N° 6. Algunos tipos de fuerzas de repulsión.

Etapa N° 3: Coalescencia

La coalescencia 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 las dos gotas (Marfisi, 2004).

Para que se genere el drenaje de la fase dispersa, la película que rodea a las gotas debe hacerse muy delgada y debilitarse bajo efecto de perturbaciones. Después de romperse esta película, se efectúa la coalescencia propiamente dicha, es decir la transferencia de masa parcial o total de una gota hacia otra gota (Salager, 1987); permitiendo así que el peso de la gota aumente y sedimente logrando la separación de las fases presentes.

La coalescencia se genera entre dos gotas que están en contacto; esto, en caso que las dos gotas estén formadas por el mismo líquido, o al menos, por líquidos miscibles. En caso de no ser así, podría producirse adhesión o encapsulamiento. Estos casos se ilustran en la Figura N° 7.

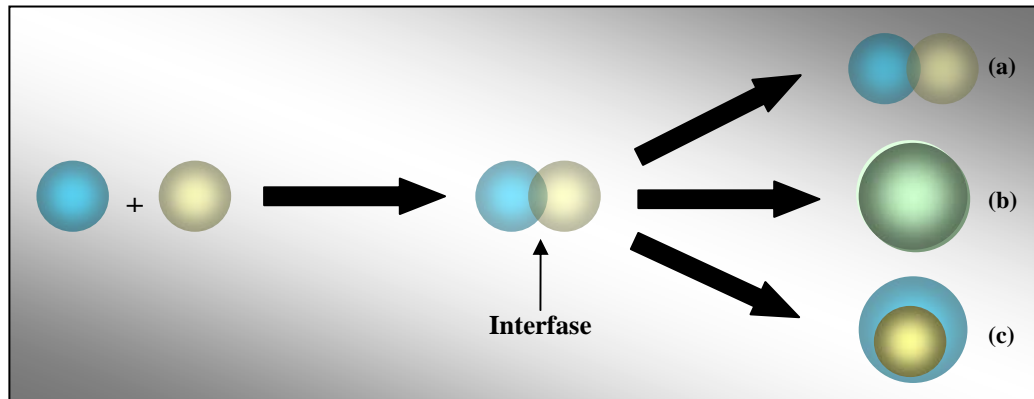


Figura N° 7. (a) Adhesión, (b) Coalescencia, (c) Encapsulamiento.

2.2.2. Métodos de Separación

Los métodos de separación física de emulsiones de agua en aceite o crudo (W/O) que se conocen en la industria de producción de petróleo se basan en:

2.2.2.1. Gravedad

La deshidratación de emulsiones es esencialmente un proceso de separación por gravedad, la cual proporciona la fuerza natural requerida para remover el agua del aceite (Harvey, 1960).

Actualmente se dispone de varios diseños de equipos para ayudar a la separación por gravedad, entre los cuales pueden mencionarse los tanques deshidratadores, los eliminadores de agua libre, los separadores de tres fases, los coalescedores mecánicos y los coalescedores eléctricos (PDVSA, 1994).

En estos dispositivos el tiempo de reposo de la emulsión necesario para que el proceso de deshidratación se lleve a cabo, limita el volumen de emulsión tratada, ya que la capacidad de tratamiento depende del tiempo de reposo, siendo éste el problema de la deshidratación por simple gravedad, pues para que la emulsión pueda separarse naturalmente es probable que se tarde semanas para lograr una especificación dada.

2.2.2.2. Agentes químicos demulsificantes

Comúnmente, el primer paso en el tratamiento de una emulsión es la adición de compuestos demulsificantes, los cuales son sustancias formuladas con varios productos químicos, tales como glicoles y resinas polioxialquilénicas (PDVSA, 1994).

El mecanismo en el cual actúan los demulsificantes consiste en romper y desplazar la película de surfactante (agente emulsificante) que rodea a la gota de agua para así aumentar su tensión interfacial y la atracción molecular propiciando la coalescencia. Además, permite humectar los sólidos presentes en la emulsión para que sean incorporados en el agua que va ser separada. Por lo tanto, la adición del reactivo en la industria, debe hacerse en un punto desde el cual la turbulencia del fluido sea lo suficiente como para garantizar la completa difusión del mismo en la emulsión.

La dosificación de reactivo varía ampliamente según la estabilidad de la emulsión, las condiciones de temperatura, etc. Las dosificaciones más comunes en nuestro país son de 1 a 5 galones de reactivo por cada 1000 barriles de emulsión (PDVSA, 1994).

Los demulsificantes también son empleados para mejorar la eficiencia del bombeo neumático, ya que el reactivo diluye la emulsión disminuyendo su viscosidad y, por lo tanto, se hace más fluida.

2.2.2.3. Adición de calor

La adición de calor permite un asentamiento relativamente rápido de las gotas de agua, a través de los siguientes efectos (PDVSA, 1994):

- (a) Reduce la viscosidad del aceite.
- (b) Por expansión del agua, la película que rodea a las gotas se rompe o se reduce su resistencia.
- (c) Aumenta el movimiento de las moléculas.

- (d) Permite acentuar la diferencia de densidades entre las gotas de agua y el aceite.

A pesar de que la velocidad de asentamiento puede duplicarse para un incremento dado de temperatura, la adición de calor se limita por razones de economía, ya que elevadas temperaturas pueden permitir la volatilización de componentes livianos de gran valor. Por lo tanto, se sugiere que deben buscarse otros métodos que permitan aumentar la velocidad de asentamiento de las gotas sin necesidad de emplear altas temperaturas.

2.2.2.4. Campo eléctrico

Muchas industrias deshidratan emulsiones utilizando tratadores donde se aplica campo eléctrico de alta tensión para lograr la separación de la fase crudo y de la fase agua, ya que es la técnica más recomendada por su eficiencia para la separación de emulsiones muy estables. Los tiempos de residencia típicamente recomendados para el diseño de estos deshidratadores se encuentran entre los 15 y 120 minutos.

Una gota que se encuentra dispersa y suspendida en una emulsión contenida entre dos electrodos es afectada por cinco fuerzas (ver Figura N° 8). Dos de estas fuerzas son la gravitacional y la hidráulica. La *fuerza gravitacional*, igual al peso de la gota, intenta mover a la gota hacia el fondo del recipiente. La *fuerza hidráulica o de arrastre* generada por el movimiento ascendente del aceite que intenta levantar la gota hacia el tope a donde se dirige la fase orgánica (Sams y Warren, 2004).

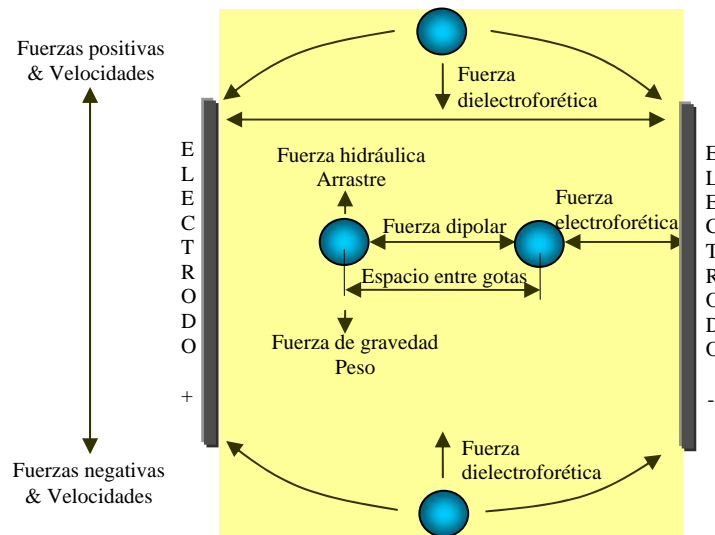


Figura N° 8. Fuerzas que actúan sobre una gota de agua suspendida en un campo eléctrico.

Las otras tres fuerzas influyentes en el movimiento inducido de la gota son de naturaleza eléctrica, y se encuentran presentes actuando sobre la gota. Estas fuerzas son:

- (a) Las *fuerzas dipolares* se establecen cuando las gotas de agua se cargan debido a la presencia de un campo eléctrico, lo cual permite que se generen iones en la superficie de las gotas originando atracción entre las mismas (ver Figura N° 8); es decir, se genera un polo positivo y otro negativo en cada una de las gotas dispersas en la emulsión provocando la atracción entre las que se encuentran más cercanas, permitiendo así que a medida que pase el tiempo hayan menos gotas y aumente la distancia entre éstas cesando la fuerza. La fuerza de atracción para gotas del mismo tamaño puede expresarse matemáticamente por la Ecuación N° 8 (Ec. 8):

$$F = \frac{6 \cdot K \cdot E^2 \cdot r^6}{L^4} \quad (\text{Ec. 8})$$

De esta ecuación se obtiene que las gotas más grandes generan mayor atracción, y un aumento en el gradiente eléctrico puede acelerar el proceso.

(b) Las *fuerzas electroforéticas* son fuerzas de atracción y repulsión establecidas en un campo de voltaje uniforme entre las gotas cargadas y los electrodos (Sams y Warren, 2004); es decir, en este caso la interacción no se da sólo entre las gotas, como lo permiten las fuerzas dipolares, sino entre cada gota y los electrodos que generan el campo eléctrico. La carga eléctrica en la superficie de la gota permite que ésta sea atraída hacia un electrodo, pero una vez que se pone en contacto con éste la gota se descarga, cambiando su polaridad y es luego atraída hacia el otro electrodo (ver Figura N° 9). Sin embargo, las gotas cargadas pueden también descargarse por la presencia de otras gotas cercanas. Además, este tipo de fuerza tiende a decaer con el tiempo debido a que las gotas se descargan en medios conductivos, e incluso en medios orgánicos.

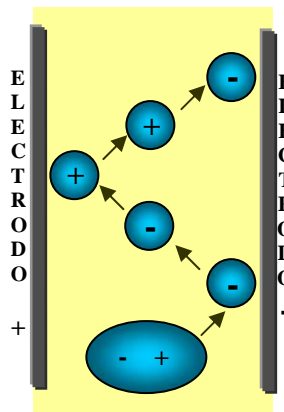


Figura N° 9. Fuerzas electroforéticas sobre una gota de agua en un campo eléctrico.

(c) Las *fuerzas dielectroforéticas* son aquellas que están dadas por las fuerzas atractivas establecidas en un campo eléctrico no uniforme entre las gotas de agua cargadas y los electrodos, lo cual provoca una tendencia de migración de las gotas hacia la zona donde existe un gradiente de voltaje más alto (ver Figura N° 8), logrando así acumular el agua en esta zona. Existe independencia entre estas fuerzas y la distancia entre gotas, pero son dependientes del cambio de voltaje aplicado, el cual atrae las gotas más grandes hacia la zona de mayor gradiente.

El tipo de campo eléctrico aplicado a emulsiones W/O tiene un efecto particular en la desestabilización de las mismas. Los tipos de campos eléctricos que se conocen son los AC, DC, DC en pulso o una combinación de los mismos.

Cuando se aplica un *campo eléctrico con corriente DC*, las gotas de agua se mueven en un patrón continuo con una velocidad determinada por la viscosidad de la fase continua; con este campo las gotas poco a poco pierden su carga, pero es efectivo para cuando la fase dispersa se trata de gotas de agua pequeñas.

En el caso de aplicación de *campo eléctrico con corriente AC* las gotas se mueven de manera aleatoria por la variación de la frecuencia del campo, lo cual favorece a la coalescencia de gotas grandes; sin embargo, no es muy efectivo para gotas pequeñas.

Sin importar el tipo de campo eléctrico que se aplique, cuando se genera una diferencia de potencial entre los electrodos situados en una solución electrolítica, los iones son atraídos por los electrodos de carga opuesta y se genera una corriente eléctrica cuya intensidad depende de la geometría de la celda y de los electrodos, así como de la resistencia eléctrica del medio (Salager, 1999).

Para una celda con electrodos planos y rectangulares de superficie S_e , alejadas a una distancia L_e , la resistencia eléctrica R_e está dada por:

$$R_e = \rho \cdot \frac{S_e}{L_e} \quad (\text{Ec. 9})$$

La Ecuación N° 9 (Ec. 9) involucra las características físicas de la celda o lugar donde es aplicado el campo eléctrico por medio del término S_e/L_e , el cual se conoce como la *constante de la celda*. Por la Ley de Ohm (Ec. 10) se puede conocer la magnitud de la resistencia eléctrica, para luego determinar la resistividad del medio (ρ) empleando la ecuación anterior.

$$R_e = \frac{V}{I} \quad (\text{Ec. 10})$$

El inverso de la resistencia se conoce como *conductancia* y el inverso de la resistividad se conoce como *conductividad*.

2.3. AUMENTO DE IMAGEN POR MICROSCOPIA ÓPTICA

El microscopio es un instrumento que permite percibir detalles de organismos y estructuras que no podrían ser observados directamente, por simple inspección ocular. El ojo humano no logra distinguir objetos de menos de 50 micras de diámetro ni consigue resolver dos líneas separadas por menos de 100 micras. Para observar elementos tan pequeños es necesario disponer de lentes de aumento. La utilidad de cualquier tipo de microscopio, no sólo depende de su capacidad de aumento sino de su capacidad para resolver detalles.

La microscopía es comúnmente usada como un método absoluto de análisis de partículas y gotas, ya que es el único método donde se observa y mide de manera individual a cada una. Permite además el análisis de la forma y composición de las mismas con una sensibilidad mucho más grande que cualquier otra técnica.

El mecanismo de formación de la imagen consiste en que la luz de unas determinadas longitudes de onda proveniente de la fuente luminosa es enfocada por el condensador sobre el espécimen (Figura N° 10 (a)). La radiación transmitida luego de la absorción de otros componentes de la luz incidente sobre el espécimen pasa al objetivo formándose la primera imagen aumentada. Por ello la imagen se forma por diferente absorción de la luz a nivel del espécimen. La imagen dada por el objetivo, es luego aumentada por el ocular (Figura N° 10 (b)). El aumento de la imagen es proporcionado por las lentes y los prismas del microscopio (Finol y Santalices, 1999).

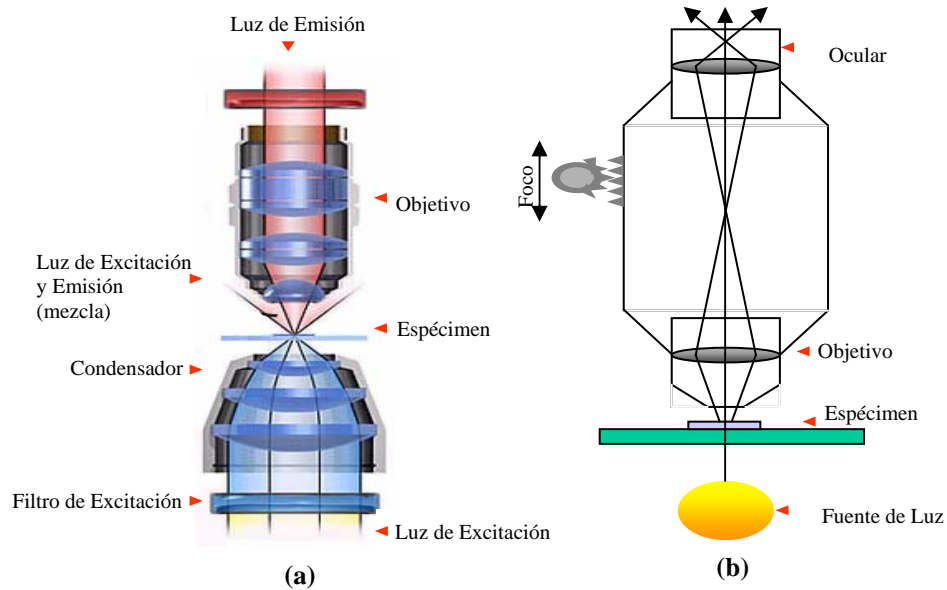


Figura N° 10. Microscopía de Luz.

Existen microscopios ópticos que funcionan de manera automatizada. En estos instrumentos, un haz de luz se hace pasar a través de una muestra que luego es interceptado por una foto-celda. Debido a la presencia de partículas o gotas ocurren cambios en la intensidad del haz de luz, los cuales son registrados y grabados. Si a estos instrumentos se les incorpora un sistema de análisis de imágenes que posea un software especial, este aparato será capaz de analizar sistemas de partículas o gotas de forma automatizada, observando objetos directamente a través de una cámara de video de alta resolución (Finol y Santalices, 1999).

En la actualidad se dispone de varios tipos de microscopios que son usados con diferentes fines. Se pueden clasificar básicamente de acuerdo al tipo de fuente luminosa que usan, siendo el microscopio óptico de campo claro el de uso más frecuente. De acuerdo con la radiación que utilizan, se clasifican en:

- (a) Ópticos o luminosos, tal como los de campo claro, campo oscuro, contraste de fases, fluorescencia y ultravioleta.
- (b) Electrónicos, tal como los de barrido y los de transmisión.

Estos equipos pueden llegar a presentar alteraciones ópticas en la formación de la imagen debidas a las propias lentes del objetivo. Estas alteraciones se clasifican en

aberraciones geométricas (esférica, astigmatismo, en coma, curvatura de campo, distorsión, entre otras) y en aberraciones cromáticas.

Para ampliar la información sobre la caracterización de las emulsiones, así como de las diferentes técnicas de observación y las posibles aberraciones ópticas que pueden traer errores de visualización y medida en la técnica de microscopía óptica es recomendable remitirse al Trabajo Especial de Grado de Padrón y Zúñiga (2005).

CAPÍTULO III

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

El proceso de deshidratación electrostática se realizó a dos tipos de emulsiones de agua en aceite, una denominada emulsión sintética, formulada en el Laboratorio de Separaciones Mecánicas (procedimiento descrito en la *sección 3.2* de este capítulo), y otra que consiste en un residuo petrolero proveniente de la fosa de producción “Acema-100”, ubicada en el Distrito San Tomé del Estado Anzoátegui. Este estudio requirió del diseño de dos celdas transparentes, una donde se realizó la deshidratación de las emulsiones para visualizar y medir la separación física de fases y la temperatura en el tiempo (*sección 3.3.1.*), y otra celda para visualizar en un equipo de aumento de imagen los fenómenos que involucran la coalescencia (*sección 3.4.1.1.*), y para ello se dimensionaron y construyeron dos cubetas de vidrio, una con soporte para termocupla, con sus correspondientes tapas y electrodos de cobre incorporados que fueron conectados por medio de cables a una fuente de poder de alto voltaje. Se calculó el valor de las constantes o coeficientes de las celdas diseñadas (según el término S_e/L_e de la Ec. 9).

Se hizo la aplicación del campo eléctrico a las emulsiones dentro de dichas celdas. Para esto, se realizó la variación de voltaje del campo electrostático en diversas magnitudes y modalidades observando el volumen de agua separada en el tiempo para cada caso con la finalidad de determinar el efecto del campo en la estabilidad de la emulsión. A la par de este paso se tomó un registro constante de la temperatura en la muestra para verificar el efecto de esta variable sobre el sistema.

Para visualizar el mecanismo de ruptura de las emulsiones se empleó el Microscopio Estereoscópico Nikon SMZ-U, disponible en el Laboratorio de Separaciones Mecánicas de la Universidad Central de Venezuela (LSM-UCV), disponiéndolo de manera horizontal, para lo cual se diseñó y elaboró una base de aluminio con un soporte móvil para ubicar y desplazar a la celda transparente en el

campo óptico del microscopio. Sin embargo, esto no pudo registrarse en video porque el software del microscopio presentó una falla irreparable; razón por la cual se deja el procedimiento establecido en los instructivos de trabajo, elaborados bajo los parámetros de la norma ISO 9000, en los *Apéndices A y B del Capítulo VIII*.

Se determinaron las propiedades de la emulsión sintética formulada en el LSM-UCV y de la emulsión proveniente de la fosa de producción petrolera “Acema-100”, tales como densidad y viscosidad. Conjuntamente, se realizó un pequeño estudio comparativo de los resultados obtenidos entre la emulsión sintética modelo y la fosa “Acema-100” puntualizando diferencias y similitudes en cuanto a las propiedades que fueron posibles medir y observar (*sección 5.4*).

3.1. DESCRIPCIÓN DE EQUIPOS

Para el desarrollo de la metodología se contó con dos equipos de microscopia: un Microscopio Estereoscópico Modelo Nikon SMZ-U y un Microscopio Óptico Nikon Modelo MED-600, como accesorios se dispone de un computador, el programa Image Pro Plus, una cámara captadora de imágenes CCD, y una platina motorizada.

(a) Microscopios

Ambos equipos están conformados por dos sistemas:

- **Sistema mecánico:** este sostiene al sistema óptico y aloja los elementos necesarios para la iluminación y enfoque del preparado. Está conformado por:

Pie: brinda apoyo y estabilidad al aparato.

Vástago: soporta la platina, tubo y tornillos de ajuste macro y micrométrico.

Tornillo de Ajuste: provocan el desplazamiento del tubo o la platina en sentido vertical, lo que permite el enfoque.

Tubo: en su extremo superior se halla el ocular, y en el inferior el objetivo. Se trata de un cilindro metálico cuyo interior se encuentra pintado de negro, lo que evita la reflexión de la luz.

Platina: es una plataforma horizontal sobre la cual se coloca y sujeta el preparado a observar, tiene un orificio central que permite el paso de la luz y un vernier que posibilita la re-localización de los detalles de interés.

Sub-platina: sostiene al condensador y se ubica por debajo de la platina.

- **Sistema óptico:** Se compone de un sistema óptico de observación que comprende un conjunto de lentes dispuestos de tal manera que se produce el aumento de las imágenes que se observan a través de ellas, y un sistema óptico de iluminación que comprende las partes del microscopio que reflejan, transmiten y regulan la cantidad de luz necesaria para efectuar la operación. El sistema óptico de observación consta de:

Objetivo: está formado por un sistema de pequeñas lentes ubicadas muy cercanas una de la otra, la que se halla en el extremo distal del objetivo se denomina lente frontal.

Ocular: es un tubo cilíndrico con un diafragma fijo en el centro y una lente en cada extremo, la superior se denomina lente ocular y la inferior lente colectora.

El sistema óptico de iluminación consta de:

Condensador: concentra el haz de luz sobre el plano del objeto que se encuentra en la platina. Debajo de éste se encuentra el diafragma iris que regula la cantidad de luz que llega al condensador.

Fuente de Luz: es una lámpara que está ubicada en la parte inferior del aparato.

Algunos de los componentes antes descritos se pueden apreciar en la Figura N° 11 que se presenta a continuación.

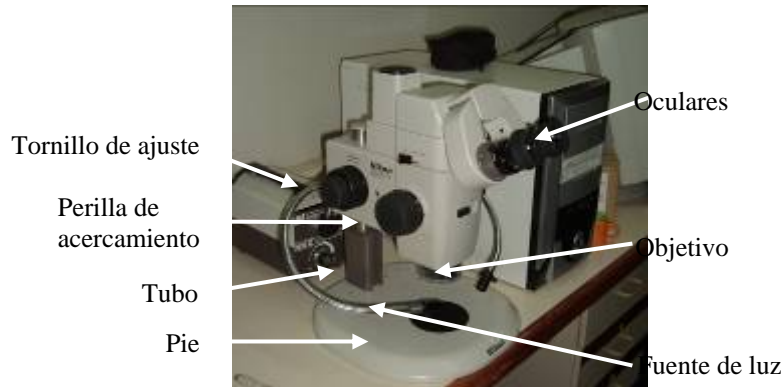


Figura N° 11. Microscopio Estereoscópico Nikon SMZ-U.

(b) Cámara Captadora de Imágenes

Esta cámara permite tomar fotos de las imágenes que son observadas en los microscopios para transmitir los datos obtenidos a un computador donde posteriormente son analizados. Esta cámara se muestra en la Figura N° 12.



Figura N° 12. Cámara captadora de imágenes (Bolívar y Suárez, 2000).

(c) Image Pro Plus 4.0 (Media Cybernetic)

Es un programa que permite el análisis de imagen asegurando alta calidad, precisión y resultados constantes. Captura fácilmente imágenes de video, cámaras CCD, scanner, CD de fotos, instrumentos científicos y colección de imágenes guardadas desde bases de datos. Examina, compara y visualiza sus datos para alcanzar máximos resultados realizando simples mediciones geométricas o complejas relaciones de estructura y función.

(d) Fuente de Poder de Voltaje Variable

Es un equipo que opera a una intensidad de corriente fija (amperaje fijo) y aporta una alta diferencia de potencial. En esta fuente de poder, el voltaje aplicado no permanece constante en el tiempo, éste varía desde 0 hasta 12000 voltios para aplicar un campo eléctrico variable de corriente DC que dependerá de la resistividad del medio al que se le genere esa diferencia de potencial. Este equipo se muestra en la Figura N° 13 que a continuación se presenta.

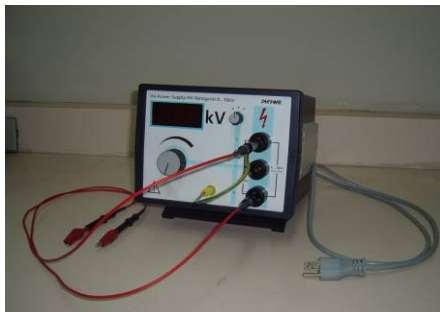


Figura N° 13. Fuente de poder para alto voltaje variable.

(e) Fuente de Poder de Voltaje Fijo

Es otro equipo que permite transformar la corriente operando a una intensidad fija o amperaje fijo para aportar una alta diferencia de potencial; sin embargo, en esta

fuerza de poder, el voltaje aplicado sí permanece constante en el tiempo, y éste se puede ajustar entre 0 y 2000 voltios para la aplicación de un campo eléctrico de corriente directa. Dicho equipo se muestra en la Figura N° 14 que se tiene a continuación.



Figura N° 14. Fuente de poder para alto voltaje fijo.

3.2. FORMULACIÓN DE LA EMULSIÓN SINTÉTICA DE AGUA EN ACEITE

El procedimiento general para la preparación de 500mL de la emulsión sintética del tipo W/O con un contenido de 50% agua y 50% aceite consistió en:

- (a) En un beacker de 600mL, se añadió 250mL de parafina líquida.
- (b) Se agregó 3,75mL de surfactante no iónico Span-80 (HLB=4,3) a la parafina.
- (c) Se añadió 1,25mL de surfactante no iónico N-40 (Nonil Fenol Etoxilado, HLB=8,3) a la mezcla anterior, y se agitó con una varilla de vidrio hasta observar una fase homogénea.
- (d) Se añadieron 25 gotas de colorante rojo oleico (esto fue con la finalidad de observar con mayor claridad la desestabilización de la emulsión en el estudio de separación de fases posterior).
- (e) Se agitó la mezcla a una velocidad de 13000rpm durante un (1) minuto.

- (f) Se vertieron 250mL de agua destilada en la solución oleica agregando el agua poco a poco durante dos (2) minutos mientras fue agitada la mezcla a una velocidad aproximada de 13000rpm durante cinco (5) minutos en total.
- (g) Se dejó reposar la emulsión, por lo menos dos (2) horas, antes de hacer cualquier uso o medición para dar tiempo a que salga el aire que quedó atrapado en el sistema.

Posteriormente se determinó la densidad, viscosidad y tamaño de gota para caracterizarla.

3.3. ANÁLISIS POR AUMENTO DE IMAGEN

Para realizar el análisis de los fenómenos y mecanismos que se presentan en la ruptura de emulsiones por la aplicación de campo eléctrico se empleó la técnica de microscopía óptica, y para ello se consideró lo siguiente:

3.3.1. Diseño, Montaje y Puesta a Punto del Equipo de Visualización

El equipo de visualización consistió en una celda diseñada especialmente para el equipo de microscopía donde se realizó la deshidratación electrostática por medio de un par de electrodos conectados a una fuente de poder de alto voltaje. En posición horizontal se adaptó el Microscopio Estereoscópico Nikon SMZ-U por medio de una base diseñada especialmente para tal fin. Estos aspectos se desarrollan a continuación:

3.3.1.1. Diseño de una celda de deshidratación electrostática para el estudio por aumento de imagen

El diseño de la celda para realizar la deshidratación electrostática asistida por microscopía óptica consistió en una cubeta rectangular de 7,6cm de longitud por 6,0cm de alto y 0,3cm de ancho, elaborada con vidrio de 0,3cm de espesor. Para que

la misma se mantuviese en posición vertical, se colocó una base rectangular de 7,6cm de largo por 3,0cm de ancho adherida al fondo exterior de la celda.

La tapa de la celda consistió en un rectángulo de 7,60cm de largo por 0,30cm de ancho con dos electrodos de cobre de 0,25cm de ancho y 2,70cm de largo, dispuestos en los extremos (distanciados a 7,54cm) y adheridos a la tapa. La Figura N° 15 muestra como es esta celda.

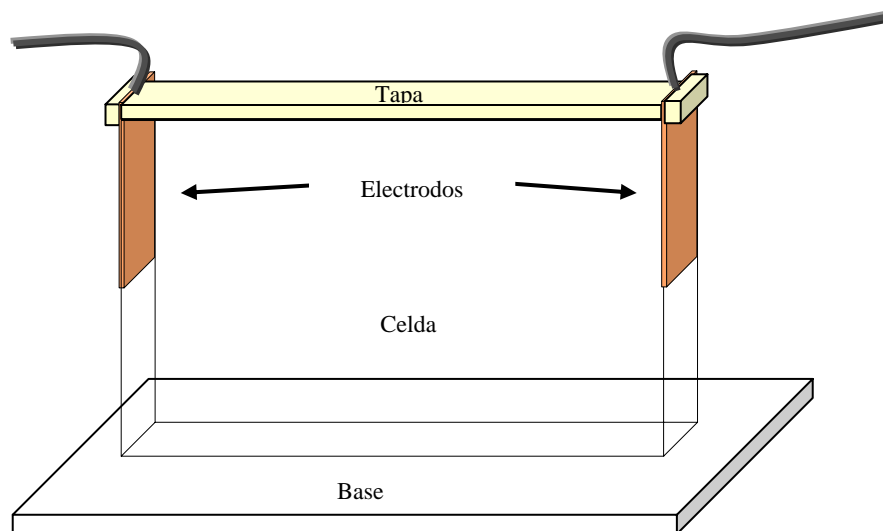


Figura N° 15. Celda de deshidratación electrostática de emulsiones W/O para el equipo de visualización.

La constante que caracteriza a la celda a diseñada se obtiene mediante el término S_e/L_e de la Ecuación N° 9 (Ec. 9) de la siguiente manera:

$$\frac{S_e}{L_e} = \frac{0,25cm \cdot 2,70cm}{7,54cm} = 0,09cm$$

Este valor indica que es posible reproducir los resultados obtenidos en esta celda y con esta emulsión, empleando un diseño a una escala diferente, siempre y cuando se mantenga este valor.

3.3.1.2. Disposición del Microscopio Estereoscópico Nikon SMZ-U

Para analizar el efecto de la aplicación del campo eléctrico conjuntamente con el efecto de la gravedad y su resultado en la separación de las fases presentes en las emulsiones a ser analizadas, se diseñó una base para el Microscopio Estereoscópico Nikon SMZ-U con el fin de colocar el mismo en posición horizontal y así poder ver la muestra verticalmente en la celda de deshidratación electrostática. En la Figura N° 16 que se presenta a continuación se observa el diseño de este soporte donde descansará toda la columna de dicho microscopio.

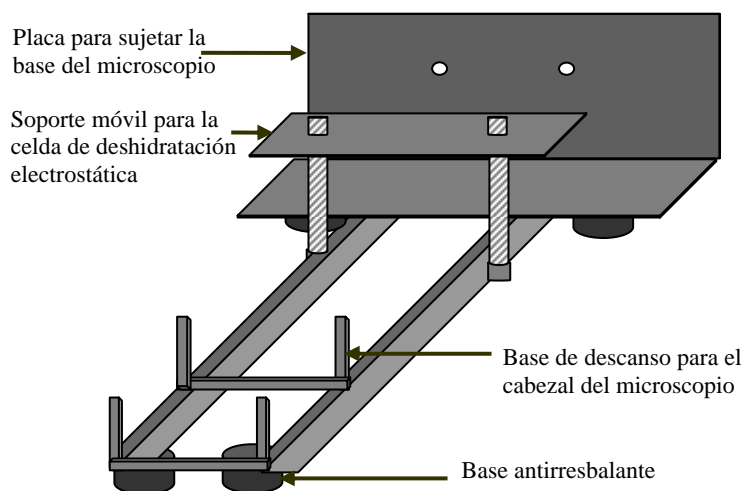


Figura N° 16. Soporte para el Microscopio Estereoscópico Nikon SMZ-U.

3.3.2. Pruebas Exploratorias con el Equipo de Visualización

Se realizaron una serie de pruebas preliminares con el fin de obtener datos que permitieron fijar las condiciones óptimas en la preparación de las muestras a analizar, es decir, se determinaron variables como la cantidad apropiada de muestra a colocar en la celda, la intensidad de luz, resolución y acercamiento a emplear, entre otras. Adicionalmente, estas pruebas permitieron adquirir adiestramiento en el uso del equipo de microscopía óptica.

3.3.3. Preparación de Muestras para el Equipo de Visualización

Para las muestras a ser analizadas en el Microscopio Estereoscópico Nikon SMZ-U, se utilizaron las variables fijadas en las pruebas exploratorias; obteniendo que el procedimiento general fue el siguiente:

- (a) Se alimentó la celda con un volumen de 10mL de muestra cuidando no dejar burbujas de aire durante el llenado.
- (b) Se colocó la celda de deshidratación electrostática en el soporte móvil de la base diseñada donde se debe disponer del Microscopio Estereoscópico Nikon SMZ-U en posición horizontal.
- (c) Se ajustó el conjunto base móvil y celda de deshidratación electrostática hasta el campo óptico del microscopio.

3.3.4. Aplicación de Campo Eléctrico a Muestras en la Celda de Deshidratación Electrostática para el Estudio por Aumento de Imagen

- (a) Se colocó la tapa que contiene los electrodos removibles para la aplicación del campo eléctrico, en la boca de la celda de deshidratación electrostática.
- (b) Se verificó que los electrodos queden sumergidos hasta menos de la mitad de la muestra. Se tomó en cuenta el contenido de agua en la muestra para asegurar que los electrodos nunca quedaran sumergidos en ésta durante la aplicación del campo eléctrico con la finalidad de evitar un corto circuito.
- (c) Se ajustaron los cables de la fuente de poder de alto voltaje a los electrodos.
- (d) Se realizó el ajuste de luz, la cámara CCD y focalización con la lente 1X en el Microscopio Estereoscópico Nikon SMZ-U, cuyo procedimiento se detalla en el *Instructivo de Operación* del Apéndice B.
- (e) Se aplicó el programa *Image Pro Plus 4.0* para la adquisición de fotos y videos según el procedimiento descrito en el instructivo del Apéndice B.
- (f) Se encendió la fuente de poder de alto voltaje y, con la perilla de regulación, se ajustó el voltaje en el valor deseado.

(g) Se dejó fijo el campo óptico del microscopio en la celda y se observó lo que fue ocurriendo para evaluar cualitativamente el movimiento y crecimiento de las gotas dispersas en esa sección de la muestra.

(h) Luego del tiempo de aplicación del campo eléctrico, se apagó la fuente de poder y se removieron los electrodos de la celda.

Es importante mencionar que este procedimiento se realizó en tres oportunidades antes de que el equipo de microscopía óptica presentara una falla irreparable en la tarjeta del software, razón por la cual sólo se lograron obtener dos videos. Sin embargo, esto permitió desarrollar la técnica como para plasmarla en un instructivo de trabajo. En el *Apéndice B* se presenta el *Instructivo de Operación del Equipo de Visualización para la Desestabilización de Emulsiones de Agua en Aceite*, el cual contiene los pasos antes mencionados pero descritos con mucho más detalle bajo un formato particular para el LSM-UCV establecido por medio de los parámetros de la norma ISO 9000.

3.4. APLICACIÓN DE CAMPO ELÉCTRICO DC PARA LA SEPARACIÓN DE FASES

Para evaluar el efecto de la aplicación de campo eléctrico DC sobre la separación de las fases componentes de las emulsiones de agua en aceite se consideró lo siguiente:

3.4.1. Diseño de una Celda de Deshidratación Electroestática para el Estudio de Separación de Fases

El diseño de la celda para realizar la deshidratación electrostática y observar la separación física de las fases componentes de las emulsiones W/O analizadas consistió en una cubeta rectangular de 6,0cm de longitud por 6,0cm de alto y 0,6cm de ancho, elaborada con vidrio de 0,3cm de espesor. Para que la misma se mantuviese en posición vertical, se colocó una base rectangular de 7,0cm de largo por 3,0cm de

ancho adherida al fondo exterior de la celda. Para poder monitorear la temperatura se colocaron dos soportes internos para termocupla, uno en el fondo a 4,0cm de longitud y otro al extremo de la pared (6,0cm) pero a 2,5cm de alto.

La tapa de la celda consistió en un rectángulo de poliestireno de 4,0cm de largo por 0,6cm de ancho con dos electrodos de cobre de 0,50cm de ancho y 2,50cm de largo dispuestos en los extremos (distanciados 2,54cm) y adheridos a la tapa. La Figura N° 17 muestra como es esta celda.

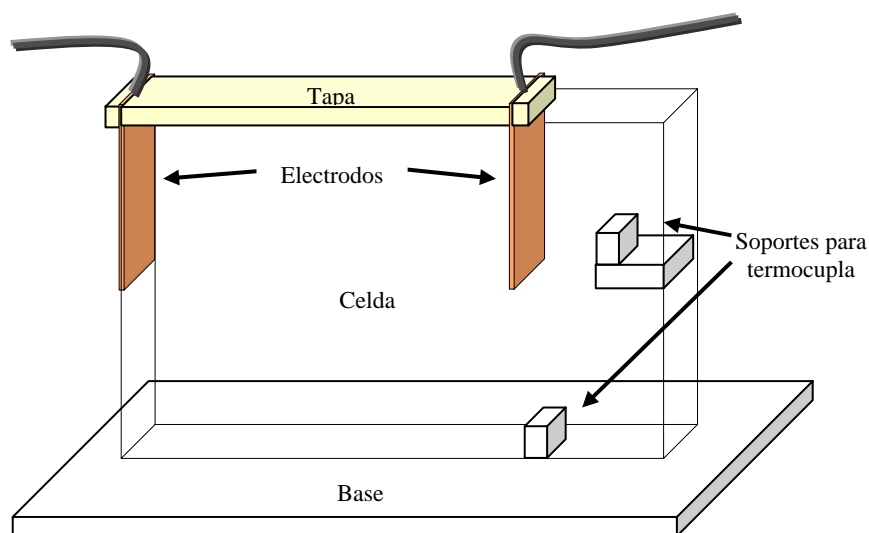


Figura N° 17. Celda de deshidratación electrostática para el estudio de separación de fases de emulsiones W/O.

Para medir el porcentaje de agua sedimentada durante la separación con campo eléctrico, se graduó la celda a distintos volúmenes empleando agua destilada.

La constante que caracteriza a la celda a diseñada se obtiene mediante el término S_e/L_e de la Ecuación N° 9 (Ec. 9) de la siguiente manera:

$$\frac{S_e}{L_e} = \frac{0,50cm * 2,50cm}{2,54cm} = 0,49cm$$

3.4.2. Pruebas Exploratorias para la Separación de Fases

Se realizaron una serie de pruebas preliminares con el fin de obtener datos que permitieron determinar variables como la cantidad apropiada de muestra a colocar en la celda, el rango de voltaje de campo eléctrico de corriente DC a aplicar y el tiempo de aplicación para cada muestra a analizar.

3.4.3. Preparación de Muestras para la Separación de Fases

Para las muestras a ser analizadas por simple separación física, se hizo la graduación de diversos volúmenes en la celda a modo de determinar cada 5 y 10% de separación. El procedimiento general para la preparación de la muestra en la celda se basó en lo siguiente:

- (a) Se alimentó la celda con un volumen de 20mL de muestra cuidando no dejar burbujas de aire durante el llenado.
- (b) Se colocó la celda de deshidratación electrostática en una superficie plana, pero justo a un nivel en el que las lecturas graduadas en la celda queden a la vista del operador.

3.4.4. Aplicación de Campo Eléctrico a Muestras en la Celda de Deshidratación Electrostática para el Estudio de Separación de Fases

- (a) Se colocó la tapa de poliestireno, que contiene los electrodos removibles para la aplicación del campo eléctrico, en la boca de la celda de deshidratación electrostática.
- (b) Se verificó que los electrodos quedaran sumergidos a menos de la mitad de la muestra. Se debe tomar en cuenta siempre el contenido de agua en la muestra para asegurar que los electrodos nunca queden sumergidos en ésta durante la aplicación del campo eléctrico con la finalidad de evitar un corto circuito.
- (c) Se ajustaron los cables de la fuente de poder de alto voltaje a los electrodos.

- (d) Se introdujo una termocupla en uno de los soportes internos de la celda de deshidratación electrostática.
- (e) Se encendió la fuente de poder de alto voltaje y, con la perilla de regulación, se ajustó el voltaje en el valor deseado.
- (f) Se tomó nota del tiempo y de la temperatura para cada volumen de agua separada en la celda.
- (g) Luego del tiempo de aplicación del campo eléctrico, se apagó la fuente de poder y se removieron los electrodos de la celda.

Este mismo procedimiento se realizó en diversos estilos para la aplicación del voltaje de campo eléctrico DC a la emulsión sintética, los cuales consistieron en aplicar un voltaje fijo durante diversos tiempos establecidos verificando posteriormente la contribución de la gravedad; en aplicar el voltaje en forma continua a diversas magnitudes; en aplicar el voltaje en forma variable (usando la Fuente de Poder N° 1); en aplicar un voltaje establecido en pulsos de distintos períodos de tiempo; y en aplicar el voltaje en un valor fijo pero cambiando la polaridad de los electrodos.

En el *Apéndice A* se presenta el *Instructivo de Operación para el Estudio de Separación de Fases de Emulsiones de Agua en Aceite*, el cual contiene los pasos descritos anteriormente pero con mucho más detalle bajo un formato particular para el LSM-UCV establecido por medio de los parámetros de la norma ISO 9000.

3.5. MANIPULACIÓN DE DATOS

Una vez obtenidos los datos con una reproducibilidad de tres (3) ensayos por prueba, se procesó la información para determinar el efecto de la variación de voltaje del campo eléctrico DC en la separación de las fases presentes en las emulsiones y los fenómenos observados durante la aplicación del campo eléctrico, tanto para la emulsión sintética como para la emulsión proveniente de la fosa de producción petrolera “Acema-100”.

3.5.1. Determinación del Efecto de la Variación de Voltaje del Campo Eléctrico DC sobre el Tiempo de Vida Media de las Muestras

El efecto de la variación del campo eléctrico sobre el período de vida de las muestras se determinó aplicando el voltaje en un valor predeterminado en el tiempo, una vez alcanzada la separación del 50% del agua contenida en la emulsión se tomó nota del tiempo transcurrido (tiempo de vida media). Después, se repitió este procedimiento variando gradualmente la magnitud del voltaje tomando nota del tiempo obtenido para lograr la separación deseada. Posteriormente, se realizó una gráfica de *Voltaje vs. Tiempo de Vida Media* para plasmar y discutir el comportamiento observado.

3.5.2. Determinación del Efecto de la Aplicación de Voltaje del Campo Eléctrico DC en Distintas Modalidades sobre la Emulsión Sintética

El efecto de la variación del campo eléctrico DC sobre la emulsión sintética W/O se determinó aplicando el voltaje en diversas modalidades. El primer estudio se realizó aplicando el voltaje por un tiempo establecido y luego verificar posteriormente, sin voltaje, la contribución de la fuerza de gravedad con respecto a la separación en el tiempo; el segundo estudio se basó en aplicar un voltaje fijo, pero en diversas magnitudes y en forma continua; en el tercer caso se aplicó el voltaje en forma variable y continua en el tiempo; en el cuarto estudio se aplicaron voltajes en un valor fijo pero en pulsos; y el quinto y último estudio consistió en aplicar el voltaje en un valor fijo pero cambiando la polaridad de los electrodos. Posteriormente, se realizó una gráfica para cada caso de *Porcentaje de Agua Sedimentada vs. Tiempo* y *Voltaje vs. Tiempo* (sólo para el caso de voltaje variable y continuo) para discutir las tendencias observadas.

3.5.3. Determinación del Efecto de la Variación de Voltaje del Campo Eléctrico DC sobre la Temperatura de las Muestras

El efecto de la variación del campo eléctrico sobre la temperatura de las muestras se determinó midiendo esta variable durante la aplicación de cada magnitud y modalidad de voltaje en el tiempo. Posteriormente, se realizó una serie de tablas para determinar la desviación estándar y analizar sobre la variabilidad de la temperatura en cada caso.

3.5.4. Comparación entre la Emulsión Sintética y la Emulsión Proveniente de la Fosa de Producción Petrolera “Acema-100”

Como las muestras analizadas fueron de dos tipos, se establecieron las semejanzas y diferencias en cuanto al efecto de la variación de voltaje del campo eléctrico DC en la separación de las fases presentes, el tiempo de vida media, y los fenómenos observados considerando sus propiedades características (densidad, viscosidad, conductividad, edad, salinidad, estabilidad, etc.).

CAPÍTULO IV

ANÁLISIS DE DATOS

En este capítulo se presenta un compendio de experiencias que permitieron definir y establecer los parámetros necesarios para llegar a los resultados obtenidos.

4.1. PREPARACIÓN DE LA EMULSIÓN SINTÉTICA

Con el fin de lograr una emulsión estable del tipo W/O, se realizaron diferentes pruebas que permitieron fijar las variables de composición y formulación más adecuadas para alcanzar dicha emulsión. Como la estabilidad de la emulsión es relativa, en este estudio se refiere a los pocos cambios que ocurren en la apariencia de la emulsión durante un período de tiempo considerado como suficiente para el propósito de la aplicación práctica, dicho tiempo fue estimado en un mes para la vida media de la emulsión (50% de separación en una de las fases).

Con la estabilidad de la emulsión se asocia el surfactante empleado para su preparación, cuya misión es, principalmente, retardar la coalescencia de las gotas de la fase dispersa. Para la preparación de la emulsión de agua en aceite, se realizaron varias pruebas con distintos surfactantes, las cuales se detallan a continuación.

4.1.1. Pruebas Realizadas con Surfactante N-40

Este surfactante tiene un valor de HLB igual a 8,6, lo que implica que es soluble en solventes polares (surfactante hidrofílico). Por su solubilidad, este surfactante se usa para formular emulsiones del tipo O/W; sin embargo, se realizaron pruebas empleando distintos alcoholes como co-surfactantes con el fin de variar la afinidad del surfactante. Las pruebas realizadas fueron:

- (a) Preparación de la emulsión con 23%v/v en agua ($f_w=0,23$) empleando N-40 como surfactante a distintas concentraciones, específicamente a 1, 2 y 3%v/v,

tal como se muestra en la Figura N° 18. Se obtuvieron emulsiones del tipo O/W que presentaron una rápida separación de fases (5 a 10min). Estas emulsiones se prepararon con el fin de tener punto de comparación con respecto a la estabilidad de las emulsiones preparadas con el co-surfactante.



Figura N° 18. Separación de fases observadas en las emulsiones preparadas con N-40 al 1, 2 y 3%v/v.

- (b) Preparación de emulsiones ($f_w=0,23$) empleando N-40 como surfactante y butanol como co-surfactante al 3%v/v (según lo recomendado por Salager en los Cuadernos FIRP entre 0,5 y 5%). Las emulsiones formadas fueron del tipo O/W por ser estabilizadas con un surfactante de HLB alto y un co-surfactante de cadena corta, todas mostraron una rápida separación de fases donde inicialmente se concentró el agua en el fondo y emulsión en el tope que se desestabilizó rápidamente quedando las fases bien definidas completamente separadas, tal como se muestra en la Figura N° 19. El tiempo de separación con respecto a las emulsiones sin co-surfactante no varió significativamente.
- (c) Preparación de emulsiones ($f_w=0,23$) empleando N-40 como surfactante y octanol como co-surfactante al 3%v/v. Se obtuvieron las emulsiones esperadas del tipo W/O, pero con una estabilidad muy baja (20 a 30min de separación total). La separación se observó con la fase continua concentrada en la parte superior (parafina) y por debajo de ésta la emulsión, tal como se muestra en la Figura N° 19. Este comportamiento indica que el co-surfactante cambió la afinidad del surfactante.



Figura N° 19. Separación de fases observada en las emulsiones preparadas con N-40 como surfactante y butanol u octanol como co-surfactante respectivamente.

4.1.2. Pruebas Realizadas con Surfactante Span-60

En las diferentes pruebas realizadas con Span-60, cuyo valor de HLB es 4,7, no se obtuvieron resultados satisfactorios. La apariencia física de este surfactante, es de un sólido granulado de color blanco que debe disolverse antes de formar la emulsión. El bajo valor de HLB, significa alta solubilidad en solventes apolares, en este caso en la parafina, por lo que el surfactante es de carácter hidrófobo o lipofílico. Con el fin de lograr la solubilidad del surfactante, se practicaron diferentes técnicas que consistieron en:

- (a) Agitación continua a 10000rpm por 5min, tiempo después del cual no se logró disolver completamente el surfactante.
- (b) La prueba anterior se repitió a diferentes tiempos (10, 15, 20min) de forma continua en cada caso, y alternando intervalos de reposos de 5min por cada 5min de agitación obteniendo en ambos casos el mismo resultado que el anterior (no se logró disolver completamente el surfactante).
- (c) Reposo del surfactante en la fase oleica por 24 horas seguido de una agitación continua de 10min, obteniendo el mismo resultado.
- (d) Aplicación de bajas concentraciones de surfactante comprendidas entre el rango 0,1–0,5% p/v. Incluso, para la menor concentración usada, se observaron partículas de surfactante sin disolver, por lo que se descartó la

posibilidad de una posible saturación de surfactante en la fase oleica como la razón por la cual no se lograba su completa dilución.

- (e) Calentamiento de la fase orgánica a 60°C conjuntamente con una agitación continua. Pese a que con esta técnica se logro disolver completamente el surfactante, la emulsión que se obtuvo era del tipo O/W y no W/O, por lo que se determinó que elevando la temperatura se altera la afinidad de este surfactante.

El surfactante que no se logró disolver, se considera como un sólido suficientemente insoluble y finamente dividido que puede alterar la estabilidad de la emulsión. En las emulsiones que se prepararon sin lograr disolver por completo el surfactante, se observaron pequeños agregados de estas partículas, es decir, flóculos de surfactante sólido suspendidos en la emulsión. Éstos, además de haber alterado la estabilidad, dificultaron la cuantificación de la cantidad de surfactante que se logró disolver del total agregado; por lo tanto, es imposible determinar que cantidad real de surfactante que está actuando en la interfase de las gotas que conforman la emulsión retardando su coalescencia. En base a los resultados obtenidos con este surfactante, se descartó su uso para la obtención de la emulsión deseada.

4.1.3. Pruebas Realizadas con Surfactante Span-80

Este surfactante es un líquido viscoso que no presentó problemas de solubilidad. Posee un bajo valor de HLB (igual a 4,3) que le confiere una alta solubilidad en solventes apolares, en este caso, parafina. Se lograron fácilmente emulsiones del tipo W/O, ya que por su solubilidad, generalmente se usa para preparar este tipo de emulsiones; sin embargo, no se alcanzó la estabilidad deseada. Las pruebas que se realizaron fueron las siguientes:

- (a) Preparación de la emulsión ($f_w=0,23$) a diferentes concentraciones de surfactante, específicamente al 1, 2 y 3%v/v. Se obtuvieron emulsiones del tipo W/O que presentaron una separación paulatina de fases (1 a 3 días) traducida en una baja estabilidad para los fines de este trabajo. La separación

se presentó formándose una capa de parafina en la parte superior que fue aumentando en el tiempo, y debajo de ésta la emulsión, tal como se muestra en la Figura N° 20.



Figura N° 20. Separación de fases observada en las emulsiones preparadas con Span-80.

- (b) Preparación de la emulsión con alto contenido de fase dispersa ($f_w=0,80$). Estas emulsiones tienen mayor cantidad de agua que de aceite, por lo tanto, para poder formar la emulsión, se empleó exceso de surfactante (5%v/v). Estas emulsiones se tornaron muy viscosas y presentaron una estabilidad mucho mayor a la esperada en esta investigación. Pese a esto, estas emulsiones no podían ser seleccionadas para el estudio, ya que se buscaba obtener una emulsión con un contenido de fase dispersa (agua) similar al de alguna de las fosas de producción disponibles para el estudio (Acema-100 con 47,1% v/v, Guara-2 con 40,0% v/v o Merey-31 con 22,1% v/v).
- (c) Dilución de la emulsión patrón antes preparada agregándole más contenido de fase continua (parafina líquida). Se diluyó dicha emulsión hasta obtener un contenido de fase dispersa equivalente al 23% del volumen total, esto con el fin de semejar a la fosa de producción Merey-31. Se prepararon diferentes muestras, cambiando sólo la forma de agitación. Los casos fueron agitación simple con una varilla de vidrio, con lo cual no se observó una homogenización total de la emulsión patrón y la parafina agregada para diluir; agitación leve con un agitador mecánico a 2500rpm por 5min; y, por último,

agitación por 5min a 10000rpm, en ambos casos se logró la homogenización de la parafina y la emulsión. Estas emulsiones presentaron menor viscosidad y estabilidad en comparación con la emulsión patrón, aproximadamente de cuatro días. La separación se presentó en la misma forma que ocurrió con las emulsiones inicialmente preparadas con este surfactante.

- (d) Preparación directa de una emulsión con 23% v/v de agua, siguiendo el mismo procedimiento empleado para obtener la emulsión patrón. El resultado obtenido con respecto a la estabilidad de esta emulsión no cambió, por lo que se descartó esta fosa (Merey-31) y se probó otra con mayor contenido de agua, ya que la cantidad de la fase dispersa y de la fase continua influyen notablemente sobre la estabilidad de las emulsiones.
- (e) Dilución de la emulsión patrón antes preparada agregándole más contenido de fase continua. Se diluyó dicha emulsión hasta obtener un contenido de fase dispersa equivalente al 50% del volumen total, esto con el fin de asemejar a la fosa de producción Acema – 100 cuyo contenido de agua es de 47,1%. Se prepararon diferentes muestras, siguiendo el procedimiento ya descrito en el ítem 3. Se obtuvieron emulsiones más fluidas, es decir presentaron menor viscosidad en comparación con la emulsión patrón de 80% v/v de agua. La estabilidad de estas emulsiones (aproximadamente de una semana) eran mayores a las obtenidas para las emulsiones antes preparadas con un contenido de agua de 23% v/v; sin embargo, no alcanzaron el tiempo requerido. A pesar de esto, se seleccionó esta fosa como la de estudio y se evaluaron otras técnicas para lograr la estabilidad de la emulsión con un contenido de agua de 50%.

Es importante destacar que las pruebas antes realizadas permitieron definir la fracción de agua de la emulsión sintética deseada. Se observó que la viscosidad de las emulsiones del tipo W/O aumenta a mayor contenido de fase dispersa y disminuye a menor contenido de la misma.

4.1.4. Barrido de HLB

Por razones de eficiencia y costo se emplea generalmente un emulsionante compuesto de una mezcla de varios surfactantes. Las mezclas se recomiendan para emulsiones fluidas o de baja viscosidad, como es el caso. Las mejores mezclas de surfactantes son aquellas en la que hay presente un surfactante lipofílico y otro hidrofílico; y debido a que se disponía de ambos surfactantes (Span-80 y N-40 respectivamente), se emplearon para realizar un barrido de HLB. En base a esto, se efectuaron las siguientes pruebas:

- (a) Preparación de la emulsión empleando una mezcla de los surfactantes N-40 y Span-80. Se realizó un barrido de HLB cuyos valores se muestran en la Tabla N° 2 que a continuación se presenta.

Tabla N° 2. Emulsiones preparadas con mezcla de surfactantes.

Emulsión	Concentración de Surfactante Span-80 (%v/v)	Concentración de Surfactante N-40 (%v/v)	HLB _m (adimensional)	Tipo de Emulsión
A	100	0	4,3	W/O
B	75	25	5,4	W/O
C	50	50	6,5	W/O
D	25	75	7,5	W/O
E	0	100	8,6	O/W

La emulsión A se preparó a diferentes concentraciones de surfactante, específicamente 1, 2 y 3%v/v (en total). Con los resultados obtenidos se seleccionó la concentración de surfactante a emplear. Las emulsiones preparadas con 1 y 2% de surfactante presentaron mayor estabilidad que la emulsión preparada al 3%. En esta última, se observó la formación de una capa fina de parafina en el tope a partir del tercer día de preparación mientras que en las dos primeras se observó luego de cinco días de preparación. En

base a esto, se descartó la concentración de 3% y se seleccionó la concentración de 1% por criterio económico al no presentar mayores diferencias con respecto a la emulsión de 2%.

Las emulsiones C y D mostraron menor estabilidad que la emulsión B. Esta última no presentó cambios apreciables en cuanto a la separación de fases luego de una semana de su formulación, mientras que las emulsiones C y D presentaron cambios notables al quinto día de preparación; aunado a esto la emulsión E resultó ser del tipo O/W y no W/O tal como indica la Tabla N° 2, razón por la cual se seleccionó la mezcla de surfactantes con 75% Span-80 y 25% N-40, correspondiente a la emulsión B, para la preparación de la emulsión sintética final con 1%v/v de surfactante total.

- (b) Se realizó un barrido de salinidad con la emulsión seleccionada para observar su influencia en la estabilidad de la misma. Se emplearon concentraciones de 1, 4 y 8%p/v con respecto al agua (salmuera). Los resultados obtenidos mostraron que la sal afectaba negativamente la estabilidad de la emulsión, ya que estas formulaciones mostraron una separación de fases mucho más rápida comparada con la emulsión sin sal. En base a esto, se decidió trabajar sin sal. Estos resultados se muestran en la Figura N° 21 que a continuación se presenta.



Figura N° 21. Separación de fases observada en el barrido de salinidad. Emulsiones sin sal y con 1, 4 y 8%p/v de izquierda a derecha.

4.2. APLICACIÓN DE CAMPO ELÉCTRICO DC

Durante las primeras aplicaciones de campo eléctrico, se observó la formación de pequeños agregados de agua (gotas de agua floculadas) alrededor de los electrodos. Una vez transcurrido cierto tiempo de aplicación del campo, la cantidad de agua que cubría los electrodos formaba cadenas que originaban un corto circuito en el sistema debido a que se generaba continuidad de la corriente. En base a esto, se decidió cubrir los electrodos con un anticorrosivo plástico, que no afecta la conductividad de los mismos, para disminuir la formación de agregados de agua alrededor de éstos debido a la capacidad del anticorrosivo de repeler el agua.

Para facilitar la medición de estabilidad de la emulsión, se empleó un colorante rojo afín a la fase oleica, es decir, soluble en aceite pero no en agua. De esta forma, se tornó más visible la separación de las fases en el tiempo y durante la aplicación del campo eléctrico. En la Figura N° 22, se puede observar claramente la diferencia entre las fases, siendo la fase acuosa la incolora que se encuentra en el fondo de la celda, la emulsión la fase de color rosa claro que se encuentra en el medio y la fase oleica como la de color rosa oscuro que se encuentra en el tope.

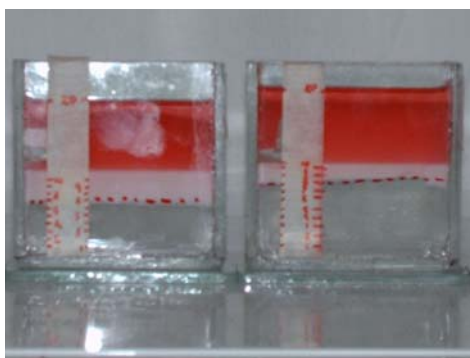


Figura N° 22. Separación de fases observada en la emulsión preparada con el colorante después de aplicar campo eléctrico.

Las pruebas preliminares permitieron fijar un tiempo de reposo de por lo menos dos (2) horas una vez preparada la emulsión y antes de aplicar el campo. Esto debido

a que durante el mezclado o emulsificación, se introduce aire al sistema, lo cual origina inconvenientes a la hora de aplicar el campo. Por ello, se estimó este tiempo de reposo para que las posibles burbujas de aire que pudieron quedar en el seno de la emulsión se desplacen a la superficie.

4.2.1. Aumento de Imagen

Inicialmente, se diseñó una única celda para la observación en el equipo de visualización de los mecanismos asociados en la desestabilización de la emulsión ante la aplicación del campo eléctrico. Esta celda se diseñó con 0,6cm de ancho y una capacidad de 20mL aproximadamente, lo cual dificultaba la visión de la emulsión sintética a través del Microscopio Estereoscópico Nikon SMZ-U debido al grosor de la muestra contenida en la celda. En base a esto, se diseñó otra celda con una menor capacidad, de 10mL aproximadamente y un ancho de 0,3cm, que permitió observar con mayor facilidad el comportamiento de la emulsión ante la aplicación del campo eléctrico DC gracias a que la película de emulsión contenida en la celda es más fina que en el caso anterior, pero lo suficientemente gruesa para permitir la coalescencia y sedimentación de las gotas. Finalmente, se usó la primera celda (ver Figura N° 15) para evaluar el efecto de la aplicación del campo sobre la separación física de las fases, y la segunda celda (ver Figura N° 16) para el equipo de visualización.

Se dispuso de los objetivos con aumentos de 1X, 1.5X y 2X (Figura N° 23) para la observación de los fenómenos de acercamiento de gotas, drenaje de película, cadenas, aglomeración, coalescencia, entre otros en el Microscopio Estereoscópico Nikon SMZ-U. A medida que el aumento empleado era mayor, fueron posibles observar las gotas más pequeñas de la emulsión contenida en la celda disponible para el equipo de visualización, mientras que con un aumento menor, se observaron gotas más grandes; por lo tanto, se realizaron pruebas con cada objetivo con el fin de seleccionar el aumento con el cual se lograba observar la mayor cantidad de mecanismos involucrados en la desestabilización de la emulsión cuando a ésta se le aplica campo eléctrico. Se seleccionó el aumento de 1X ya que se obtuvo mayor

campo visual y a su vez, se logró hacer un enfoque adecuado que permitió tener una imagen de buena calidad, donde fue posible identificar a nivel macro, los principales mecanismos involucrados en la ruptura de la emulsión.



Figura N° 23. Objetivos que integran el equipo de visualización del Microscopio Estereoscópico Nikon SMZ-U (1X, 1.5X y 2X de izquierda a derecha).

CAPÍTULO V

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos de la aplicación de campo eléctrico DC a dos tipos de emulsiones de agua en aceite, la emulsión sintética de agua en parafina y la fosa de producción petrolera “Acema-100”. Se reportan los valores promedio para un total de 3 repeticiones por prueba. Primero se presenta un estudio de la estabilidad de la emulsión sintética elaborada, seguido del análisis de la puesta en marcha del sistema de visualización para la desestabilización de emulsiones bajo campo eléctrico, y luego se muestran los resultados que describen el comportamiento de la ruptura de la emulsión sintética W/O bajo diversas magnitudes y modalidades de aplicación de campo eléctrico de corriente continua. Finalmente, se compara el efecto de la aplicación de campo eléctrico sobre la emulsión sintética y la fosa evaluando las diferencias y similitudes observadas.

5.1. Evaluación de la Estabilidad de la Emulsión Sintética W/O

La estabilidad de la emulsión sintética W/O fue evaluada preparando tres mezclas por separado que fueron sometidas a las mismas condiciones, es decir, permanecieron a temperatura ambiente (aproximadamente $(23,3 \pm 3,0)^{\circ}\text{C}$) bajo simple acción de la gravedad. Las observaciones se realizaron diariamente de forma simultánea en cada emulsión siguiendo un registro de datos durante un período de tiempo de un mes, ya que el tiempo relativo a estabilidad considerado en este proyecto para la emulsión sintética es de un tiempo de vida media (50% de separación de una fase) mayor a un mes, tiempo en el cual el mayor porcentaje de separación que se observó fue de 10,5% evidenciándose en pequeños cambios que ocurrieron en la apariencia física de la emulsión en forma de parafina concentrada en el tope. El registro de datos obtenidos para la estabilidad de la emulsión sintética W/O se muestran en el *Anexo A*

del *Capítulo X*. La Figura N° 24 que a continuación se presenta, muestra la representación gráfica de los datos recopilados.

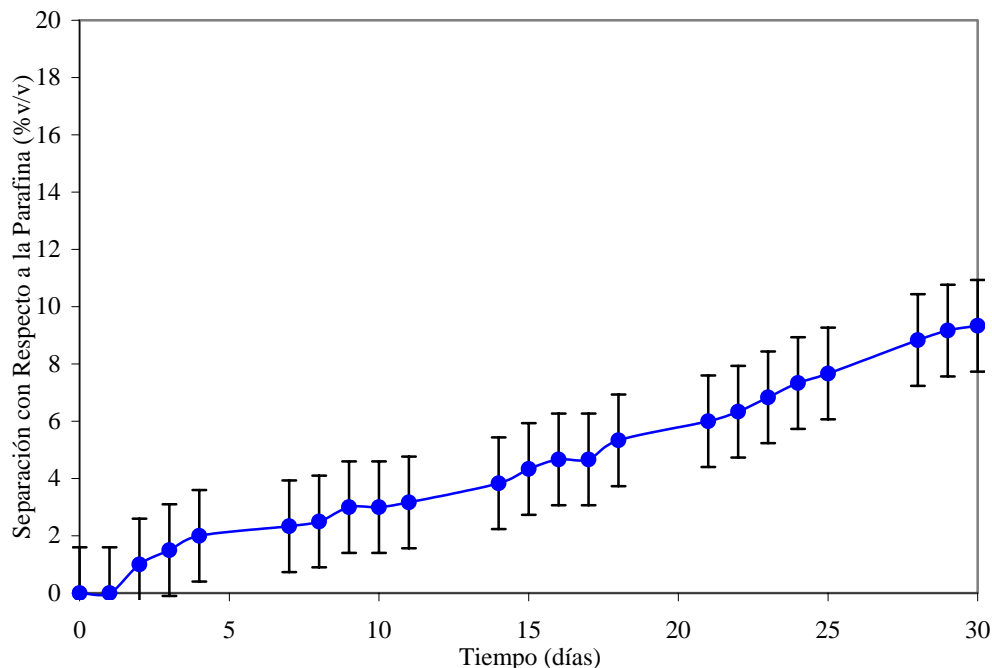


Figura N° 24. Estabilidad de la emulsión sintética W/O por acción de la gravedad y temperatura ambiente de $(23,3 \pm 3,0)^{\circ}\text{C}$.

En esta figura se presenta el porcentaje de parafina separada durante la ruptura de la emulsión sintética W/O sin aplicación de campo eléctrico DC en función del tiempo. Sólo se observó la formación de una capa concentrada o clarificada de fase externa o continua en la parte superior de la emulsión sintética. La velocidad de separación de la fase oleica es de $3,4 \cdot 10^{-6} \text{ %/s}$ (según Marfisi (2006) se obtiene como la pendiente de la recta que ajusta a los datos), cuya magnitud es mucho menor en comparación con las velocidades de separación obtenidas con la aplicación de campo eléctrico DC, cuyos resultados se discuten más adelante. Esto, debido a que en este caso, la estabilidad de la emulsión fue sólo afectada por la fuerza de gravedad como fuerza impulsora natural que permitió remover una fase de la otra en el tiempo. Analizando el comportamiento observado de la velocidad de sedimentación, la cual está regida por la Ley de Stockes (Ecuación N° 7), se tiene que como la diferencia de

densidades entre el agua y la parafina es mínima (0,147g/mL aproximadamente) y la viscosidad del aceite es relativamente alta, tal como puede apreciarse en la Tabla N° 3; debe buscarse la aplicación de mecanismos alternos para propiciar la coalescencia y sedimentación de las gotas, tal como la aplicación de campo eléctrico.

Tabla N° 3. Propiedades de las sustancias puras que componen a la emulsión sintética W/O.

Sustancia	Gravedad Específica a 23°C (adimensional)	Viscosidad Dinámica a 23°C (cP)
Agua	0,998	0,999
Parafina	0,851	62,310

La gráfica de la Figura N° 24 presenta en general el promedio de tres ensayos, donde la máxima desviación estándar registrada es de 1,6%, con patrones no rectilíneos de tipo sigmoide, lo cual es característico de un proceso con varias etapas. Durante un cierto período inicial de aproximadamente un día, no se observó ningún volumen de separación, lo que corresponde a la primera etapa involucrada en el mecanismo de ruptura de la emulsión, en la que ocurre el acercamiento macroscópico de las gotas. La parte ascendente de la curva muestra una baja pendiente indicando que en la etapa de separación física de las fases, la interacción del surfactante en la interfase juega un papel importante produciendo un efecto de notable retardo en el drenaje de la película intergota y por ende en la formación del volumen clarificado; esto implica que, para que la emulsión sintética logre una separación específica dada por simple gravedad, es probable que se requiera de un tiempo prolongado (meses o años).

5.2. Análisis de la Puesta en Marcha del Equipo de Visualización con la Emulsión Sintética W/O

El sistema de visualización para la ruptura de emulsiones bajo campo eléctrico DC está finalmente constituido por el Microscopio Estereoscópico Nikon SMZ-U junto a un soporte para su disposición en forma horizontal, una cámara captadora de imágenes, un software para el equipo de microscopía que dispone del programa *Image Pro Plus 4.0*, una lámpara de luz, una fuente de poder de alto voltaje y una celda de vidrio transparente de 0,3cm de espesor y 10mL de capacidad.

Las pruebas preliminares de visualización permitieron establecer que el objetivo de aumento más apropiado para la observación de los fenómenos durante la desestabilización de la emulsión sintética W/O bajo campo eléctrico DC, entre 2X, 1.5X y 1X; es claramente el de 1X, ya que con éste se puede captar mayor área de la muestra permitiendo un enfoque mucho más nítido de la imagen en el software. También se estableció que no se requiere de todo el aumento de luz disponible por la lámpara, ya que se genera mucho brillo y no se logra la nitidez deseada para la imagen, esto se puede apreciar en la Figura N° 25.

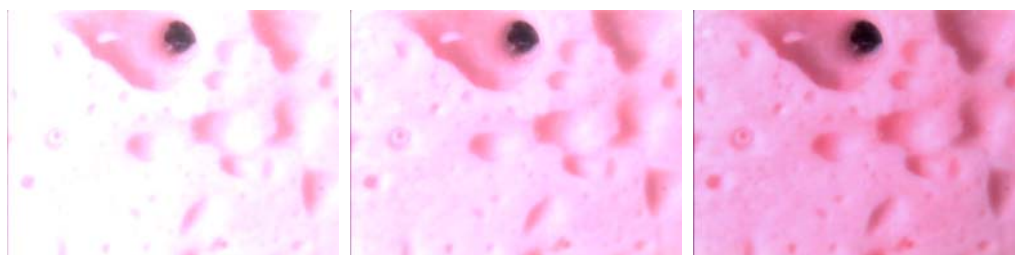


Figura N° 25. Apreciación de la imagen con distintas intensidades de luz, de alta a media alta, en el equipo de visualización para la desestabilización de la emulsión sintética W/O.

Por medio del programa *Image Pro Plus 4.0* se logró captar una secuencia de fotografías que permitieron definir un video donde se muestran algunos de los fenómenos y mecanismos involucrados en la ruptura y desestabilización de

emulsiones del tipo W/O. Algunas de las fotos que conforman una sección de la secuencia de fotografías se pueden apreciar en la Figura N° 26.

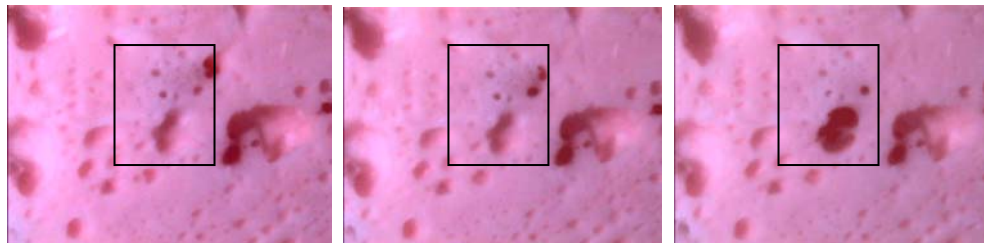


Figura N° 26. Sección de secuencia de fotografías de desestabilización de la emulsión sintética W/O para definir un video con Image Pro Plus.

En estos videos se puede apreciar que una vez que comienza a ser aplicado el campo eléctrico, las gotas de agua se polarizan y comienzan inmediatamente a desplazarse de un lado al otro dentro del área comprendida entre los electrodos, lo cual se puede atribuir al fenómeno de *electroforesis* al darse la atracción entre las gotas y los electrodos invirtiendo así la carga de la gota una vez que alcanza cierto electrodo; a medida que esto pasa, ocurre un *acercamiento de gotas* en forma rápida (dependiendo de la magnitud del voltaje) uniéndose unas con otras (*floculación y coalescencia*), tal como lo explica el fenómeno de atracción entre gotas bajo campo eléctrico mediante *fuerzas dipolares*, donde las gotas de carga positiva son atraídas por las de carga negativa y viceversa. Generalmente, sobre todo cuando el voltaje aplicado es de alta magnitud, como 2,00kV; se tienden a formar *cadena de gotas de agua* entre el área de los electrodos que describen las líneas de campo eléctrico formado, las cuales no necesariamente comienzan y terminan entre un electrodo y otro para provocar el paso de corriente o *percolación* entre los mismos y generar un corto circuito, sino que una vez que son formadas dichas cadenas, las gotas comienzan a *coalescer* ya que crecen de tamaño, tanto que pueden ser apreciadas a simple vista; y posteriormente, comienzan a *sedimentar* al caer y depositarse en el fondo de la celda de visualización formando un nivel inferior de fase acuosa claramente notable. En algunos casos se observó macroscópicamente que las gotas de agua al sedimentar arrastraban consigo trazas de aceite o emulsión, que gracias a la

fuerza de arrastre presente lograban subir nuevamente por encima del volumen de agua formado.

Cabe mencionar que parte del agua coalescida tiende a acumularse y drenarse a través del electrodo de carga positiva, tal como lo comenta Marfisi (2004) en su tesis doctoral; lo cual se debe a que se aplica una diferencia de potencial por medio de la fuente de poder que va desde electrodo de carga positiva o mayor potencial hasta el de carga negativa o menor potencial, permitiendo así que las gotas sean normalmente atraídas por el electrodo de mayor carga. También cabe destacar que el recubrimiento de los electrodos con una pintura anticorrosiva facilitó el escurrimiento del agua que se acumula en el electrodo de carga positiva contribuyendo con el proceso de separación electrostática.

Es importante mencionar que los videos obtenidos por medio del equipo de visualización fueron los preliminares, ya que, una vez que se decidió comenzar con las pruebas definitivas, el software del equipo de microscopía presentó nuevamente (antes de este estudio) una falla irreparable en su tarjeta que no permitió grabar los mejores momentos en la desestabilización de la emulsión sintética W/O bajo campo eléctrico DC. Sin embargo, dichas pruebas permitieron establecer los pasos a seguir para obtener videos de buena calidad y analizar los fenómenos y mecanismos involucrados en el proceso de desestabilización de la emulsión sintética estudiada; por eso decidimos elaborar el *Instructivo de Operación del Equipo de Visualización para la Desestabilización de Emulsiones de Agua en Aceite* que se presenta en el *Apéndice B* bajo los parámetros de la norma ISO 9000 que se siguen en el LSM-UCV para dejar evidencia de la técnica desarrollada.

5.3. Evaluación del Efecto de la Aplicación de Campo Eléctrico DC Sobre la Estabilidad de la Emulsión Sintética W/O

Con la finalidad de determinar el efecto del campo eléctrico DC sobre el proceso de desestabilización de la emulsión sintética del tipo agua en aceite se aplicó el voltaje en diversas magnitudes y modalidades.

En primera instancia, se empleó el campo eléctrico durante diferentes tiempos previamente establecidos (en base a la literatura) sobre la emulsión sintética W/O para posteriormente dejarla en reposo y verificar la contribución de la sedimentación en la separación. Los resultados se presentan a continuación en la Tabla N° 4.

Tabla N° 4. Efecto del tiempo de sedimentación luego de la aplicación de campo eléctrico DC con un voltaje de 2,00kV a la emulsión sintética W/O.

Caso N°	Tiempo (s)	Agua Sedimentada (%)				
		Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
1	60	20	23	24	22	2,1
2	300	50	51	53	51	1,5
3	900	65	63	61	63	2,0
4	1800	70	70	70	70	0,0
5	3600	70	70	70	70	0,0

Se aplicó en cada caso un voltaje de 2,00kV y se varió el tiempo de aplicación, logrando obtener mayor cantidad de agua separada al incrementar el tiempo de acción del campo eléctrico. Después, las emulsiones se dejaron en reposo (sin campo eléctrico) durante 72 horas (3días) y no se apreció ningún cambio en el nivel de agua obtenido con campo eléctrico; razón por la cual se puede afirmar que, en términos prácticos, por simple acción de la gravedad no se tiene ningún efecto posterior a la desestabilización con campo eléctrico DC; mientras que, por otro lado, dicho campo permite aumentar la velocidad de sedimentación de las gotas de agua y acelerar la ruptura de la emulsión. En la figura siguiente (Figura N° 27) se presenta una fotografía donde se tienen los cinco casos descritos en la Tabla N° 4 respectivamente de izquierda a derecha.



Figura N° 27. Separación de la emulsión sintética W/O bajo la aplicación de 60, 300, 900, 1800 y 3600 segundos respectivamente de campo eléctrico DC a un voltaje de 2,00kV.

La reproducibilidad de los datos se evidenció al calcular una desviación estándar máxima de 2,1% de agua sedimentada (calculada según el *Anexo D*) para los ensayos realizados reflejando la buena precisión de los datos.

La temperatura inicial en cada uno de los casos fue de 22,2°C. La variabilidad de los datos permiten definir una temperatura y desviación estándar promedios de (22,7 +/- 0,3)°C con una desviación estándar máxima de 0,3°C, lo cual refleja un cambio mínimo de esta variable durante el proceso de ruptura de la emulsión para los tiempos establecidos en 60, 300, 900, 1800 y 3600 segundos. Una vez que se dejaron reposar las muestras durante 72 horas, éstas alcanzaron una temperatura de 22,2°C nuevamente, lo que correspondía a la temperatura ambiental.

5.3.1. Efecto del cambio de la magnitud de voltaje

Una vez observado que la acción de la gravedad no contribuyó por si sola o en forma apreciable con la sedimentación de gotas de agua luego de la aplicación de campo eléctrico DC a la emulsión sintética, se decide realizar el estudio de diversas magnitudes de voltaje en forma continua en el tiempo, aplicando así 2,00 (0,35); 1,75 (0,31); 1,50 (0,27); 1,25 (0,22); 1,00 (0,18); 0,75 (0,13) y 0,50kV (0,09kV/cm) a dicha emulsión en la celda disponible para el estudio de separación de fases logrando así obtener el gráfico que se presenta en la Figura N° 28 a continuación.

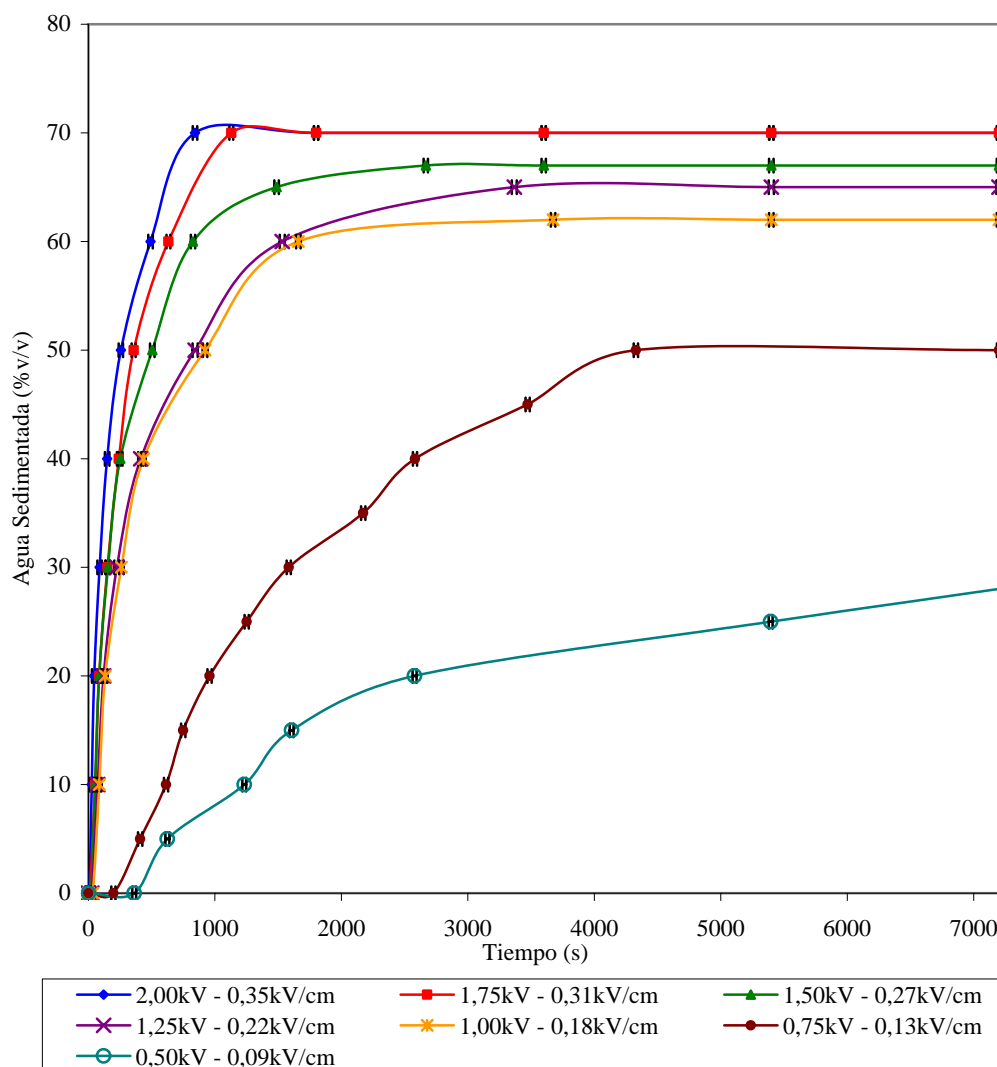


Figura N° 28. Gráfico de variación del porcentaje de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo distintas magnitudes de campo eléctrico DC fijo continuo.

El gráfico de la Figura N° 28 presenta el promedio de tres ensayos realizados para cada magnitud de voltaje aplicado a la emulsión sintética W/O, donde la reproducibilidad de los datos arrojaron una desviación estándar máxima de 17,6 segundos (calculada según el Anexo D), lo cual es razonable si consideramos la amplia magnitud en la escala de tiempo analizada. Si observamos cada tendencia descrita por cada magnitud de voltaje aplicado en forma aislada, vemos que existe un

comportamiento en común en la desestabilización por electrocoalescencia de la emulsión sintética W/O que puede ser interpretado en tres etapas.

Una primera etapa comprendida por los segundos iniciales en los cuales ocurre el mecanismo de ruptura de la emulsión, es decir, el acercamiento de gotas, seguido del drenaje de la película intergota y la coalescencia. En este período de tiempo no se logra apreciar acumulación de agua en el fondo de la celda porque el tamaño de las gotas no es suficiente para que puedan sedimentar rápidamente.

La segunda etapa la describe el aumento progresivo del porcentaje de agua que sedimenta en el tiempo; aquí las gotas de agua comienzan a separarse de la emulsión y sedimentar permitiendo que la conductividad del sistema disminuya principalmente en el tiempo al reducirse el contenido de agua entre los electrodos.

La tercera y última etapa está asociada a una relativa estabilidad en el proceso de separación de fases donde ya las gotas de agua sedimentan en forma más lenta contando con un volumen significativo de agua sedimentada y otro volumen significativo de aceite (parafina líquida) en contacto con los electrodos, por lo que puede suponerse que la conductividad de la emulsión es mínima y similar a la del aceite. Cabe mencionar que entre la fase acuosa y la fase oleica obtenidas se observaba una fase intermedia de emulsión sintética, específicamente por debajo de la zona de los electrodos, cuyo espesor o volumen disminuía a medida que la magnitud de voltaje de campo eléctrico DC aplicado era mayor; lo cual es razonable porque un campo eléctrico elevado debe tener la fuerza suficiente como para atraer las gotas de agua que se encuentran en sus adyacencias mientras que si éste es bajo la fuerza será más débil y no tendrá la misma capacidad de atracción y separación.

Con respecto a las magnitudes aplicadas de campo eléctrico de corriente continua, las pendientes de las rectas dadas por el ajuste lineal de los datos (Marfisi, 2006) permiten obtener una velocidad de separación de la emulsión con respecto al agua de $38,5 \cdot 10^{-3} \%/s$ para 2,00kV; $36,8 \cdot 10^{-3} \%/s$ para 1,75kV; $16,8 \cdot 10^{-3} \%/s$ para 1,50kV; $11,0 \cdot 10^{-3} \%/s$ para 1,25kV; $10,3 \cdot 10^{-3} \%/s$ para 1,00kV; $7,8 \cdot 10^{-3} \%/s$ para 0,75kV y $3,6 \cdot 10^{-3} \%/s$ para 0,50kV. Esto permite concluir que a medida que la magnitud de voltaje aplicado es mayor, se acelera el mecanismo de ruptura de la emulsión,

aumenta la velocidad de sedimentación y, por lo tanto, la proporción de agua separada en el tiempo.

Entre las magnitudes de voltaje aplicado de 0,75 y 1,00kV se observa una notable diferencia en la tendencia de la separación de agua en el tiempo al compararla con las magnitudes entre 1,00 y 2,00kV, lo cual implica la existencia de una magnitud de campo eléctrico DC óptimo.

Si graficamos el tiempo en el cual comienza a separarse la emulsión para cada magnitud de voltaje, se obtiene el gráfico de la Figura N° 29 que se muestra a continuación.

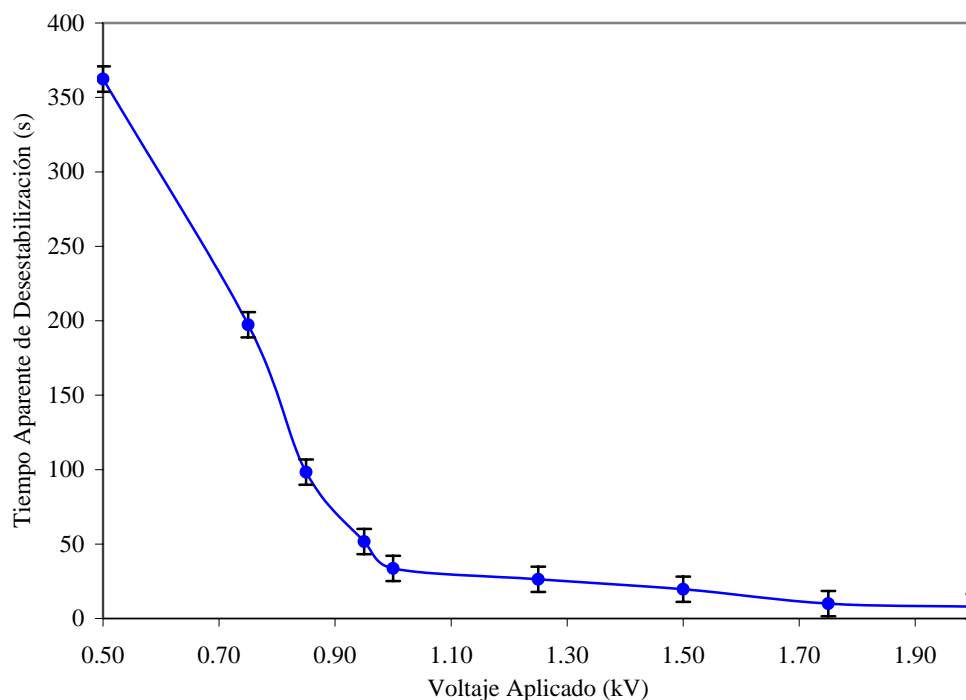


Figura N° 29. Tiempo aparente de desestabilización de la emulsión sintética W/O a distintas magnitudes de campo eléctrico DC fijo continuo.

En la Figura N° 29 se presenta el promedio de los tres ensayos realizados en la determinación del tiempo aparente de desestabilización de la emulsión sintética W/O, con una desviación estándar máxima de 8,5 segundos. En esta figura se aprecian los segundos iniciales, que implican la primera etapa descrita por medio de la figura

anterior, donde se desestabiliza la emulsión sintética W/O bajo diversas magnitudes de campo eléctrico. Cada punto en el gráfico refleja el período de tiempo en el cual aparentemente se llevó a cabo el mecanismo de ruptura de la emulsión; y en general, se evidencia que un voltaje elevado acelera el proceso de desestabilización de la muestra analizada. El cambio de comportamiento de las pendientes observadas entre los voltajes de 0,50 a 1,00kV y los voltajes de 1,00 y 2,00kV ratifican lo observado en el gráfico de la Figura N° 29 sobre la existencia de un campo eléctrico cuya magnitud voltaje es óptima.

Graficando los tiempos para los cuales se obtuvo el 50% de separación de la emulsión con cada uno de los voltajes aplicados, se obtiene la Figura N° 30.

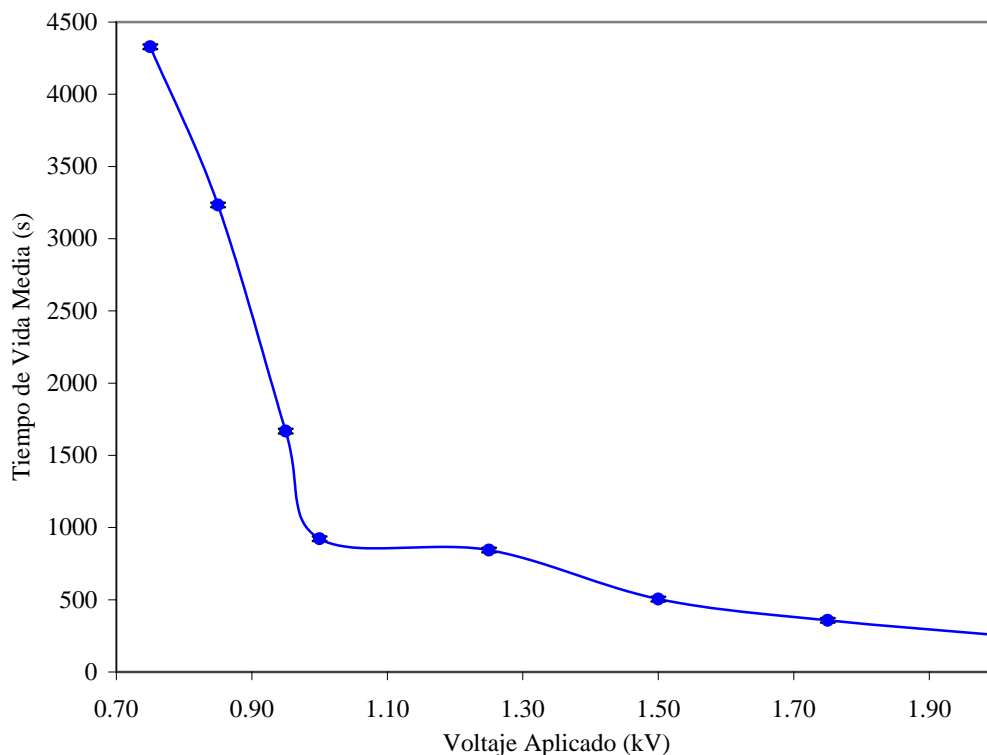


Figura N° 30. Gráfico de variación de los tiempos de vida media de la emulsión sintética W/O bajo la aplicación de diversas magnitudes de campo eléctrico DC con voltaje fijo continuo.

El gráfico mostrado en la Figura N° 30 contiene los puntos correspondientes al promedio de los tres ensayos realizados en la determinación de los tiempos de vida

media de la emulsión sintética analizada, los cuales reportan una desviación estándar máxima de 15,8 segundos para la escala de tiempo considerada. Este gráfico involucra parte de la segunda etapa del proceso de desestabilización electrostática de la emulsión descrita anteriormente en la Figura N° 28, y presenta el mismo comportamiento observado en la figura anterior (Figura N° 29), lo cual quiere decir que durante la plena separación de las fases que componen la emulsión sintética se mantiene la tendencia observada entre las magnitudes de voltaje aplicado con una magnitud óptima de 1,00kV aproximadamente. Para el campo eléctrico DC con una magnitud de voltaje de 0,50kV no se logró obtener una separación del 50% del agua contenida durante el período de estudio de 2 horas, esto puede atribuirse a que esa magnitud está muy por debajo de la óptima.

Representando la separación de agua obtenida al cabo de las 2 horas de aplicación de campo eléctrico se obtiene la Figura N° 31.

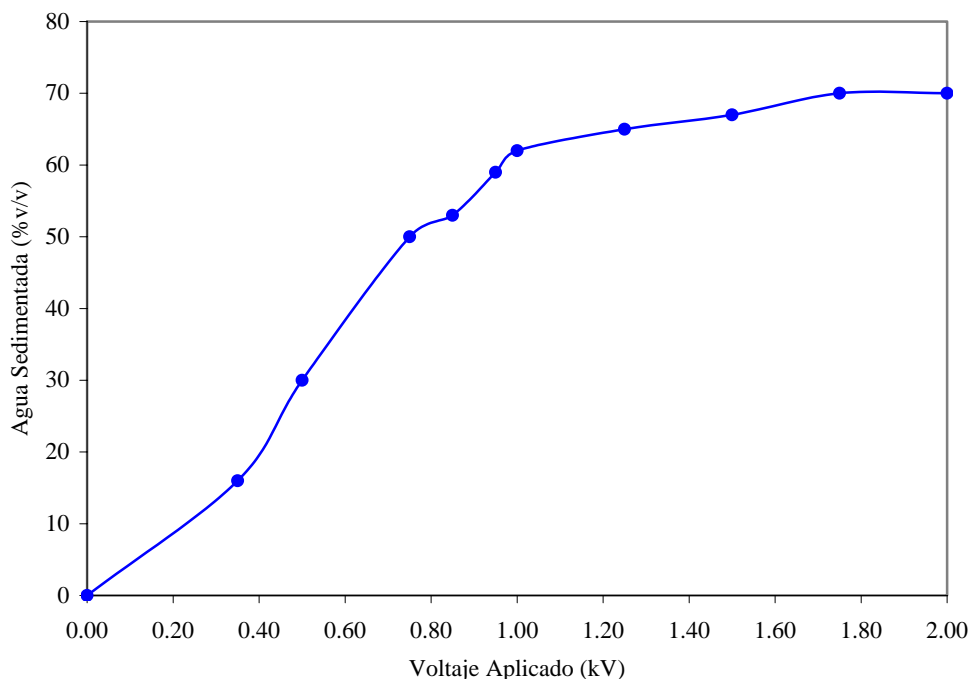


Figura N° 31. Gráfico de porcentaje de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O luego de la aplicación de dos horas de distintas magnitudes de campo eléctrico DC fijo continuo.

En el gráfico de la Figura N° 31 se muestran los tres ensayos realizados (con una desviación estándar de 0,0 para cada una de las variables presentadas) en la obtención del contenido de agua máximo sedimentado como resultado de la aplicación de dos horas de campo eléctrico, lo cual corresponde al proceso de desestabilización electrostática para la tercera y última etapa observada en la Figura N° 28. Esta figura presenta un comportamiento que va acorde con lo planteado anteriormente en las Figuras N° 28, 29 y 30, ya que muestra el efecto directo donde a mayor magnitud de voltaje aplicado a la emulsión mayor es el contenido de fase acuosa obtenida en el tiempo al proporcionar una mayor intensidad de las fuerzas que se generan bajo la aplicación de campo eléctrico (descritas en la sección 2.2.2.4 del *Capítulo II*). Aquí también se aprecia el cambio en la tendencia de los datos en 1,00kV, lo cual permite definir este voltaje como la magnitud de campo eléctrico óptima por medio de la cual cambia radicalmente la velocidad de ruptura y desestabilización de las emulsiones del tipo W/O; por lo tanto, un voltaje mayor al óptimo permitirá una separación más rápida que cuando se opera por debajo del mismo, pero no implica un aumento significativo de la separación.

Las temperaturas promedio obtenidas durante todo el proceso de desestabilización y ruptura de la emulsión para cada magnitud de voltaje varían desde 22,3°C hasta 23,6°C registrando una desviación estándar máxima de 0,9°C, lo cual da una idea de la poca variabilidad de esta variable durante la separación.

Los datos obtenidos sobre cada magnitud de voltaje se muestran detalladamente en el *Anexo B* del *Capítulo X*.

5.3.2. Efecto del cambio de la modalidad de voltaje

Una vez evaluado el efecto del cambio de magnitud de voltaje en la desestabilización electrostática de la emulsión sintética W/O y de haber definido como voltaje óptimo la magnitud de 1,00kV, se escoge este valor para proceder a evaluar el cambio de la modalidad en la aplicación del voltaje sobre el proceso de ruptura de la emulsión.

Se evaluaron distintas modalidades de aplicación de campo eléctrico DC a la emulsión en estudio, específicamente se buscó analizar y comparar el efecto de la aplicación del voltaje fijo continuo, el efecto de la intermitencia del voltaje o voltajes en pulso a diversas frecuencias, el efecto del cambio de la polaridad de los electrodos y, finalmente, el efecto de usar un voltaje variable. Todos los datos recolectados se tomaron en base al porcentaje de agua separada. En la Figura N° 32 que a continuación se presenta, se muestra el resultado obtenido del promedio de tres ensayos sobre el porcentaje de fase acuosa separada en función del tiempo bajo diferentes formas de aplicación del campo eléctrico DC, donde la máxima desviación estándar encontrada es de 17,6 segundos, valor que permite considerar que los datos son precisos al notar el amplio rango de magnitud de tiempo empleado.

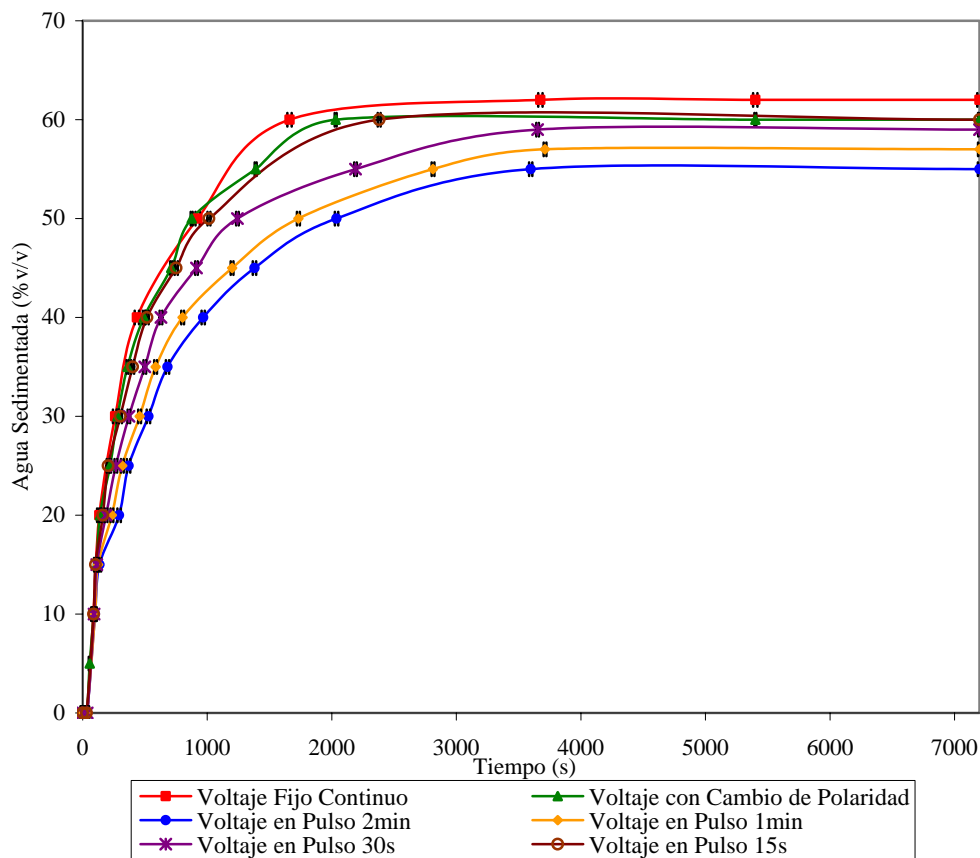


Figura N° 32. Gráfico de variación del porcentaje de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo diversas modalidades de campo eléctrico DC a 1,00kV – 0,18kV/cm.

Todas las curvas que se exponen en la Figura N° 32 tienen el mismo comportamiento. Muestran un crecimiento inicial acelerado que tiende a la vertical luego de unos pocos segundos iniciales de aplicación del campo hasta un volumen correspondiente a un 20% de agua separada, seguidamente se produce un cambio suave de dirección o una curvatura que tiende a la horizontal una vez que se supera el 50% de separación del volumen de agua.

En estos casos, se observó que durante el tiempo inicial de aplicación del campo eléctrico, las gotas de agua contenidas entre los electrodos se deformaron elipsoidalmente hacia la dirección del campo, es decir, se produjo el alargamiento de las gotas las cuales fueron atraídas mayormente hacia el electrodo positivo. Esta deformación originó la ruptura o debilidad de la película que rodea a la gota, por lo que se facilitó la coalescencia de las mismas, las cuales sedimentaron rápidamente observándose la separación del agua emulsionada que corresponde al a la primera sección del comportamiento descrito en las curvas. La cantidad de agua emulsionada contenida entre los electrodos disminuyó en el tiempo debido a que aumentaba su sedimentación. Esto originó que la distancia entre las gotas de agua que quedaron suspendidas en la emulsión aumentara en el tiempo, por lo tanto la fuerza de atracción entre dichas gotas disminuyó en forma notable y la respuesta a la coalescencia ocurrió en forma más lenta, tal como se identificó en el segundo comportamiento descrito en la Figura N° 32, el cual indica que para una misma magnitud de voltaje empleado en la aplicación del campo, en este caso 1,00kV, con el tiempo se hace más difícil la separación, por lo que se debió emplear mayor tiempo de aplicación para aumentar la separación de las fases presentes.

El comportamiento antes descrito sobre la ruptura de la emulsión ante un campo eléctrico fijo continuo y cambiando la polaridad de los electrodos, es prácticamente el mismo observado al aplicar las intermitencias del voltaje. Sin embargo, la mayor similitud se observa entre las curvas de voltaje fijo continuo, voltaje con cambio de polaridad en los electrodos (cada dos minutos) y voltaje en pulso de cada 15 segundos; mientras que para los casos de voltajes en pulso a 30 segundos, 1 y 2 minutos se observa respectivamente que para un mismo tiempo de aplicación se

obtiene menor contenido de agua sedimentada, lo cual se atribuye a que se deja de aplicar campo cada vez por más tiempo haciendo que se retarde la separación. Sin embargo, no se puede asegurar que siempre se requerirá más tiempo de aplicación de campo cuando se emplea voltaje pulso para lograr una separación específica dada que cuando se aplica una modalidad diferente porque, además de que la intermitencia del voltaje se realizó en forma manual, no se sabe si existe alguna magnitud de frecuencia que pueda generar un resultado más favorable con voltaje en pulso; pero para las frecuencias analizadas si es concluyente que a medida que se acorta el tiempo de intermitencia en la aplicación de voltaje en pulso, el proceso se asemeja más al de aplicación de voltaje fijo continuo o con cambio de polaridad porque incrementa la velocidad de separación.

Al obtener los valores de las pendientes de las rectas dadas por el ajuste lineal de los datos (Marfisi, 2006) se demuestra lo antes mencionado, ya que se obtiene que la velocidad de separación de la emulsión con respecto al agua correspondiente a cada modalidad a 1,00kV es de $10,3 \cdot 10^{-3} \%$ /s para voltaje fijo continuo; $10,5 \cdot 10^{-3} \%$ /s para voltaje con cambio de polaridad; $7,4 \cdot 10^{-3} \%$ /s para voltaje en pulso de 15s; $7,5 \cdot 10^{-3} \%$ /s para voltaje en pulso de 30s; $7,0 \cdot 10^{-3} \%$ /s para voltaje en pulso de 1min y $6,9 \cdot 10^{-3} \%$ /s para voltaje en pulso de 2min.

Otra diferencia observada entre estas modalidades de aplicación de campo eléctrico fue la interfase formada entre el agua sedimentada y la emulsión. Con la aplicación de voltaje fijo continuo y de voltaje en pulso, se observó una interfase irregular, mientras que con la aplicación del voltaje fijo continuo con cambio de polaridad se observó mayor nitidez y uniformidad en esta interfase. Esto es debido a que, como se mencionó anteriormente, hubo mayor actividad hacia el electrodo de carga positiva, por ende para los casos del voltaje fijo continuo y voltajes en pulso donde éste electrodo se mantuvo siempre en la misma posición, la interfase agua sedimentada-emulsión era irregular cerca de dicho electrodo; mientras que con el voltaje fijo continuo con cambio de polaridad, la actividad ocurrió de forma equitativa en la celda debido a que se alternaba la posición del electrodo positivo cada dos minutos de aplicación de campo originando una interfase más nítida y uniforme.

Adicionalmente, se realizaron pruebas de desestabilización a la emulsión sintética W/O empleando la fuente de poder de voltaje variable, donde éste varía según como el equipo lo permite. Los resultados obtenidos con esta modalidad aportan una desviación estándar máxima aceptable en la escala del tiempo de 17,9 segundos (calculada según el Anexo D). La Figura N° 33, que se presenta a continuación, muestra el promedio de tres ensayos que resumen los datos obtenidos.

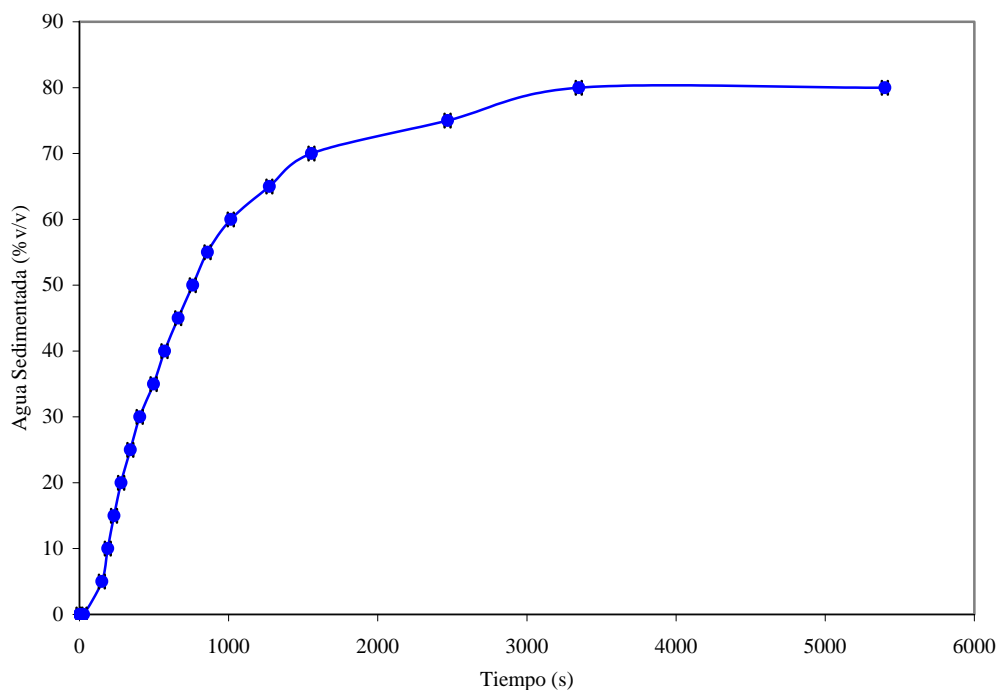


Figura N° 33. Gráfico de variación del porcentaje de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC variable continuo.

La Figura N° 33 muestra un comportamiento similar al descrito en la Figura N° 32 radicando la diferencia en la pendiente del crecimiento de la curva para los primeros tiempos de aplicación del campo eléctrico y el porcentaje para el cual se muestra la tendencia horizontal de la curva. Pese a que el proceso de separación del agua se hace más lento en los segundos iniciales cuando se aplica voltaje variable continuo que cuando se aplica el voltaje en cualquier otra de las modalidades discutidas, se obtiene mayor cantidad de agua sedimentada en el tiempo. Por ejemplo,

para obtener un 20% del volumen de agua contenida en la emulsión sintética W/O aplicando campo eléctrico bajo las diferentes modalidades, se obtuvo que cuando el voltaje fue variable se requirió un tiempo de aplicación de campo comprendido entre 270 y 288 segundos, mientras que un tiempo entre 135 y 141 segundos cuando el campo fue de voltaje fijo cambiando la polaridad de los electrodos y un tiempo de aplicación de campo entre 128 y 139 segundos cuando el voltaje fue fijo continuo. Cabe mencionar que para lograr esta separación empleando campo eléctrico con voltaje en pulso se requirió el mayor tiempo de aplicación con la intermitencia de 2 minutos, comprendido entre 284 y 304 segundos, mientras que con una intermitencia de 15 segundos alcanzó un tiempo de separación comprendido entre 159 y 165 segundos, lo que ratifica que esta modalidad (voltaje en pulso de 2min) es menos eficiente en comparación con las demás para acelerar la ruptura de la emulsión. Los resultados obtenidos para los tres primeros casos planteados en el ejemplo, indican que la velocidad inicial de sedimentación de las gotas de agua contenidas en la emulsión es menor en el caso de aplicación de campo con voltaje variable, lo cual se explica mejor analizando el comportamiento de la curva que se muestra en la Figura N° 34 que se presenta más adelante. Ahora bien, comparando los valores de agua sedimentada con cada modalidad de aplicación de campo en un tiempo prolongado, se tiene que para un tiempo de aplicación de 5400 segundos de campo eléctrico con voltaje variable se obtuvo una separación del 80% del volumen de agua contenida en la emulsión sintética W/O, mientras que para ese intervalo de tiempo, con las otras modalidades de aplicación de campo eléctrico, apenas se alcanzó la sedimentación alrededor del 60% del contenido de agua de la emulsión; por ende, en el tiempo, la aplicación de campo eléctrico con voltaje variable genera mayor velocidad de separación de fases que con la aplicación de un campo con voltaje fijo continuo o con cambios de polaridad, ya que la velocidad de separación dada por la pendiente de la recta que ajusta los datos es la más alta que con otra modalidad ($15,8 \cdot 10^{-3} \%$ /s).

A continuación se presenta la Figura N° 34, que muestra, a través del promedio de tres ensayos, la variación del voltaje aplicado a la emulsión sintética W/O en el

tiempo con una desviación estándar máxima para el voltaje de 0,40kV dada por el equipo.

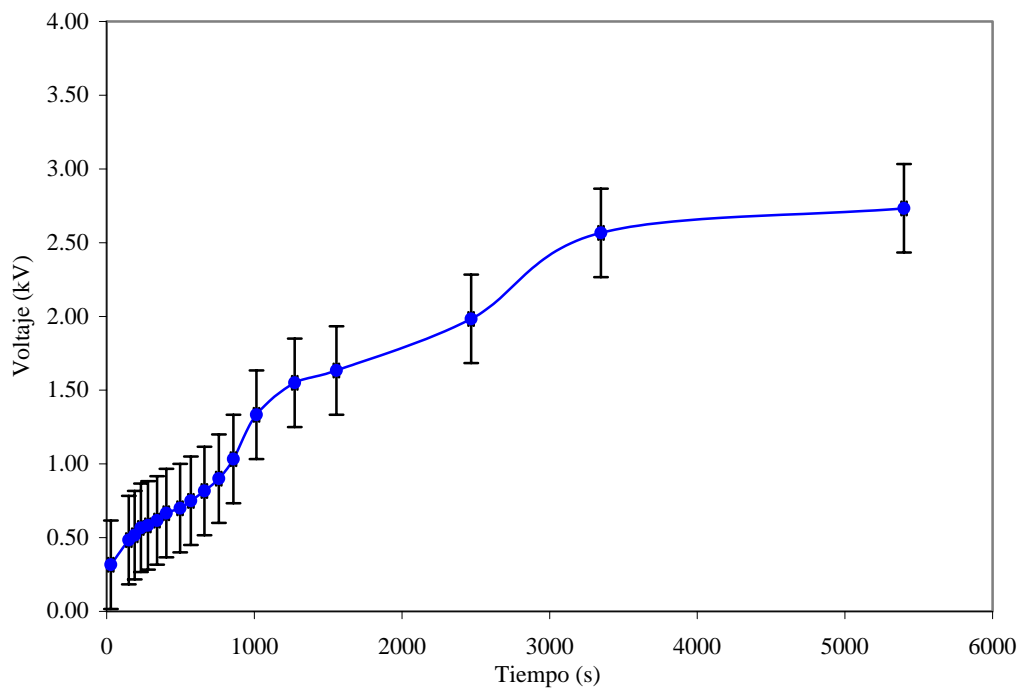


Figura N° 34. Gráfico de variación del voltaje aplicado a la emulsión sintética W/O en el tiempo.

En la Figura N° 34 se observa que para el tiempo inicial de aplicación de campo eléctrico, se logró emplear un voltaje de 0,30kV, el cual aumentó gradualmente pudiendo alcanzar el voltaje de 1,03kV (igual magnitud de voltaje aplicado de forma continua para las demás modalidades) en un tiempo comprendido entre 858 y 865 segundos luego de iniciada la aplicación del campo. Esto justifica el comportamiento discutido en la Figura N° 33, el cual se comparó con los resultados obtenidos durante los primeros segundos de aplicación, ya que el voltaje aplicado para ese entonces se encontraba por debajo del discutido para las otras modalidades observando un menor volumen de agua sedimentada, y por ende, la fuerza impulsora empleada para separar las fases era menor. De igual forma, se justifica el hecho de que para un tiempo prolongado de aplicación de campo se logró mayor separación con el campo eléctrico de voltaje variable que con cualquier otra modalidad, ya que luego de transcurridos

los 865 segundos de aplicación éste aumentó gradualmente estando cerca de triplicar la magnitud de voltaje establecida de 1,00kV, es decir, logrando una aplicación de voltaje superior a los 2,50kV.

El aumento de voltaje a lo largo del tiempo de separación de fases es razonable, ya que a medida que se desestabiliza la emulsión se concentra la fase oleica en las adyacencias de los electrodos disminuyendo la cantidad de gotas de agua en esta zona para permitir la disminución de la conductividad de la emulsión (se aproxima cada vez más a la conductividad de la fase orgánica – 0,0S/cm), cosa que hace que la resistividad del medio aumente (ya que la resistividad es el inverso de la conductividad) y se ocasione el incremento de la diferencia de potencial o voltaje (analizando la Ley de Ohm en la Ec. 10) para que se genere el paso de corriente a través del sistema, pues la intensidad de la corriente permanece constante para la fuente de poder empleada.

Una similitud que se observa en las diferentes modalidades de aplicación de campo eléctrico consiste en que con la aplicación del campo se logró separar y concentrar cada una de las fases que conformaban la emulsión sintética W/O. En todos los casos, después de algún tiempo de aplicación de campo, el sistema se separó típicamente en tres zonas: una zona central que contenía la emulsión de alto contenido de fase interna y dos zonas de fases separadas bien definidas, la interna sedimentada y la externa clarificada en el tope. Se observó que mientras mayor era el voltaje aplicado a la emulsión contenida entre los electrodos, mayor fue la cantidad de agua y parafina que se logró separar y menor era la cantidad de emulsión que quedaba en la zona central. Esto se refleja en los valores obtenidos con la modalidad de aplicación de campo con voltaje variable, los cuales muestran que a medida que el voltaje aumenta la separación de fases se incrementa.

Debido a que la longitud de los electrodos no cubre la totalidad de la celda (lo cual es imposible en la práctica debido a que al sedimentar las primeras gotas de agua se producirían un corto en el sistema) existe una zona de aplicación de campo, que es la perteneciente a la emulsión contenida entre los electrodos y otra zona que no está sometida con la misma intensidad a las fuerzas de naturaleza eléctrica originadas por

la aplicación del campo, que es la zona central donde queda la emulsión con alto contenido de fase dispersa. Sin embargo, como se observó en los resultados obtenidos, mientras mayor es el campo de aplicación, mayor es la intensidad de estas fuerzas provocando una tendencia de migración de las gotas dispersas contenidas en la zona central hacia el campo generado entre los electrodos, produciendo la coalescencia de las mismas y por ende, mayor contenido de fase acuosa sedimentada y menor contenido de emulsión en la zona central.

Los valores de temperaturas promedio calculados del proceso de separación de la emulsión sintética W/O para cada modalidad de voltaje aplicado a 1,00kV varían desde 22,0°C hasta 22,6°C con una desviación estándar máxima de 0,3°C alrededor de la magnitud promedio, lo cual evidencia una vez más que la temperatura presenta una mínima variación en el proceso de desestabilización y ruptura de la emulsión analizada.

Las desviaciones estándar máximas calculadas para la temperatura comprueban que la aplicación de campo eléctrico de corriente continua a diversos tiempos, magnitudes y/o modalidades no proporcionan el calentamiento o enfriamiento de la emulsión sintética W/O durante el proceso de separación de sus fases componentes; por lo tanto, la desestabilización de la emulsión se generó sólo por la aplicación de una diferencia de potencial.

Los datos obtenidos sobre cada modalidad de voltaje se muestran en el *Anexo C* del *Capítulo X*.

5.4. Estudio Comparativo Entre la Emulsión Sintética W/O y la Emulsión Proveniente de la Fosa de Producción Petrolera “Acema-100”

Conocido el efecto de la influencia de la magnitud de voltaje y su forma de aplicación sobre una emulsión sintética del tipo W/O, se realizó la aplicación de campo eléctrico bajo las mismas condiciones (a la misma temperatura, en la misma celda y volumen) a la emulsión proveniente de la fosa de producción seleccionada

“Acema-100” con el objetivo principal de entender y visualizar el mecanismo de ruptura de esta emulsión en la interfase al aplicar campo eléctrico más que con el interés de lograr su desestabilización.

Se le aplicó inicialmente un voltaje fijo de 2,00kV, el cual se pudo mantener por un tiempo continuo de 10 minutos, tiempo después del cual se produjo un corto en el sistema originando una caída de voltaje a 0,00kV. Durante este tiempo de aplicación del campo, no se observó ninguna separación física o sedimentación de la fase acuosa, por lo que transcurrido un tiempo de reposo se intentó nuevamente aplicar campo eléctrico pero ajustándolo lentamente hasta los 2,00kV. Este valor de voltaje se logró mantener por un período de tiempo de cinco horas continuas, sin embargo, transcurrido este tiempo tampoco se observó separación de fases. Este procedimiento se repitió transcurridas 24 horas de la última aplicación de campo, presentando dificultad para lograr alcanzar y mantener el voltaje de operación. Transcurridas cuatro horas adicionales de aplicación de campo a 2,00kV, se apagó la fuente de poder para analizar el comportamiento de fases. Aunque no se observaron fases claramente separadas, se notó una acumulación de agua “coalescida” al fondo de ambos electrodos (20% aproximadamente).

Se aplicó también campo eléctrico con voltaje variable, logrando aumentar su magnitud gradualmente desde 1,10 hasta 1,50kV. Luego de seis horas de aplicación del campo, se observó una pequeña acumulación de agua al final de los electrodos (como en el caso anterior, pero en una proporción de 10% aproximadamente). Se observó también una variación en la temperatura de 1,1°C entre 22,8 y 23,9°C a lo largo de ese período.

El resultado obtenido, permite discutir ciertos aspectos comparativos entre la emulsión sintética W/O y la emulsión proveniente de la fosa de producción petrolera “Acema-100”, estos son:

- (a) La técnica de separación con campo eléctrico DC aprovecha la diferencia en la conductividad eléctrica de las distintas fases que conforman la emulsión para separarlas y concentrarlas. En el caso de la emulsión sintética la fase

dispersa está conformada por agua destilada mientras que para la fosa de producción la fase dispersa está compuesta por agua con una elevada concentración de sales que incrementan la conductividad del sistema mientras disminuye la resistividad del medio a la corriente; esto ocasiona que al tener fija la intensidad de la corriente (según la fuente de poder empleada) el voltaje alcanzado sea menor (Ley de Ohm – Ec. 10) para la fosa de producción que para la emulsión sintética.

- (b) La velocidad de sedimentación de las gotas de agua es mayor en el caso de la emulsión sintética W/O que en el caso de la emulsión proveniente de la fosa de producción “Acema-100”. Esto debido a que la viscosidad de la emulsión proveniente de la fosa es mayor en comparación con la viscosidad de la emulsión sintética (ver Tabla N° 5). Además, la diferencia de densidades es menor para la fosa que para la emulsión sintética. Si analizamos esto con la Ley de Stokes (Ecuación N° 7), se tiene que una viscosidad mayor junto a una diferencia de densidades mínima, disminuyen considerablemente la velocidad de sedimentación de la fase dispersa, por ello la diferencia observada entre ambas emulsiones.

Tabla N° 5. Propiedades de las emulsiones del tipo W/O estudiadas.

Emulsión	Gravedad Específica a 23°C (adimensional)	Gravedad API (°API)	Viscosidad Dinámica a 23°C (cP)	DTG (µm)	Contenido Volumétrico (%)		
					Agua	Aceite	Sólidos
Sintética W/O	0,910	24	74,0	2 – 10	50,0	50,0	0,0
Acema 100	0,940	19	473,2	15 - 30	47,1*	51,7*	1,2*

* Datos tomados del Trabajo Especial de Grado de Padrón y Zúñiga (2005).

La viscosidad de la fase continua es lo que origina que para una emulsión el agua coalescida sedimente con facilidad o no, pues para una alta viscosidad, como la de la fosa de producción, el agua coalescida queda atrapada en la fase continua en forma de agregados dificultando que alcancen el tamaño o peso necesario para vencer las fuerzas de arrastre y sedimentar por simple gravedad.

- (c) En cada emulsión, las gotas de agua están estabilizadas por surfactantes diferentes. En el caso de la emulsión proveniente de la fosa de producción “Acema-100”, los surfactantes son numerosos y pueden comprender desde compuestos naturales de superficie activa tales como asfáltenos y resinas conteniendo ácidos orgánicos y bases, ácidos nafténicos, ácidos carboxílicos, compuestos de sulfuro, fenoles, cresoles y otros surfactantes naturales de alto peso molecular, hasta partículas sólidas finamente divididas tales como arena, arcillas, lodos de perforación, entre otros que contribuyen a la estabilidad de la emulsión formando una barrera intergota viscosa que inhibe la coalescencia. En el caso de la emulsión sintética W/O la capa de surfactante que rodea a la gota de agua dispersa, es menos compleja y ofrece menos estabilidad ante la aplicación del campo eléctrico.
- (d) La diferencia de edad entre ambas emulsiones influye notablemente en la estabilidad de las mismas, entendiéndose por edad, el tiempo de vida de la emulsión. De la fosa de producción analizada se sabe que ya posee varios años de vida, mientras que la emulsión sintética W/O sólo fue estudiada durante un mes. La edad favorece la estabilidad de la emulsión porque el tiempo permite que los surfactantes migren a la interfase de la gota, contribuyendo con que la película de interfase llegue a ser más gruesa, más fuerte y más dura. Además, la cantidad de agentes emulsificantes se incrementa en la naturaleza por oxidación, fotólisis, evaporación o por la acción de bacterias.

CAPÍTULO VI

CONCLUSIONES

- El procedimiento desarrollado por medio del equipo de visualización permite captar imágenes y videos durante la desestabilización electrostática de emulsiones del tipo W/O que facilitan la identificación y evaluación de los fenómenos y mecanismos involucrados en el proceso de separación de sus fases componentes.
- La aplicación de campo eléctrico de corriente DC a una emulsión del tipo W/O permite la desestabilización y separación de sus fases componentes de manera acelerada.
- La aplicación de diversas magnitudes de voltajes fijos y continuos en el tiempo a emulsiones de agua en aceite permiten apreciar la existencia de un voltaje óptimo de campo eléctrico DC, que puede ser definido como la magnitud por medio de la cual cambia radicalmente la velocidad de separación.
- La aplicación de campo eléctrico de corriente continua en distintas modalidades demuestra que se requiere más tiempo de aplicación de campo a la emulsión cuando se emplea voltaje en pulso, con una frecuencia mayor a 15 segundos, para lograr una separación específica dada por una modalidad diferente. Además, la modalidad de voltaje variable propicia mayor velocidad de separación que las modalidades fija continua, con cambio de polaridad o en pulso.
- La aplicación de campo eléctrico DC a diversos tiempos (menores a 2 horas), magnitudes y/o modalidades no contribuyen con el calentamiento de la emulsión sintética de agua en aceite durante el proceso de separación de sus fases componentes.

- El efecto de la aplicación de campo eléctrico DC a una emulsión del tipo W/O permite establecer que el recubrimiento de los electrodos con una pintura anticorrosiva facilita el escurrimiento del agua que se acumula, con mayor frecuencia, en el electrodo de carga positiva contribuyendo así con el proceso de separación electrostática.
- La fosa de producción “Acema-100” es una emulsión superestable de agua en crudo (aceite) que debido a la gran cantidad y variedad de agentes emulsificantes y sólidos, a las condiciones climáticas a las que ha sido sometida, la edad, la alta viscosidad, la mínima diferencia de densidades entre sus fases componentes, la conductividad, entre otras propiedades; dificultan el proceso de desestabilización y ruptura bajo la aplicación de un campo eléctrico DC al compararlo con el proceso de separación de una emulsión limpia (sintética) que sólo posee un tipo de agente emulsificante para su estabilización.

CAPÍTULO VII


RECOMENDACIONES


- Analizar la influencia de la composición de agua, tipos de alcoholes, sales y sólidos en el proceso de deshidratación electrostática de emulsiones del tipo W/O, así como de la variación del tamaño de gotas (DTG) y de los diversos tipos de surfactantes.
- Evaluar el efecto de distintas dimensiones (sobre todo el largo) y geometrías de los electrodos en el proceso de separación de emulsiones de agua en aceite con campo eléctrico DC empleando distintos tipos de recubrimientos.
- Implementar un sistema para la desestabilización de emulsiones del tipo W/O con campo eléctrico de corriente continua donde el contenido de muestra en el deshidratador circule en flujo, con la finalidad de simular, con más precisión, el proceso que se lleva a cabo en un deshidratador electrostático industrial.
- Desarrollar el estudio para la desestabilización de fosas de producción petrolera con la aplicación de campo eléctrico DC combinándolo con otros métodos de separación, tales como agentes químicos demulsificantes, calor, vibración y/o centrifugación para lograr la eficiencia en la ruptura de estas emulsiones.


CAPÍTULO VIII

APÉNDICE

**APÉNDICE A. INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN PARA EL ESTUDIO DE
SEPARACIÓN DE FASES DE EMULSIONES DE AGUA EN ACEITE**

	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN PARA LA SEPARACIÓN DE LAS FASES PRESENTES EN EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-002
		Página	1 de 12
ASUNTO:	Estudio de separación de fases presentes en emulsiones del tipo agua en aceite bajo efecto de campo eléctrico de corriente continua.		
<p>1. Objetivo</p> <p>Describir los pasos estándar a seguir para realizar el estudio de separación de las fases presentes en las emulsiones de agua en aceite bajo la aplicación de campo eléctrico de corriente continua.</p> <p>2. Alcance</p> <p>Este instructivo aplica a emulsiones limpias o sintéticas del tipo agua en aceite.</p> <p>3. Identificación del Equipo</p> <ul style="list-style-type: none"> • La fuente de poder es un equipo que opera a una intensidad de corriente fija (amperaje fijo) y aporta una alta diferencia de potencial. En esta fuente de poder, el voltaje es ajustable entre 0 y 12000 voltios para aplicar un campo eléctrico de corriente directa (D.C.). <p>4. Materiales y/o Equipos Requeridos</p> <ul style="list-style-type: none"> • Fuente de poder para alto voltaje (entre 0,0 y 12,0kV) de 2,5mA. • Celda graduada de vidrio para deshidratación electrostática de 20mL de capacidad, con tapa de poliestireno y electrodos de cobre. 			
Elaborado por:		Revisado por:	
De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana		Morales, Carlos	
Fecha: 16/10/2006		Fecha: 25/10/06	
		Aprobado por:	
		Morales, Carlos	
		Fecha: 27/10/06	

	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN PARA LA SEPARACIÓN DE LAS FASES PRESENTES EN EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-002
		Página	2 de 12
ASUNTO:	Estudio de separación de fases presentes en emulsiones del tipo agua en aceite bajo efecto de campo eléctrico de corriente continua.		
<ul style="list-style-type: none"> • Termocupla de metal con un rango entre 0 y 100°F. • Lámpara de luz. <p>Nota: Estos materiales y/o equipos pueden ser sustituidos por instrumentos con rango de trabajo que cubran las especificaciones anteriores.</p> <p>5. Documentación de Referencia</p> <ul style="list-style-type: none"> • De Almeida, A. y Rodríguez, N. (2006); <i>Estudio de la Coalescencia y Sedimentación de Emulsiones de Agua en Aceite Bajo Efecto de Campo Eléctrico DC</i>. Trabajo Especial de Grado. Universidad Central de Venezuela. Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Química, Caracas. • Las Normas de la Serie ISO 9000 (1998). Venezuela. <p>6. Condiciones Ambientales</p> <ul style="list-style-type: none"> • Temperatura ambiental: (20 ± 5)°C. • Humedad relativa no mayor de 80%. <p>7. Actividad Preliminar</p> <p>Verificar que la celda de vidrio para deshidratación electrostática esté limpia y transparente; si no es así, lavar con agua y jabón líquido usando un fino cepillo de</p>			
Elaborado por:		Revisado por:	
De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana		Morales, Carlos	
Fecha: 16/10/2006		Fecha: 25/10/06	
		Aprobado por:	
		Morales, Carlos	
		Fecha: 27/10/06	

	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN PARA LA SEPARACIÓN DE LAS FASES PRESENTES EN EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-002
		Página	3 de 12
ASUNTO:	Estudio de separación de fases presentes en emulsiones del tipo agua en aceite bajo efecto de campo eléctrico de corriente continua.		

cerdas suaves, dejar secar en una estufa durante una hora, después sacar la celda de la estufa y dejar enfriar por una hora más como mínimo antes de usar.

8. Descripción del Proceso de Operación

- a) Llenar la celda con un volumen de 20mL de muestra (emulsión sintética de agua en aceite) cuidando no dejar burbujas de aire durante el llenado, tal como se indica en la Figura N° 1.



Figura N° 1. Llenado de la celda de deshidratación electrostática.

- b) Colocar la celda de deshidratación electrostática en una superficie plana, pero justo a un nivel en el que las lecturas graduadas de la celda queden a la vista del operador (ver Figura N° 2).

Elaborado por: De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana	Revisado por: Morales, Carlos	Aprobado por: Morales, Carlos
Fecha: 16/10/2006	Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06


	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN PARA LA SEPARACIÓN DE LAS FASES PRESENTES EN EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-002
		Página	4 de 12
ASUNTO:	Estudio de separación de fases presentes en emulsiones del tipo agua en aceite bajo efecto de campo eléctrico de corriente continua.		



Figura N° 2. Ubicación de la celda de deshidratación.

- c) Colocar los focos de la lámpara de luz, justo atrás de la celda de deshidratación electrostática, tal como se ilustra en la Figura N° 3.



Figura N° 3. Ubicación de los focos de luz.

- d) Girar la perilla de la lámpara para ajustar la intensidad de luz hasta el nivel deseado, tal como se aprecia en la figura siguiente.

Elaborado por: De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana	Revisado por: Morales, Carlos	Aprobado por: Morales, Carlos
Fecha: 16/10/2006	Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06

	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN PARA LA SEPARACIÓN DE LAS FASES PRESENTES EN EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-002
		Página	5 de 12
ASUNTO:	Estudio de separación de fases presentes en emulsiones del tipo agua en aceite bajo efecto de campo eléctrico de corriente continua.		



Figura N° 4. Ajuste de luz.

- e) Colocar la tapa de poliestireno, que contiene los electrodos adheridos para la aplicación de campo eléctrico, en la boca de la celda de deshidratación electrostática, tal como se muestra en la Figura N° 5.



Figura N° 5. Colocación del conjunto tapa-electrodos en la celda.

- f) Verificar que los electrodos queden sumergidos a menos de la mitad de la muestra. Se debe tomar en cuenta siempre el contenido de agua en la muestra para asegurar que los electrodos nunca queden sumergidos en ésta durante la aplicación del campo eléctrico con la finalidad de evitar un corto circuito.
- g) Introducir la termocupla de metal en el soporte interno de la celda de deshidratación electrostática, tal como se plantea en la Figura N° 6.

Elaborado por:	Revisado por:	Aprobado por:
De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana	Morales, Carlos	Morales, Carlos
Fecha: 16/10/2006	Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06


	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN PARA LA SEPARACIÓN DE LAS FASES PRESENTES EN EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-002
		Página	6 de 12
ASUNTO:	Estudio de separación de fases presentes en emulsiones del tipo agua en aceite bajo efecto de campo eléctrico de corriente continua.		



Figura N° 6. Colocación de la termocupla en el sistema.

- h) Ajustar los cables de la fuente de poder de alto voltaje a los electrodos (ver Figura N° 7).



Figura N° 7. Ajuste de los cables de la fuente de poder a los electrodos.

- i) Encender la fuente de poder de alto voltaje por medio del swiche que se encuentra en su parte posterior, tal como se presenta en la Figura N° 8.

Elaborado por: De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana	Revisado por: Morales, Carlos	Aprobado por: Morales, Carlos
Fecha: 16/10/2006	Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06

	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN PARA LA SEPARACIÓN DE LAS FASES PRESENTES EN EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-002
		Página	7 de 12
ASUNTO:	Estudio de separación de fases presentes en emulsiones del tipo agua en aceite bajo efecto de campo eléctrico de corriente continua.		



Figura N° 8. Encendido de la fuente de poder de alto voltaje.

- j) Ajustar el voltaje al valor deseado girando la perilla de regulación como se ilustra en la figura siguiente.



Figura N° 9. Ajuste del voltaje.

- k) Tomar nota del tiempo para cada volumen de agua separada establecido, así como de la temperatura, tal como se pueden observar en la Figura N° 10.

Elaborado por: De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana	Revisado por: Morales, Carlos	Aprobado por: Morales, Carlos
Fecha: 16/10/2006	Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06

	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN PARA LA SEPARACIÓN DE LAS FASES PRESENTES EN EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-002
		Página	8 de 12
ASUNTO:	Estudio de separación de fases presentes en emulsiones del tipo agua en aceite bajo efecto de campo eléctrico de corriente continua.		



Figura N° 10. Lecturas del nivel de agua formado y temperatura.

- l) Luego del tiempo de aplicación de campo eléctrico, apagar la fuente de poder.
- m) Retirar la termocupla de la celda de deshidratación electrostática.
- n) Remover los cables de la fuente de poder de los electrodos.
- o) Retirar la tapa de la boca de la celda de deshidratación electrostática.
- p) Vaciar la carga de la celda.
- q) Lavar la celda con agua y jabón líquido usando un fino cepillo de cerdas suaves, secar y guardar.

9. Manejo de Resultados

Los datos obtenidos se reportan en una tabla como la que se presenta a continuación:

Elaborado por: De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana	Revisado por: Morales, Carlos	Aprobado por: Morales, Carlos
Fecha: 16/10/2006	Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06



**INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN
PARA LA SEPARACIÓN DE LAS FASES
PRESENTES EN EMULSIONES**

Revisión	0
Código	CAD-IO-CEW/O-MO-002
Página	9 de 12

ASUNTO: Estudio de separación de fases presentes en emulsiones del tipo agua en aceite bajo efecto de campo eléctrico de corriente continua.

Tabla N° 1. Reporte de Datos.

Volumen de Agua (mL)	Tiempo (s)			Temperatura (°C)		
	Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3

9.1. Cálculo de la Separación de Agua

$$\% S_{ep} = \frac{V_{sep}}{V_{cel} * f_w} * 100$$

Donde:

$\% S_{ep}$: Separación de agua en base al contenido total de agua de la emulsión (%)


V_{sep} : Volumen de agua separado (mL)


V_{cel} : Volumen o capacidad de la celda de deshidratación (mL)

f_w : Fracción volumétrica de agua con respecto a la emulsión (adimensional)

Por ejemplo, si la celda tiene una capacidad para la muestra de 20mL y la fracción de agua de la emulsión es de 0,50, entonces cuando se obtenga un volumen de agua separada de 7,0mL el porcentaje de agua separada será:

Elaborado por: De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana	Revisado por: Morales, Carlos	Aprobado por: Morales, Carlos
Fecha: 16/10/2006	Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06

	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN PARA LA SEPARACIÓN DE LAS FASES PRESENTES EN EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-002
		Página	10 de 12
ASUNTO:	Estudio de separación de fases presentes en emulsiones del tipo agua en aceite bajo efecto de campo eléctrico de corriente continua.		
$\%S_{ep} = \frac{7,0mL}{20,0mL * 0,50} * 100 = 70,0\%$			
<p>9.2. Promedio de Datos</p> $\bar{x} = \frac{\sum x_i}{n}$ <p>Donde:</p> <p>\bar{x} : Promedio de datos (tiempo: s; Temperatura: °C)</p> <p>x_i : Dato (tiempo: s; Temperatura: °C)</p> <p>n : Número de datos (adimensional)</p> <p>Por ejemplo, si se realizaron tres ensayos donde las temperaturas medidas en la misma situación fueron 22,2; 22,8 y 22,2°C; entonces el promedio correspondiente a este caso será:</p> $\bar{T} = \frac{\sum T_i}{n} = \frac{22,2^{\circ}C + 22,8^{\circ}C + 22,2^{\circ}C}{3} = 22,4^{\circ}C$			
Elaborado por:	Revisado por:	Aprobado por:	
De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana	Morales, Carlos	Morales, Carlos	
Fecha: 16/10/2006	Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06	

	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN PARA LA SEPARACIÓN DE LAS FASES PRESENTES EN EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-002
		Página	11 de 12
ASUNTO:	Estudio de separación de fases presentes en emulsiones del tipo agua en aceite bajo efecto de campo eléctrico de corriente continua.		
<p>9.3. Desviación Estándar de los Datos</p> $S_x = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$ <p>Donde:</p> <p>S_x : Desviación estándar de datos (tiempo: s; Temperatura: °C)</p> <p>Por ejemplo, si se tienen tres datos de temperatura de 22,2; 22,8 y 22,2°C cuyo promedio es de 22,4°C, la desviación estándar correspondiente será:</p> $S_x = \sqrt{\frac{\sum (22,2^\circ\text{C} - 22,4^\circ\text{C})^2 + (22,8^\circ\text{C} - 22,4^\circ\text{C})^2 + (22,2^\circ\text{C} - 22,4^\circ\text{C})^2}{3-1}} = 0,3^\circ\text{C}$			
Elaborado por:	Revisado por:	Aprobado por:	
De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana	Morales, Carlos	Morales, Carlos	
Fecha: 16/10/2006	Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06	



**INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN
PARA LA SEPARACIÓN DE LAS FASES
PRESENTES EN EMULSIONES**

Revisión	0
Código	CAD-IO-CEW/O-MO-002
Página	12 de 12

ASUNTO: Estudio de separación de fases presentes en emulsiones del tipo agua en aceite bajo efecto de campo eléctrico de corriente continua.

9.4. Reporte de Resultados

Los resultados obtenidos se reportan en un cuadro como el que se presenta en la Tabla N° 2 a continuación:


Tabla N° 2. Reporte de Resultados.

Separación de Agua (%)	Tiempo (s)		Temperatura (°C)	
	Promedio	Desviación Estándar	Promedio	Desviación Estándar

También puede realizar una gráfica *Separación de Agua vs. Tiempo* u otra gráfica *Temperatura vs. Tiempo* para analizar la tendencia de los datos.

Elaborado por: De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana	Revisado por: Morales, Carlos	Aprobado por: Morales, Carlos
Fecha: 16/10/2006	Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06

**APÉNDICE B. INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN DEL EQUIPO DE
VISUALIZACIÓN PARA LA DESESTABILIZACIÓN DE EMULSIONES DE
AGUA EN ACEITE**

	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN DEL EQUIPO DE VISUALIZACIÓN DE RUPTURA DE EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-001
		Página	1 de 21
ASUNTO:	Estudio del proceso de desestabilización y ruptura de emulsiones estables del tipo agua en aceite.		
<p>1. Objetivo</p> <p>Establecer los pasos a seguir para visualizar los fenómenos y mecanismos involucrados en el proceso de desestabilización y ruptura de emulsiones de agua en aceite bajo la aplicación de campo eléctrico de corriente continua empleando aumento de imagen asistida por video.</p> <p>2. Alcance</p> <p>Este instructivo aplica a emulsiones limpias o sintéticas del tipo agua en aceite, así como al Microscopio Estereoscópico Nikon SMZ-U junto al software que posee el programa <i>Image Pro Plus 4.0</i> disponibles en el Laboratorio de Separaciones Mecánicas de la Universidad Central de Venezuela (LSM-UCV).</p> <p>3. Identificación del Equipo</p> <ul style="list-style-type: none"> El equipo de visualización está constituido por una celda transparente provista de electrodos que simula a un deshidratador electrostático junto a una fuente de poder de alto voltaje y un sistema óptico de aumento de imagen con cámara de video, tal como se presenta en la Figura N° 1. 			
Elaborado por:		Revisado por:	
De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana		Morales, Carlos	
Fecha: 16/10/2006		Fecha: 25/10/06	
		Aprobado por:	
		Morales, Carlos	
		Fecha: 27/10/06	


	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN DEL EQUIPO DE VISUALIZACIÓN DE RUPTURA DE EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-001
		Página	2 de 21
ASUNTO:	Estudio del proceso de desestabilización y ruptura de emulsiones estables del tipo agua en aceite.		



Figura N° 1. Equipo de visualización para desestabilización de emulsiones.

- Microscopio Estereoscópico Nikon SMZ-U (ver Figura N° 2 para su descripción).

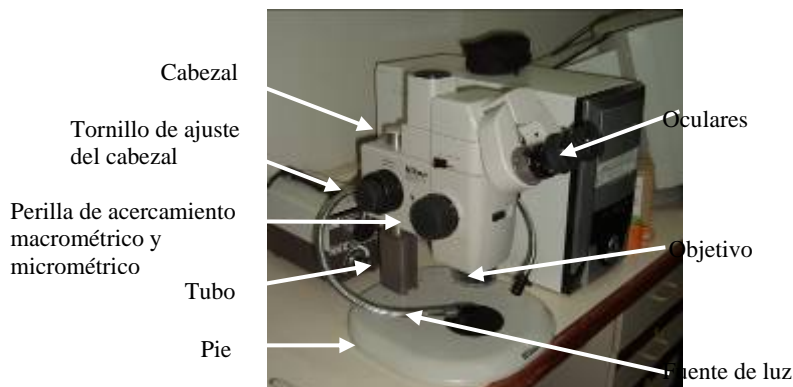




Figura N° 2. Microscopio Estereoscópico Nikon SMZ-U.

- La fuente de poder es un equipo que opera a una intensidad de corriente fija (amperaje fijo) y aporta una alta diferencia de potencial. En esta fuente de poder, el voltaje es ajustable entre 0 y 12000 voltios para aplicar un campo eléctrico de corriente directa (D.C.).

Elaborado por: De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana	Revisado por: Morales, Carlos	Aprobado por: Morales, Carlos
Fecha: 16/10/2006	Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06

	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN DEL EQUIPO DE VISUALIZACIÓN DE RUPTURA DE EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-001
		Página	3 de 21
ASUNTO:	Estudio del proceso de desestabilización y ruptura de emulsiones estables del tipo agua en aceite.		
<p>4. Materiales y/o Equipos Requeridos</p> <ul style="list-style-type: none"> • Microscopio Estereoscópico Nikon SMZ-U (con objetivo de aumento 1X). • Soporte para la disposición horizontal del microscopio. • Cámara captadora de imágenes. • Software para el equipo de microscopía. • Fuente de poder para alto voltaje (entre 0,0 y 12,0kV) de 2,5mA. • Celda de vidrio para deshidratación electrostática de 10mL de capacidad, con tapa y electrodos. • Lámpara de luz. <p>Nota: Estos materiales y/o equipos pueden ser sustituidos por instrumentos con rango de trabajo que cubran las especificaciones anteriores.</p> <p>5. Documentación de Referencia</p> <ul style="list-style-type: none"> • De Almeida, A. y Rodríguez, N. (2006); <i>Estudio de la Coalescencia y Sedimentación de Emulsiones de Agua en Aceite Bajo Efecto de Campo Eléctrico DC</i>. Trabajo Especial de Grado. Universidad Central de Venezuela. Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Química, Caracas. • Las Normas de la Serie ISO 9000 (1998). Venezuela 			
Elaborado por:		Revisado por:	Aprobado por:
De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana		Morales, Carlos	Morales, Carlos
Fecha: 16/10/2006		Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06

	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN DEL EQUIPO DE VISUALIZACIÓN DE RUPTURA DE EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-001
		Página	4 de 21
ASUNTO:	Estudio del proceso de desestabilización y ruptura de emulsiones estables del tipo agua en aceite.		

6. Condiciones Ambientales

- Temperatura ambiental: $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$.
- Humedad relativa no mayor de 80%.

7. Actividad Preliminar

- Verificar que la celda de vidrio para deshidratación electrostática esté limpia y transparente; si no es así, lavar con agua y jabón líquido usando un fino cepillo de cerdas suaves, dejar secar en una estufa durante una hora, después sacar la celda de la estufa y dejar enfriar por una hora más como mínimo antes de usar.


8. Descripción del Proceso de Operación

- Colocar el soporte del microscopio en una superficie plana y limpia (ver Figura N° 3).



Figura N° 3. Soporte para la disposición horizontal del microscopio.

Elaborado por: De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana	Revisado por: Morales, Carlos	Aprobado por: Morales, Carlos
Fecha: 16/10/2006	Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06

	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN DEL EQUIPO DE VISUALIZACIÓN DE RUPTURA DE EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-001
		Página	5 de 21
ASUNTO:	Estudio del proceso de desestabilización y ruptura de emulsiones estables del tipo agua en aceite.		

b) Retirar la base del soporte móvil del soporte, tal como se indica en la Figura N° 4.



Figura N° 4. Retiro de la base del soporte móvil de su soporte.

c) Colocar el Microscopio Estereoscópico Nikon SMZ-U en forma horizontal sobre el soporte (ver Figura N° 5).



Figura N° 5. Disposición horizontal del microscopio.

d) Colocar la base móvil en su lugar original, tal como se presenta en la Figura N° 6.

Elaborado por: De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana	Revisado por: Morales, Carlos	Aprobado por: Morales, Carlos
Fecha: 16/10/2006	Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06


	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN DEL EQUIPO DE VISUALIZACIÓN DE RUPTURA DE EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-001
		Página	6 de 21
ASUNTO:	Estudio del proceso de desestabilización y ruptura de emulsiones estables del tipo agua en aceite.		



Figura N° 6. Colocación de la base móvil.


- e) Colocar la lámpara atrás del conjunto soporte-microscopio
- f) Colocar los focos de la lámpara de luz alrededor de la base móvil y el campo óptico del microscopio, tal como se aprecia en la figura siguiente.



Figura N° 7. Ubicación de los focos de luz.

- g) Llenar la celda con un volumen de 10mL de muestra cuidando no dejar burbujas de aire durante el llenado (ver Figura N° 8).

Elaborado por: De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana	Revisado por: Morales, Carlos	Aprobado por: Morales, Carlos
Fecha: 16/10/2006	Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06

	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN DEL EQUIPO DE VISUALIZACIÓN DE RUPTURA DE EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-001
		Página	7 de 21
ASUNTO:	Estudio del proceso de desestabilización y ruptura de emulsiones estables del tipo agua en aceite.		

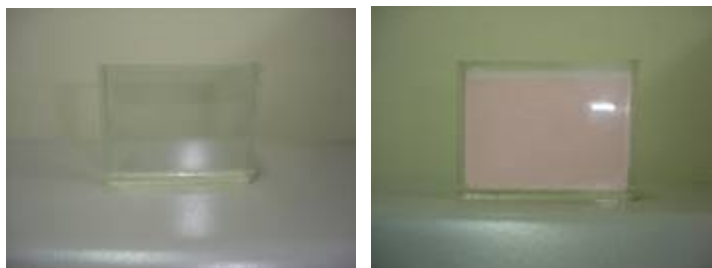


Figura N° 8. Llenado de la celda de deshidratación electrostática.


- h) Colocar la celda de deshidratación electrostática en el soporte móvil de la base diseñada donde se debe disponer del Microscopio Estereoscópico Nikon SMZ-U en posición horizontal, tal como se plantea en la Figura N° 9.



Figura N° 9. Ubicación de la celda de deshidratación.

- i) Ajustar el conjunto base móvil y celda de deshidratación electrostática hasta el campo óptico del microscopio girando las tuercas derecha e izquierda que se encuentran en la parte inferior de dicha base.

Elaborado por: De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana	Revisado por: Morales, Carlos	Aprobado por: Morales, Carlos
Fecha: 16/10/2006	Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06

	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN DEL EQUIPO DE VISUALIZACIÓN DE RUPTURA DE EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-001
		Página	8 de 21
ASUNTO:	Estudio del proceso de desestabilización y ruptura de emulsiones estables del tipo agua en aceite.		

- j) Colocar la tapa que contiene los electrodos adheridos para la aplicación del campo eléctrico, en la boca de la celda de deshidratación electrostática, tal como se ilustra en la figura siguiente.



Figura N° 10. Colocación del conjunto tapa-electrodos en la celda.

- k) Verificar que los electrodos queden sumergidos hasta menos de la mitad de la muestra. Se debe tomar en cuenta el contenido de agua en la muestra para asegurar que los electrodos nunca queden sumergidos en ésta durante la aplicación del campo eléctrico con la finalidad de evitar un corto circuito.
- l) Ajustar los cables de la fuente de poder de alto voltaje a los electrodos (ver Figura N° 11).

Elaborado por: De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana	Revisado por: Morales, Carlos	Aprobado por: Morales, Carlos
Fecha: 16/10/2006	Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06


	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN DEL EQUIPO DE VISUALIZACIÓN DE RUPTURA DE EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-001
		Página	9 de 21
ASUNTO:	Estudio del proceso de desestabilización y ruptura de emulsiones estables del tipo agua en aceite.		



Figura N° 11. Ajuste de cables de la fuente de alto poder a los electrodos.

- m) Retirar la tapa protectora del objetivo de aumento 1X, tal como se presenta en la Figura N° 12.



Figura N° 12. Retiro de la tapa protectora del objetivo.

- n) Encender el software del equipo de microscopía óptica.
- o) Retirar la tapa protectora del cabezal del microscopio girando la perilla lateral izquierda, tal como se indica en la Figura N° 13.

Elaborado por: De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana	Revisado por: Morales, Carlos	Aprobado por: Morales, Carlos
Fecha: 16/10/2006	Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06


	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN DEL EQUIPO DE VISUALIZACIÓN DE RUPTURA DE EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-001
		Página	10 de 21
ASUNTO:	Estudio del proceso de desestabilización y ruptura de emulsiones estables del tipo agua en aceite.		



Figura N° 13. Retiro de la tapa superior del microscopio.

- p) Conectar la cámara captadora de imágenes en el cabezal del microscopio enroscándola hacia la derecha (ver Figura N° 14).



Figura N° 14. Colocación de la cámara captadora de imágenes.

- q) Fijar la cámara al cabezal girando la perilla lateral izquierda.
r) Conectar el cable de video del software de microscopía a la cámara captadora de imágenes como se muestra en la figura siguiente.

Elaborado por: De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana	Revisado por: Morales, Carlos	Aprobado por: Morales, Carlos
Fecha: 16/10/2006	Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06


	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN DEL EQUIPO DE VISUALIZACIÓN DE RUPTURA DE EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-001
		Página	11 de 21
ASUNTO:	Estudio del proceso de desestabilización y ruptura de emulsiones estables del tipo agua en aceite.		



Figura N° 15. Conexión de la cámara al software del equipo.

- s) Enchufar el cable de poder a una toma de corriente y conectar el mismo a la cámara, tal como se aprecia en la Figura N° 16.



Figura N° 16. Conexión del cable de poder a la cámara captadora de imágenes.

- t) Ajuste la palanca lateral derecha del microscopio en la posición **PHOTO/BINO** para visualizar la imagen a través del software de microscopía (ver Figura N° 17).

Elaborado por: De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana	Revisado por: Morales, Carlos	Aprobado por: Morales, Carlos
Fecha: 16/10/2006	Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06




	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN DEL EQUIPO DE VISUALIZACIÓN DE RUPTURA DE EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-001
		Página	12 de 21
ASUNTO:	Estudio del proceso de desestabilización y ruptura de emulsiones estables del tipo agua en aceite.		



Figura N° 17. Cambio de visión del microscopio al software del equipo.

- u) Abrir el programa *Image Pro Plus 4.0* para la adquisición de fotos y videos haciendo clic directamente en el botón  que se encuentra en el Escritorio del software o haciendo clic en el botón **Inicio**, luego buscar en la opción **Programas** el icono *Image Pro Plus 4.0* para seleccionar el despliegue *Image Pro Plus*, tal como se muestra en la Figura N° 18.

Elaborado por:	Revisado por:	Aprobado por:
De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana	Morales, Carlos	Morales, Carlos
Fecha: 16/10/2006	Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06

	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN DEL EQUIPO DE VISUALIZACIÓN DE RUPTURA DE EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-001
		Página	13 de 21
ASUNTO:	Estudio del proceso de desestabilización y ruptura de emulsiones estables del tipo agua en aceite.		

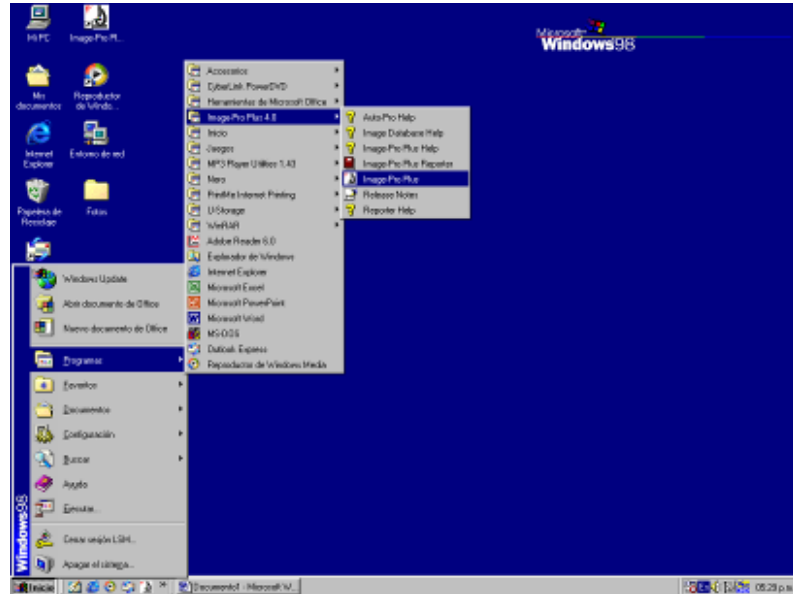




Figura N° 18. Apertura del programa Image Pro Plus.

- v) Seleccionar de la barra de herramientas del programa, la opción del icono  *Video/digital capture* o por medio de la barra de herramientas elegir el menú *Acquire* para seleccionar la opción *Video/digital...*, tal como se puede apreciar en la Figura N° 19; y esperar que abra la ventana *Analog Simulation*.

Elaborado por: De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana	Revisado por: Morales, Carlos	Aprobado por: Morales, Carlos
Fecha: 16/10/2006	Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06

	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN DEL EQUIPO DE VISUALIZACIÓN DE RUPTURA DE EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-001
		Página	14 de 21
ASUNTO:	Estudio del proceso de desestabilización y ruptura de emulsiones estables del tipo agua en aceite.		

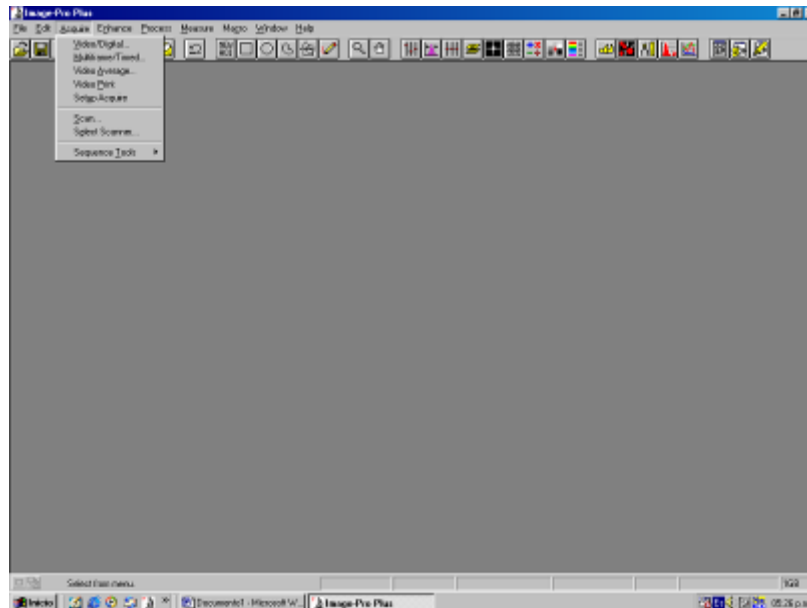



Figura N° 19. Selección de la opción Video/digital.

w) Seleccionar la pestaña **Preview** de la ventana **Analog Simulation** y hacer clic en el icono **Start Preview** (ver Figura N° 20).

Elaborado por: De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana	Revisado por: Morales, Carlos	Aprobado por: Morales, Carlos
Fecha: 16/10/2006	Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06

	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN DEL EQUIPO DE VISUALIZACIÓN DE RUPTURA DE EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-001
		Página	15 de 21
ASUNTO:	Estudio del proceso de desestabilización y ruptura de emulsiones estables del tipo agua en aceite.		

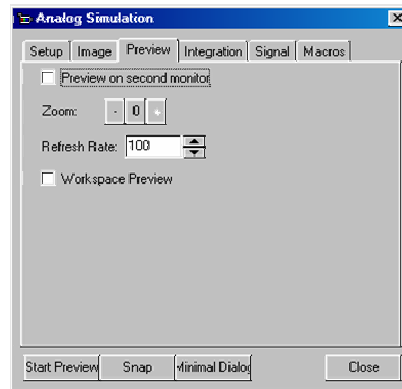



Figura N° 20. Ventana Analog Simulation.

- x) Verifique que se obtenga la imagen del microscopio a través del software al realizar el paso anteriormente descrito, tal como se presenta en la figura siguiente.

Elaborado por: De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana	Revisado por: Morales, Carlos	Aprobado por: Morales, Carlos
Fecha: 16/10/2006	Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06

	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN DEL EQUIPO DE VISUALIZACIÓN DE RUPTURA DE EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-001
		Página	16 de 21
ASUNTO:	Estudio del proceso de desestabilización y ruptura de emulsiones estables del tipo agua en aceite.		

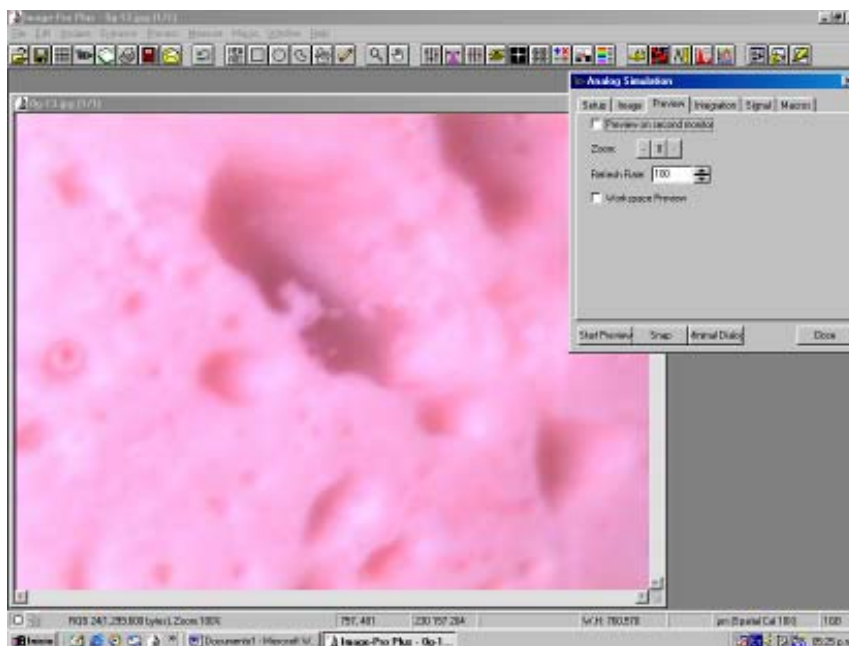



Figura N° 21. Visión en pantalla a través del software de microscopía.

- y) Seleccionar la pestaña **Image** de la ventana **Analog Simulation** y hacer clic en la opción **Sequence** para realizar un video (ver Figura N° 22).

Elaborado por: De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana	Revisado por: Morales, Carlos	Aprobado por: Morales, Carlos
Fecha: 16/10/2006	Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06

	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN DEL EQUIPO DE VISUALIZACIÓN DE RUPTURA DE EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-001
		Página	17 de 21
ASUNTO:	Estudio del proceso de desestabilización y ruptura de emulsiones estables del tipo agua en aceite.		

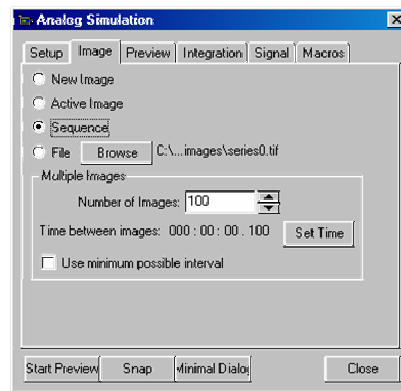


Figura N° 22. Pestaña Image de la ventana Analog Simulation.

- z) Escribir o seleccionar por medio de la flecha superior e inferior, el número de imágenes a tomar para la realización del video a través de la opción **Number of Images**.
- aa) Seleccionar el icono *Set Time* de la ventana *Analog Simulation* y esperar el despliegue de la ventana *Time Interval* para escoger el intervalo de tiempo (horas, minutos, segundos o milisegundos) en el cual el software tomará cada imagen proveniente del microscopio. Hacer clic en el botón **OK** (ver Figura N° 23).

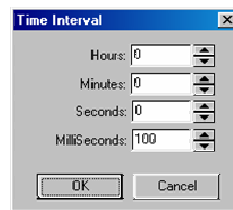



Figura N° 23. Ventana Time Interval de la opción Set Time.

Elaborado por:	Revisado por:	Aprobado por:
De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana	Morales, Carlos	Morales, Carlos
Fecha: 16/10/2006	Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06

	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN DEL EQUIPO DE VISUALIZACIÓN DE RUPTURA DE EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-001
		Página	18 de 21
ASUNTO:	Estudio del proceso de desestabilización y ruptura de emulsiones estables del tipo agua en aceite.		

bb) Girar la perilla de la lámpara para ajustar la intensidad de luz hasta obtener una imagen clara, pero no muy brillante, a través del software. En la Figura N° 24 se ilustra el caso.



Figura N° 24. Ajuste de luz.

cc) Girar la perilla de acercamiento macrométrico y micrométrico hasta obtener una imagen nítida a través del software.


dd) En el software del equipo, hacer clic en el botón *Snap* de ventana *Analog Simulation* para comenzar con la captura de imágenes.

ee) Encender la fuente de poder de alto voltaje, tal como se indica en la Figura N° 25.



Figura N° 25. Encendido de la fuente de poder de alto voltaje.

Elaborado por: De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana	Revisado por: Morales, Carlos	Aprobado por: Morales, Carlos
Fecha: 16/10/2006	Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06

	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN DEL EQUIPO DE VISUALIZACIÓN DE RUPTURA DE EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-001
		Página	19 de 21
ASUNTO:	Estudio del proceso de desestabilización y ruptura de emulsiones estables del tipo agua en aceite.		

ff) Ajustar, con la perilla de regulación de la fuente de poder, el voltaje en el valor deseado, tal como se observa en la figura siguiente.




Figura N° 26. Ajuste de voltaje.


gg) Dejar fijo el campo óptico del microscopio en la celda y observar lo que va ocurriendo para evaluar cualitativamente el movimiento y crecimiento de las gotas dispersas en esa sección de la muestra. Si es necesario, ajustar nuevamente la nitidez de la imagen girando la perilla de acercamiento macrométrico y micrométrico.

hh) Una vez que el programa realice la secuencia de fotografías, guardar el video por medio de la barra de herramientas del programa haciendo clic en el menú **File** para elegir la opción **Save as....** Esperar el despliegue de la ventana **Save as**, dar un nombre al archivo y presionar el botón **Save**.

ii) Luego del tiempo de aplicación de campo eléctrico, apagar la fuente de poder.

Elaborado por: De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana	Revisado por: Morales, Carlos	Aprobado por: Morales, Carlos
Fecha: 16/10/2006	Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06

	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN DEL EQUIPO DE VISUALIZACIÓN DE RUPTURA DE EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-001
		Página	20 de 21
ASUNTO:	Estudio del proceso de desestabilización y ruptura de emulsiones estables del tipo agua en aceite.		
<p>jj) Remover los cables de la fuente de poder de los electrodos.</p> <p>kk) Retirar la tapa de la boca de la celda de deshidratación electrostática.</p> <p>ll) Vaciar la carga de la celda.</p> <p>mm) Lavar la celda con agua y jabón líquido usando un fino cepillo de cerdas suaves, secar y guardar.</p> <p>9. Manejo de Resultados</p> <p>El manejo de resultados es de manera cualitativa, ya que se basa en la identificación o descripción de los fenómenos y mecanismos de desestabilización y ruptura involucrados en el proceso de separación de emulsiones del tipo agua en aceite bajo efecto de campo eléctrico de corriente continua; lo cual consiste en observar lo siguiente:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Acercamiento de Gotas: dos o más gotas de agua se aproximan una a la otra o entre sí. • Fuerzas Dipolares: las gotas de agua se acercan o alejan entre sí bajo la aplicación de un campo eléctrico. • Electroforesis: gotas de agua que se acercan y alejan de los electrodos en forma consecutiva y en toda el área comprendida entre los electrodos bajo la aplicación de un campo eléctrico. 			
Elaborado por:	Revisado por:	Aprobado por:	
De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana	Morales, Carlos	Morales, Carlos	
Fecha: 16/10/2006	Fecha: 25/10/06	Fecha: 27/10/06	

	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN DEL EQUIPO DE VISUALIZACIÓN DE RUPTURA DE EMULSIONES	Revisión	0
		Código	CAD-IO-CEW/O-MO-001
		Página	21 de 21
ASUNTO:	Estudio del proceso de desestabilización y ruptura de emulsiones estables del tipo agua en aceite.		
<ul style="list-style-type: none"> • Dielectroforesis: gotas de agua que se acercan y alejan de los electrodos en forma consecutiva, pero en una pequeña zona del área comprendida entre los electrodos bajo la aplicación de un campo eléctrico. • Floculación: dos o más gotas de agua se aglomeran sin llegar a unirse para formar una sola gota. • Encapsulamiento: una gota queda inmersa dentro de otra sin llegar a formar una sola gota. • Formación de Cadenas: alineación de gotas de agua una al lado o detrás de otra. • Drenaje de la Película Intergota: escurrimiento de una pequeña capa que rodea a la superficie de la gota de agua. • Coalescencia: dos gotas o más se unen para formar una gota de agua de mayor tamaño y peso. • Sedimentación y Fuerza de Gravedad: migración de la gota de agua, de tamaño apreciable o no, hacia el fondo del recipiente trayendo como consecuencia la separación física de las fases que componen a la emulsión. • Fuerza de Arrastre: el aceite o emulsión arrastra las gotas de agua hacia la zona de mayor concentración de fase orgánica. 			
Elaborado por:		Revisado por:	
De Almeida, Armando Rodríguez, Neliana		Morales, Carlos	
Fecha: 16/10/2006		Fecha: 25/10/06	
		Aprobado por:	
		Morales, Carlos	
		Fecha: 27/10/06	

CAPÍTULO IX

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Anton, R. y Salager, J. (1985); **An Improved Graphic Method to Characterize a Surfactant.** Journal Dispersion Science. Technology, 6: 245-253.
- Anton, R.; Garces, N.; y Yajuare, A. (1997); **Correlation for Three-phase Behavior of Cationic Surfactant-Oil-Water Systems.** Journal Dispersion Science Technology, 18: 539-555.
- Bansbach, P. (1970); **“The How and Why of Emulsions”.** Oil & Gas Journal, Vol. 68, No. 36.
- Bolívar, N. y Suárez, R. (2000). **Instructivo de Operación del Microscopio Estereoscópico Nikon SMZ-U.** Laboratorio de Separaciones Mecánicas. Universidad Central de Venezuela, Caracas.
- Bourrel, M. y Schechter R. (1988); **Microemulsions and Related Systems.** Marcel Dekker, New York.
- Bourrel, M.; Salager, J.; y Schechter, R. (1980); **A Correlation for Phase Behavior of Nonionic Surfactants.** Journal Colloid Interface Science, 75(2): 451-461.
- Eow, J. y Ghadiri, M. (2002); **Motion, Deformation and Break-up of Aqueous Drops in Oils Under High Electric Field Strengths.** Chemical Engineering and Processing, 42 (2003), 259-272.
- Finol, C. y Santalices, M. (1999); **Efecto del Tipo de Determinación de la Distribución del Tamaño de Partículas en la Relación entre la Amplitud y Deslicorización.** Trabajo Especial de Grado. Universidad Central de Venezuela. Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Química, Caracas.

- Harvey, R. (1960); **“The Theoretical Approach to the Investigation of Films Occurring at Crude Oil-Water Interfaces”**. Trans AIME. Pág. 219, 350.
- MARAVEN S.A. (1982); **Basic Engineering Manual Dehydration of Crude Oil Water Treatment and Sludge Treatment**. PLT Engineering.
- Marfisi, S. (2004); **Estabilidad de Emulsiones Relacionada con el Proceso de Deshidratación de Crudos**. Tesis de Doctorado en Ciencias Aplicadas. Universidad de los Andes, Escuela de Ingeniería Química, Laboratorio FIRP. Mérida, Venezuela.
- Méndez, F. (1992); **Estabilidad Dinámica de Emulsiones de Aceite en Agua**. Trabajo Especial de Grado. Universidad Central de Venezuela. Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Química, Caracas.
- Morales, C. (Actualmente en desarrollo); **Electrostática en Coalescencia de Emulsiones de Agua en Aceite: Estado del Arte para el Entendimiento y Tecnología**. Trabajo de Doctorado. Universidad Técnica de Cottbus. Alemania.
- NATCO, C. E. (1993); **Crude Oil Processing with Electrostatic Unites**.
- Novales, B. y otros (2003); **Characterization of Emulsions and Suspensions by Video Image Analysis**. Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects, 221 (2003), 81-89.
- Padrón, A. y Zúñiga, P. (2005); **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, Escuela de Ingeniería Química, Caracas.
- PDVSA (1994); **Apuntes del Manejo de Producción en Superficie**.
- Salager, J. y otros (1979); **Optimum Formulation of Surfactant/Water/Oil Systems for Minimum Interfacial Tension of Phase Behavior**. Soc. Pet. Eng. J., 107-115.

- Salager, J. y Anton, R. (1983); **Physico-chemical Characterization of a Surfactant: A Quick and Precise Method.** Journal Dispersion Science Technology. 4, 313-329.
- Salager, J. (1984); **Micro y Macroemulsiones.** Cuaderno FIRP 8401. Estado del arte. Laboratorio FIRP, Escuela de Ingeniería Química, Universidad de los Andes. Mérida.
- Salager, J. (1987); **Deshidratación del Crudo.** Módulo de enseñanza en fenómenos interfaciales. Cuaderno FIRP 353. Estado del arte. Laboratorio FIRP, Escuela de Ingeniería Química, Universidad de los Andes. Mérida.
- Salager, J. (1999); **Formulación, Composición y Fabricación de Emulsiones para Obtener las Propiedades Deseadas.** Cuaderno FIRP 747 parte B: Propiedades de las Emulsiones y su Medición. Estado del arte. Laboratorio FIRP, Escuela de Ingeniería Química, Universidad de los Andes. Mérida.
- Sams, G. y Warren, K. (2004); **New Methods of Application of Electrostatic Fields.** AIChE Spring National Meeting for Recent Advances in Desalting. NATCO Group, Inc.
- Schramm, L. (1992); **Petroleum Emulsions.** American Chemical Society. Washington, DC.

CAPÍTULO X

ANEXOS

ANEXO A. REPORTE DE ESTABILIDAD DE LA EMULSIÓN SINTÉTICA W/O

Tabla N° 6. Estabilidad de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo acción de la gravedad y temperatura ambiente.

Tiempo (días)	Separación respecto a la fase aceite (%)				
	Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
2	1,0	1,0	1,0	1,0	0,0
3	1,5	1,5	1,5	1,5	0,0
4	2,0	2,0	2,0	2,0	0,0
7	2,0	2,5	2,5	2,3	0,3
8	2,0	3,0	2,5	2,5	0,5
9	2,5	3,5	3,0	3,0	0,5
10	2,5	3,5	3,0	3,0	0,5
11	2,5	4,0	3,0	3,2	0,8
14	3,0	4,5	4,0	3,8	0,8
15	3,5	5,0	4,5	4,3	0,8
16	3,5	5,5	5,0	4,7	1,0
17	3,5	5,5	5,0	4,7	1,0
18	4,0	6,0	6,0	5,3	1,2
21	4,5	7,0	6,5	6,0	1,3
22	4,5	7,5	7,0	6,3	1,6
23	5,0	8,0	7,5	6,8	1,6
24	5,5	8,5	8,0	7,3	1,6
25	6,0	9,0	8,0	7,7	1,5
28	7,0	10,0	9,5	8,8	1,6
29	7,5	10,0	10,0	9,2	1,4
30	7,5	10,5	10,0	9,3	1,6

Tabla N° 7. Efecto sobre la temperatura de la emulsión sintética W/O durante la aplicación de campo eléctrico DC (de 2,00kV) a diversos tiempos para luego evaluar la contribución de la gravedad.

Caso N°	Tiempo (s)	Temperatura Final (°C) $T_0 = 22,2^{\circ}\text{C}$				
		Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
1	60	22.8	22.8	22.2	22.6	0.3
2	300	23.3	23.3	23.3	23.3	0.0
3	900	22.8	22.8	23.3	23.0	0.3
4	1800	22.2	22.2	22.8	22.4	0.3
5	3600	22.2	22.2	22.8	22.4	0.3

ANEXO B. REPORTES DE LA DESESTABILIZACIÓN DE LA EMULSIÓN SINTÉTICA W/O A DIVERSAS MAGNITUDES DE CAMPO ELÉCTRICO DC

Tabla N° 8. Variación del contenido de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo continuo de 2,00kV.

Punto N°	Agua Sedimentada (% v/v)	Tiempo (s)				
		Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
1	0	0	0	0	0	0,0
2	0	8	10	6	8	2,0
3	10	21	34	26	27	6,6
4	20	40	49	46	45	4,6
5	30	89	100	77	89	11,5
6	40	155	155	135	148	11,5
7	50	263	261	245	256	9,9
8	60	508	491	473	491	17,5
9	70	843	851	834	843	8,5
10	70	1800	1800	1800	1800	0,0
11	70	3600	3600	3600	3600	0,0
12	70	5400	5400	5400	5400	0,0
13	70	7200	7200	7200	7200	0,0

Tabla N° 9. Variación de la temperatura de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo continuo de 2,00kV.

Punto N°	Temperatura (°C)				
	Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
1	22.8	22.2	22.2	22.4	0.3
2	22.8	22.2	22.2	22.4	0.3
3	22.8	22.8	22.2	22.6	0.3
4	22.8	22.8	22.2	22.6	0.3
5	22.8	22.8	22.2	22.6	0.3
6	22.8	22.8	22.8	22.8	0.0
7	22.8	23.3	22.8	23.0	0.3
8	23.3	23.3	23.3	23.3	0.0
9	23.3	22.8	23.3	23.1	0.3
10	22.8	22.2	22.8	22.6	0.3
11	22.8	22.2	22.8	22.6	0.3
12	22.8	22.2	22.8	22.6	0.3
13	22.8	22.2	22.8	22.6	0.3

Tabla N° 10. Variación del contenido de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo continuo de 1,75kV.

Punto N°	Agua Sedimentada (% v/v)	Tiempo (s)				
		Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
1	0	0	0	0	0	0,0
2	0	10	12	8	10	2,0
3	10	63	56	46	55	8,5
4	20	89	87	78	85	5,9
5	30	161	147	142	150	9,8
6	40	232	251	238	240	9,7
7	50	354	357	362	358	4,0
8	60	628	650	620	633	15,5
9	70	1114	1141	1134	1130	14,0
10	70	1800	1800	1800	1800	0,0
11	70	3600	3600	3600	3600	0,0
12	70	5400	5400	5400	5400	0,0
13	70	7200	7200	7200	7200	0,0

Tabla N° 11. Variación de la temperatura de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo continuo de 1,75kV.

Punto N°	Temperatura (°C)				
	Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
1	22.8	22.8	22.8	22.8	0.0
2	22.8	22.8	22.8	22.8	0.0
3	22.8	22.8	22.8	22.8	0.0
4	22.8	22.8	22.8	22.8	0.0
5	22.8	22.8	22.8	22.8	0.0
6	22.8	22.8	23.3	23.0	0.3
7	23.3	22.8	23.3	23.1	0.3
8	22.8	22.8	23.3	23.0	0.3
9	22.8	22.8	22.8	22.8	0.0
10	22.8	22.8	22.8	22.8	0.0
11	22.8	22.8	22.8	22.8	0.0
12	22.8	22.8	22.8	22.8	0.0
13	22.8	22.8	22.8	22.8	0.0

Tabla N° 12. Variación del contenido de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo continuo de 1,50kV.

Punto N°	Agua Sedimentada (% v/v)	Tiempo (s)				
		Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
1	0	0	0	0	0	0,0
2	0	25	15	19	20	5,0
3	10	58	49	47	51	5,9
4	20	90	80	83	84	5,1
5	30	161	150	151	154	6,1
6	40	256	247	252	252	4,5
7	50	501	491	522	505	15,8
8	60	819	816	845	827	15,9
9	65	1508	1476	1480	1488	17,4
10	67	2652	2686	2665	2668	17,2
11	67	3600	3600	3600	3600	0,0
12	67	5400	5400	5400	5400	0,0
13	67	7200	7200	7200	7200	0,0

Tabla N° 13. Variación de la temperatura de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo continuo de 1,50kV.

Punto N°	Temperatura (°C)				
	Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
1	21.7	22.8	22.8	22.4	0.6
2	21.7	22.8	22.8	22.4	0.6
3	21.7	22.8	22.8	22.4	0.6
4	21.7	22.8	22.8	22.4	0.6
5	21.7	22.8	22.8	22.4	0.6
6	22.2	22.8	22.8	22.6	0.3
7	22.2	23.3	22.8	22.8	0.6
8	22.2	23.3	22.8	22.8	0.6
9	22.2	22.8	23.3	22.8	0.6
10	22.2	22.2	22.8	22.4	0.3
11	22.8	22.2	22.8	22.6	0.3
12	22.8	22.2	22.8	22.6	0.3
13	22.8	22.2	22.8	22.6	0.3

Tabla N° 14. Variación del contenido de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo continuo de 1,25kV.

Punto N°	Agua Sedimentada (% v/v)	Tiempo (s)				
		Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
1	0	0	0	0	0	0,0
2	0	24	29	26	26	2,5
3	10	80	71	68	73	6,2
4	20	121	117	121	120	2,3
5	30	235	216	225	225	9,5
6	40	426	410	406	414	10,6
7	50	852	846	834	844	9,2
8	60	1541	1519	1538	1533	11,9
9	65	3373	3384	3345	3367	20,1
10	65	5400	5400	5400	5400	0,0
11	65	7200	7200	7200	7200	0,0

Tabla N° 15. Variación de la temperatura de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo continuo de 1,25kV.

Punto N°	Temperatura (°C)				
	Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
1	22.2	22.8	22.2	22.4	0.3
2	22.2	22.8	22.2	22.4	0.3
3	22.2	22.8	22.2	22.4	0.3
4	22.2	22.8	22.8	22.6	0.3
5	22.8	22.8	22.8	22.8	0.0
6	22.8	22.8	23.3	23.0	0.3
7	23.3	22.8	23.3	23.1	0.3
8	22.8	22.2	22.2	22.4	0.3
9	22.8	22.8	22.8	22.8	0.0
10	22.8	22.2	22.2	22.4	0.3
11	22.8	22.2	22.2	22.4	0.3

Tabla N° 16. Variación del contenido de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo continuo de 1,00kV.

Punto N°	Agua Sedimentada (% v/v)	Tiempo (s)				
		Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
1	0	0	0	0	0	0,0
2	0	35	33	33	34	1,2
3	10	82	91	85	86	4,6
4	20	128	133	139	133	5,5
5	30	248	272	261	260	12,0
6	40	429	437	439	435	5,3
7	50	916	921	931	923	7,6
8	60	1641	1667	1673	1660	17,0
9	62	3658	3672	3693	3674	17,6
10	62	5400	5400	5400	5400	0,0
11	62	7200	7200	7200	7200	0,0

Tabla N° 17. Variación de la temperatura de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo continuo de 1,00kV.

Punto N°	Temperatura (°C)				
	Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
1	22.2	21.7	22.2	22.0	0.3
2	22.2	21.7	22.2	22.0	0.3
3	22.2	22.2	22.2	22.2	0.0
4	22.2	22.2	22.2	22.2	0.0
5	22.2	22.2	22.8	22.4	0.3
6	22.2	22.8	22.8	22.6	0.3
7	22.2	22.8	22.8	22.6	0.3
8	22.2	22.2	22.2	22.2	0.0
9	22.2	22.2	22.2	22.2	0.0
10	22.2	22.2	22.2	22.2	0.0
11	22.2	22.2	22.2	22.2	0.0

Tabla N° 18. Variación del contenido de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo continuo de 0,75kV.

Punto N°	Agua Sedimentada (% v/v)	Tiempo (s)				
		Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
1	0	0	0	0	0	0,0
2	0	196	193	203	197	5,1
3	5	407	399	421	409	11,1
4	10	626	604	611	614	11,2
5	15	763	736	749	749	13,5
6	20	962	946	965	958	10,2
7	25	1263	1238	1253	1251	12,6
8	30	1597	1567	1588	1584	15,4
9	35	2191	2158	2169	2173	16,8
10	40	2593	2588	2565	2582	14,9
11	45	3462	3486	3471	3473	12,1
12	50	4323	4346	4318	4329	14,9
13	50	7200	7200	7200	7200	0,0
14	50	9000	9000	9000	9000	0,0

Tabla N° 19. Variación de la temperatura de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo continuo de 0,75kV.

Punto N°	Temperatura (°C)				
	Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
1	22.2	21.7	21.7	21.9	0.3
2	22.8	22.8	22.2	22.6	0.3
3	23.3	23.3	22.2	22.9	0.6
4	23.9	23.3	22.8	23.3	0.6
5	23.9	23.3	22.8	23.3	0.6
6	23.3	23.9	23.3	23.5	0.3
7	22.8	23.9	23.3	23.3	0.6
8	22.8	23.3	22.8	23.0	0.3
9	22.2	23.3	22.8	22.8	0.6
10	22.2	23.3	22.2	22.6	0.6
11	22.2	23.3	22.2	22.6	0.6
12	22.2	23.3	22.2	22.6	0.6
13	22.2	22.2	22.2	22.2	0.0
14	22.2	22.2	22.2	22.2	0.0

Tabla N° 20. Variación del contenido de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo continuo de 0,50kV.

Punto N°	Agua Sedimentada (% v/v)	Tiempo (s)				
		Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
1	0	0	0	0	0	0,0
2	0	371	362	354	362	8,5
3	5	624	615	634	624	9,5
4	10	1245	1221	1231	1232	12,1
5	15	1621	1607	1592	1607	14,5
6	20	2591	2582	2564	2579	13,7
7	25	5383	5408	5392	5394	12,7
8	30	8418	8428	8398	8415	15,3
9	30	10800	10800	10800	10800	0,0

Tabla N° 21. Variación de la temperatura de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo continuo de 0,50kV.

Punto N°	Temperatura (°C)				
	Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
1	23.3	23.3	23.3	23.3	0.0
2	24.4	24.4	24.4	24.4	0.0
3	25.0	25.0	25.0	25.0	0.0
4	24.4	25.0	25.0	24.8	0.3
5	23.3	24.4	24.4	24.0	0.6
6	22.2	23.9	23.3	23.1	0.9
7	22.8	22.8	22.2	22.6	0.3
8	22.8	22.2	22.8	22.6	0.3
9	22.8	22.2	22.8	22.6	0.3

Tabla N° 22. Variación de los tiempos de vida media de la emulsión sintética W/O para cada magnitud de campo eléctrico DC con voltaje fijo continuo.

Punto N°	Voltaje (Kv)	Campo E. (Kv/cm)	Tiempo de Vida Media (s)				
			Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
0	0,00	0,00	--	--	--	--	--
1	0,35	0,06	--	--	--	--	--
2	0,50	0,09	--	--	--	--	--
3	0,75	0,13	4323	4346	4318	4329	14,9
4	0,85	0,15	3244	3222	3236	3234	11,1
5	0,95	0,17	1675	1659	1670	1668	8,2
6	1,00	0,18	916	921	931	923	7,6
7	1,25	0,22	852	846	834	844	9,2
8	1,50	0,27	501	491	522	505	15,8
9	1,75	0,31	354	357	362	358	4,0
10	2,00	0,35	263	261	245	256	9,9

Tabla N° 23. Variación de los tiempos aparentes de desestabilización de la emulsión sintética W/O para cada magnitud de campo eléctrico DC con voltaje fijo continuo.

Punto N°	Voltaje (Kv)	Campo E. (Kv/cm)	Tiempo de Desestabilización Aparente (s)				
			Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
0	0,00	0,00	--	--	--	--	--
1	0,35	0,06	--	--	--	--	--
2	0,50	0,09	371	362	354	362	8,5
3	0,75	0,13	196	193	203	197	5,1
4	0,85	0,15	99	93	103	98	5,0
5	0,95	0,17	52	56	47	52	4,5
6	1,00	0,18	35	33	33	34	1,2
7	1,25	0,22	24	29	26	26	2,5
8	1,50	0,27	25	15	19	20	5,0
9	1,75	0,31	10	12	8	10	2,0
10	2,00	0,35	8	10	6	8	2,0

Tabla N° 24. Variación de la separación de agua de la emulsión sintética W/O para cada magnitud de campo eléctrico DC con voltaje fijo continuo aplicado por 2 horas.

Punto N°	Voltaje (Kv)	Campo E. (Kv/cm)	Agua Sedimentada (%)
0	0,00	0,00	0
1	0,35	0,06	16
2	0,50	0,09	30
3	0,75	0,13	50
4	0,85	0,15	53
5	0,95	0,17	59
6	1,00	0,18	62
7	1,25	0,22	65
8	1,50	0,27	67
9	1,75	0,31	70
10	2,00	0,35	70

Tabla N° 25. Efecto sobre la temperatura de la emulsión sintética W/O para cada magnitud de campo eléctrico DC con voltaje fijo continuo.

Voltaje (kV)	Temperatura (°C)	
	Magnitud Promedio	Desviación Estándar Máxima
0,50	22,7	0,3
0,75	22,9	0,3
1,00	22,6	0,6
1,25	22,6	0,3
1,50	22,3	0,3
1,75	22,8	0,6
2,00	23,6	0,9

ANEXO C. REPORTES DE LA DESESTABILIZACIÓN DE LA EMULSIÓN SINTÉTICA W/O A DIVERSAS MODALIDADES DE CAMPO ELÉCTRICO DC

Tabla N° 26. Variación del contenido de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de campo eléctrico DC continuo de 1,00kV con cambio de polaridad c/2min.

Punto N°	Agua Sedimentada (% v/v)	Tiempo (s)				
		Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
1	0	0	0	0	0	0,0
2	0	33	33	34	33	0,6
3	5	55	56	59	57	2,1
4	10	85	88	91	88	3,0
5	15	108	111	116	112	4,0
6	20	135	141	139	138	3,1
7	25	215	228	215	219	7,5
8	30	277	280	285	281	4,0
9	35	366	358	355	360	5,7
10	40	500	489	485	491	7,8
11	45	707	713	712	711	3,2
12	50	872	880	872	875	4,6
13	55	1383	1392	1390	1388	4,7
14	60	2029	2031	2034	2031	2,5
15	60	5400	5400	5400	5400	0,0
16	60	7200	7200	7200	7200	0,0

Tabla N° 27. Variación de la temperatura de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de campo eléctrico DC continuo de 1,00kV con cambio de polaridad c/2min.

Punto N°	Temperatura (°C)				
	Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
1	21.7	21.7	21.7	21.7	0.0
2	22.2	21.7	21.7	21.9	0.3
3	22.2	21.7	21.7	21.9	0.3
4	22.2	21.7	21.7	21.9	0.3
5	22.2	21.7	21.7	21.9	0.3
6	22.2	21.7	21.7	21.9	0.3
7	22.2	22.2	22.2	22.2	0.0
8	22.2	22.2	22.2	22.2	0.0
9	22.2	22.2	22.2	22.2	0.0
10	22.2	22.2	22.2	22.2	0.0
11	22.2	22.2	22.2	22.2	0.0
12	22.2	22.2	22.2	22.2	0.0
13	22.2	22.2	22.2	22.2	0.0
14	22.2	22.2	22.2	22.2	0.0
15	21.7	21.7	22.2	21.9	0.3
16	21.7	21.7	21.7	21.7	0.0

Tabla N° 28. Variación del contenido de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC en pulso de 1,00kV c/2min.

Punto N°	Agua Sedimentada (% v/v)	Tiempo (s)				
		Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
1	0	0	0	0	0	0,0
2	0	35	36	32	34	2,1
3	10	105	98	92	98	6,5
4	15	133	140	131	135	4,7
5	20	288	304	284	292	10,6
6	25	363	373	369	368	5,0
7	30	527	532	523	527	4,5
8	35	670	692	681	681	11,0
9	40	975	966	961	967	7,1
10	45	1384	1375	1378	1379	4,6
11	50	2031	2045	2037	2038	7,0
12	55	3612	3588	3590	3597	13,3
13	55	7200	7200	7200	7200	0,0

Tabla N° 29. Variación de la temperatura de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC en pulso de 1,00kV c/2min.

Punto N°	Temperatura (°C)				
	Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
1	21.7	21.7	21.7	21.7	0.0
2	21.7	21.7	21.7	21.7	0.0
3	22.2	22.2	22.2	22.2	0.0
4	22.2	22.2	22.2	22.2	0.0
5	22.8	22.8	22.2	22.6	0.3
6	22.8	22.8	22.2	22.6	0.3
7	22.8	22.8	22.8	22.8	0.0
8	22.8	22.2	22.8	22.6	0.3
9	22.8	22.2	22.8	22.6	0.3
10	22.8	22.2	22.2	22.4	0.3
11	22.8	21.7	21.7	22.1	0.6
12	22.2	21.7	21.7	21.9	0.3
13	22.2	21.7	21.7	21.9	0.3

Tabla N° 30. Variación del contenido de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC en pulso de 1,00kV c/1min.

Punto N°	Agua Sedimentada (% v/v)	Tiempo (s)				
		Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
1	0	0	0	0	0	0,0
2	0	33	31	36	33	2,5
3	10	103	98	97	99	3,2
4	15	128	122	120	123	4,2
5	20	232	237	234	234	2,5
6	25	312	319	322	318	5,1
7	30	457	452	461	457	4,5
8	35	581	584	592	586	5,7
9	40	797	802	807	802	5,0
10	45	1196	1212	1191	1200	11,0
11	50	1732	1724	1739	1732	7,5
12	55	2819	2806	2812	2812	6,5
13	57	3718	3711	3705	3711	6,5
14	57	7200	7200	7200	7200	0,0

Tabla N° 31. Variación de la temperatura de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC en pulso de 1,00kV c/1min.

Punto N°	Temperatura (°C)				
	Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
1	22.2	21.7	21.7	21.9	0.3
2	22.2	22.2	21.7	22.0	0.3
3	22.2	22.2	22.2	22.2	0.0
4	22.8	22.8	22.2	22.6	0.3
5	22.8	22.8	22.2	22.6	0.3
6	22.8	22.8	22.2	22.6	0.3
7	22.8	22.8	22.8	22.8	0.0
8	22.8	22.2	22.8	22.6	0.3
9	22.8	22.2	22.8	22.6	0.3
10	22.8	22.2	22.8	22.6	0.3
11	22.2	22.2	22.2	22.2	0.0
12	22.2	21.7	22.2	22.0	0.3
13	22.2	21.7	22.2	22.0	0.3
14	22.2	21.7	21.7	21.9	0.3

Tabla N° 32. Variación del contenido de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC en pulso de 1,00kV c/30s.

Punto N°	Agua Sedimentada (% v/v)	Tiempo (s)				
		Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
1	0	0	0	0	0	0,0
2	0	35	36	36	36	0,6
3	10	90	88	95	91	3,6
4	15	114	109	117	113	4,0
5	20	192	184	187	188	4,0
6	25	265	259	274	266	7,5
7	30	371	377	364	371	6,5
8	35	499	492	503	498	5,6
9	40	636	629	620	628	8,0
10	45	913	908	920	914	6,0
11	50	1243	1249	1235	1242	7,0
12	55	2197	2180	2193	2190	8,9
13	59	3651	3643	3663	3652	10,1
14	59	7200	7200	7200	7200	0,0

Tabla N° 33. Variación de la temperatura de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC en pulso de 1,00kV c/30s.

Punto N°	Temperatura (°C)				
	Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
1	22.2	22.2	21.7	22.0	0.3
2	22.2	22.2	21.7	22.0	0.3
3	22.2	22.2	22.2	22.2	0.0
4	22.2	22.8	22.2	22.4	0.3
5	22.8	22.8	22.2	22.6	0.3
6	22.8	22.8	22.8	22.8	0.0
7	23.3	22.8	22.8	23.0	0.3
8	23.3	22.8	22.8	23.0	0.3
9	23.3	22.8	22.8	23.0	0.3
10	22.8	22.2	22.2	22.4	0.3
11	22.8	22.2	22.2	22.4	0.3
12	22.8	22.2	22.2	22.4	0.3
13	22.2	22.2	22.2	22.2	0.0
14	22.2	21.7	22.2	22.0	0.3

Tabla N° 34. Variación del contenido de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC fijo en pulso de 1,00kV c/15s.

Punto N°	Agua Sedimentada (% v/v)	Tiempo (s)				
		Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
1	0	0	0	0	0	0,0
2	0	29	33	32	31	2,1
3	10	84	91	86	87	3,6
4	15	103	100	107	103	3,5
5	20	159	163	165	162	3,1
6	25	202	211	199	204	6,2
7	30	307	296	304	302	5,7
8	35	392	399	411	401	9,6
9	40	523	517	511	517	6,0
10	45	740	754	758	751	9,5
11	50	1015	1022	1003	1013	9,6
12	60	2367	2384	2390	2380	11,9
13	60	7200	7200	7200	7200	0,0

Tabla N° 35. Variación de la temperatura de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC en pulso de 1,00kV c/15s.

Punto N°	Temperatura (°C)				
	Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
1	22.2	21.7	22.2	22.0	0.3
2	22.2	21.7	22.2	22.0	0.3
3	22.8	22.2	22.8	22.6	0.3
4	22.8	22.2	22.8	22.6	0.3
5	23.3	22.8	22.8	23.0	0.3
6	23.3	22.8	23.3	23.1	0.3
7	22.8	23.3	23.3	23.1	0.3
8	22.8	23.3	22.8	23.0	0.3
9	22.8	22.8	22.8	22.8	0.0
10	22.8	22.2	22.8	22.6	0.3
11	22.2	22.2	22.8	22.4	0.3
12	22.2	21.7	22.2	22.0	0.3
13	22.2	21.7	22.2	22.0	0.3

Tabla N° 36. Variación del contenido de agua sedimentada de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC variable continuo.

Punto N°	Agua Sedimentada (% v/v)	Tiempo (s)				Desviación Estándar
		Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	
1	0	0	0	0	0	0,0
2	0	30	26	27	28	2,1
3	5	142	152	156	150	7,2
4	10	195	188	187	190	4,4
5	15	229	229	237	232	4,6
6	20	280	270	288	279	9,0
7	25	343	331	349	341	9,2
8	30	405	397	410	404	6,6
9	35	500	483	508	497	12,8
10	40	580	563	568	570	8,7
11	45	662	656	668	662	6,0
12	50	765	741	772	759	16,3
13	55	853	858	865	859	6,0
14	60	1010	1014	1019	1014	4,5
15	65	1255	1271	1294	1273	19,6
16	70	1546	1551	1570	1556	12,7
17	75	2481	2449	2474	2468	16,8
18	80	3363	3328	3352	3348	17,9
19	80	5400	5400	5400	5400	0,0

Tabla N° 37. Variación del voltaje aplicado de campo eléctrico DC a la emulsión sintética W/O en el tiempo.

Punto N°	Voltaje (kV)				Desviación Estándar
	Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	
1	0,00	0,00	0,00	0,00	0,0
2	0,30	0,30	0,35	0,32	0,0
3	0,40	0,50	0,55	0,48	0,1
4	0,45	0,55	0,55	0,52	0,1
5	0,50	0,60	0,60	0,57	0,1
6	0,50	0,60	0,65	0,58	0,1
7	0,55	0,65	0,65	0,62	0,1
8	0,60	0,70	0,70	0,67	0,1
9	0,65	0,75	0,70	0,70	0,1
10	0,70	0,80	0,75	0,75	0,1
11	0,80	0,85	0,80	0,82	0,0
12	0,90	0,90	0,90	0,90	0,0
13	1,00	1,10	1,00	1,03	0,1
14	1,30	1,40	1,30	1,33	0,1
15	1,60	1,55	1,50	1,55	0,1
16	1,65	1,65	1,60	1,63	0,0
17	2,20	1,95	1,80	1,98	0,2
18	2,90	2,60	2,20	2,57	0,4
19	3,00	2,70	2,50	2,73	0,3

Tabla N° 38. Variación de la temperatura de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de un campo eléctrico DC variable continuo.

Punto N°	Temperatura (°C)				
	Ensayo N° 1	Ensayo N° 2	Ensayo N° 3	Promedio	Desviación Estándar
1	21.7	21.7	21.7	21.7	0.0
2	22.2	22.2	21.7	22.0	0.3
3	22.2	22.2	22.2	22.2	0.0
4	22.8	22.2	22.2	22.4	0.3
5	22.8	22.2	22.2	22.4	0.3
6	23.3	22.8	22.2	22.8	0.6
7	23.3	22.8	22.8	23.0	0.3
8	23.3	22.8	22.8	23.0	0.3
9	23.3	22.8	22.8	23.0	0.3
10	23.3	22.8	22.8	23.0	0.3
11	23.3	22.8	22.8	23.0	0.3
12	23.3	22.8	22.8	23.0	0.3
13	23.3	22.2	22.8	22.8	0.6
14	22.8	22.2	22.8	22.6	0.3
15	22.8	22.2	22.8	22.6	0.3
16	22.2	22.2	22.2	22.2	0.0
17	22.2	21.7	22.2	22.0	0.3
18	22.2	21.7	21.7	21.9	0.3
19	21.7	21.7	21.7	21.7	0.0

Tabla N° 39. Efecto sobre la temperatura de la emulsión sintética W/O en el tiempo bajo la aplicación de diversas modalidades de campo eléctrico DC.

Modalidad de Campo Eléctrico (a 1,00kV)	Temperatura (°C)	
	Magnitud Promedio	Desviación Estándar Máxima
Fijo Continuo	22,6	0,6
Con Cambios de Polaridad	22,0	0,3
Pulso cada 2min	22,2	0,6
Pulso cada 1min	22,3	0,3
Pulso cada 30s	22,5	0,3
Pulso cada 15s	22,6	0,3
Variable	22,5	0,6

ANEXO D. CÁLCULO DE LA DESVIACIÓN ESTÁNDAR DE LOS DATOS

- *Promedio de Datos*

$$\bar{x} = \frac{\sum x_i}{n} \quad (\text{Ec. 11})$$

Donde:

\bar{x} : Promedio de datos (tiempo: s; Temperatura: °C)

x_i : Dato (tiempo: s; Temperatura: °C)

n : Número de datos (adimensional)

Por ejemplo, si se realizaron tres ensayos donde las temperaturas medidas en la misma situación fueron 22,2; 22,8 y 22,2°C; entonces el promedio correspondiente a este caso será:

$$\bar{T} = \frac{\sum T_i}{n} = \frac{22,2^\circ\text{C} + 22,8^\circ\text{C} + 22,2^\circ\text{C}}{3} = 22,4^\circ\text{C}$$

- *Desviación Estándar de los Datos*

$$S_x = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}} \quad (\text{Ec. 12})$$

Donde:

S_x : Desviación estándar de datos (tiempo: s; Temperatura: °C)

Por ejemplo, si te tienen tres datos de temperatura de 22,2; 22,8 y 22,2°C cuyo promedio es de 22,4°C, la desviación estándar correspondiente será:

$$S_x = \sqrt{\frac{\sum (22,2^\circ\text{C} - 22,4^\circ\text{C})^2 + (22,8^\circ\text{C} - 22,4^\circ\text{C})^2 + (22,2^\circ\text{C} - 22,4^\circ\text{C})^2}{3 - 1}} = 0,3^\circ\text{C}$$