

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

EVALUACIÓN DE INHIBIDORES DE INCRUSTACIONES EN TUBERÍAS DE AGUA DE PRODUCCIÓN EN PRESENCIA DE CO₂

Presentado ante la Ilustre
Universidad Central de Venezuela

Por los Br(s):

Cabrera V., Richard A.

Losada L., Ramón A.

Para optar al Título
De Ingeniero Químico

Caracas, 2010

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

EVALUACIÓN DE INHIBIDORES DE INCRUSTACIONES EN TUBERÍAS DE AGUA DE PRODUCCIÓN EN PRESENCIA DE CO₂

TUTOR ACADÉMICO: Ing. Francisco Yáñez.

Presentado ante la Ilustre
Universidad Central de Venezuela

Por los Br(s):

Cabrera V., Richard A.

Losada L., Ramón A.

Para optar al Título
De Ingeniero Químico.

Caracas, 2010

Caracas, 09 de noviembre de 2010.

Los abajo firmantes, miembros del Jurado designado por el Consejo de Escuela de Ingeniería Química, para evaluar el Trabajo Especial de Grado presentado por los Bachiller Ramón Antonio Losada Lopéz; Richard Armando Cabrera Vivas, titulado:

“EVALUACIÓN DE INHIBIDORES DE INCRUSTACIONES EN TUBERÍAS DE AGUA DE PRODUCCIÓN EN PRESENCIA DE CO₂”

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 el autor, lo declaran APROBADO.

Prof. Adriana García
Jurado

Prof. Leonardo Oropeza
Jurado

Prof. Francisco Yanez
Tutor académico

DEDICATORIAS

DEDICATORIA DE RAMÓN LOSADA

A DIOS, ser supremo y protector; mi Fe me aferró siempre a este sueño hasta en los momentos más arduos.

A mis padres, quienes con esfuerzo y amor infinito me hicieron una persona de bien, enseñándome que los éxitos se logran de una sola manera, luchando; este logro es suyo.

DEDICATORIAS

DEDICATORIAS DE RICHARD CABRERA

*A Dios, por estar presente en todo momento y ayudarme a superar los obstáculos
para alcanzar una meta más de mi vida.*

*A mis padres quienes me apoyaron en todo momento y me enseñaron todos los
valores que me hacen una mejor persona cada día, les debo este logro.*

AGRADECIMIENTOS

AGRADECIMIENTOS DE RAMÓN LOSADA

En primer lugar, a la Ilustre Universidad Central de Venezuela, semillero de incontables conocimientos que hoy en día dan sus frutos transformados en este trabajo, donde además, me cultivé de vida gracias a cada una de las personas que, de alguna manera, dejaron huellas intachables en mí ser.

A Dios, la Virgen y todos los Santos a los que recé, y a los cuales cada uno de mis allegados dirigieron plegarias para que un manto infinito de bendiciones guiara mis pasos permitiendo así alcanzar mis metas.

A mi Papá por ser mi héroe incansable, quien en todo momento me ayudó a levantar de las cuantiosas caídas y que con sabias palabras y un amor infinito, me hizo comprender que los éxitos se logran de una sola manera, luchando; este logro es tuyo entero. A mi Mamá, mujer sacrificada, de lucha eterna y respuestas precisas, te debo la vida y lo que soy, gracias por los porrazos a tiempo y por creer en mí; los amo.

A mis Hermanas Karin y Abi, y mis sobrinos Dani y Simoncito, toda una vida juntos no será suficiente para decirles lo mucho que los amo, gracias por estar siempre presentes. A mis Abuelitas Rosa y Casilda una más genial que otra, “Casi” que con responsos, panes de mantequilla y azúcar, y un cariño incontrolable me protegió en todo momento; y Rosita que con su derroche de amor, a todos los nietos nos consintió y ahora con orgullo dice “tengo mi primer nieto ingeniero”. A mis tíos, en especial a mi Madrina Sharon, ESTRELLA, Nene, Julia, Félix, Adolfo, Frank y Caro que aunque ya no está con nosotros físicamente lo está en mente y corazón; gracias por el apoyo infinito. A mi tío-hermano GABO lo aprecio una infinidad, gracias por siempre estar a mi lado y por esas sesiones de charlas de vida en compañía de nuestra “bebida espirituosa”.

A mis primos Adolfo, Romel, Efi, Yuli, CAROLA, Felicín, Josito, Juli y Jose C. los adoro muchísimo.

A **CHIRRA** y su familia; hermano, compañero de Tesis y ahora Colega, gracias por los regaños de impuntualidad, aunque no lo creas, poco a poco me fuiste enderezando y ahora casi nunca llego tarde, al menos al trabajo jaja. Siempre has creído en mí y eso es gratificante, gracias a ti, este final del camino Universitario se hizo la mitad de complicado.

A mi tutor Francisco Yáñez (Yeyin), por creer en nosotros desde un principio y hacernos esforzar por conseguir las cosas, permitiéndonos tener una mayor satisfacción por el trabajo duro. A los profesores Adriana García, Leonardo Oropeza, Carolina Pfaff y Armando Martínez quienes jamás dudaron en ayudarnos y estuvieron siempre dispuestos a guiar nuestros pasos, mil gracias.

A **Coco**, el hermano que nunca tuve, leal como ninguno y siempre disponible, gracias a ti y los tuyos por tantos buenos momentos, los quiero muchísimo! A mis compañeros Ucevistas, muchachos, sencillamente son lo máximo, cada uno de ustedes son protagonistas de la mejor etapa de mi vida y este triunfo lo deben sentir suyo, parto del comienzo con mi hermano **Oscar**, pisha tú y tu familia son geniales, y como no serlo si son paisanos, gracias por TANTO. **Julia** y **Yozika** son unas muestras, gracias por tratar siempre de explicarme☺. **Emanue** y **Giselle** excelentes en todo sentido, los quiero mucho. **Joan**, buen amigo e ingeniero, y como no serlo si es fanático del equipo Campeón. **Roxy** tus movimientos Capoeerísticos nos hicieron ameno cada día de estudio, te deseo éxito en tu vida. **Daye** bella, gracias por ser mi madre, siempre dándome consejos y regañándome si intentaba portarme mal, te adoro. **Xuxis** y **chicas Vázquez** gracias por tantos momentos bonitos de compartir y gracias por siempre tenderme la mano desde Controles hasta la Tesis, un beso gigante. **José G.** te admiro muchísimo y sea lo que sea siempre será así. A **Auri** y **Andrés** siempre pendientes de mí, serán recordados como los rumberos incansables. **Gabito** siempre con las respuestas más rápidas e inteligentes que he escuchado, te aprecio como no imaginas camarada. **Tere**, **Mariellys**, **Paty** y mi **Barby** son fenomenales chicas, gracias por

tanto y todo, las ADMIRO. **Dj Ale** y **Ángela** gracias por los momentos musicales compartidos, espero seguir en “Los Engineers” con **El Jeanky** y **Franzizco** en el Bajo y el Bongo jaja. A **Nelita**, **Chico**, **Jona**, **El Gordo**, **Gaby**, mi Cuñis **Ángela L. El Husse**, **Yesly**, **Edi** y Mi Gochis **Ariadna** todos excelentes ingenierazos y mejores personas, quienes me han brindado cariño y apoyo sin esperar nada a cambio. Y por último y no menos importante **Andrea Luongo**, mujer como pocas en el mundo a quien Dios, Krishna Alá o el destino colocó en mi camino para hacerme vivir más intensamente. Gracias por darme TODO lo que me has dado, sin tu apoyo e incondicionalidad no sé cómo habría logrado volar tan alto, tu Familia y Tú estarán por siempre en mi corazón.

Por razones de espacio faltó una infinidad de personas que han dejado un legado de vida en mi alma, disculpen y GRACIAS TOTALES.

AGRADECIMIENTOS RICHARD CABRERA

A Dios y a la Virgen por protegerme, darme vida y salud para alcanzar esta meta y convertirme en el hombre que soy hoy en día.

A la Ilustre Universidad Central de Venezuela, por brindarme un espacio de conocimientos académicos y formarme como profesional, además por ser la casa que vence las sombras.

A mi madre porque sin tu presión a ingresar en la UCV cuando yo había perdido la fé, no estuviera siendo un profesional hoy en día. Además de estar siempre apoyándome y ayudándome en todo momento.

A mi padre porque con mucho esfuerzo lograste darme todo lo que necesitaba para alcanzar este sueño, nunca te lo digo, pero TE AMO.

A mis hermanos por enseñarme que se debe luchar sin mirar para los lados para alcanzar las metas y sueños.

A mis sobrina ESTEFANIA (Mi Chocotica) porque fuiste mi catalizador para que puedas decir cuando estés grande tengo un Tío Ingeniero caracho !!!!!

A mi tutor Francisco Yáñez (YEYO), enseñándonos que con trabajo duro y dándonos trancazo se ve mejor el final del camino, A Adriana García por su paciencia desde Diseño y ayuda incondicional cuando la necesitamos. A los profesores que siempre creyeron en nosotros para enmarcar este logro, Carolina, Leonardo, Douglas, Trino, y al Sr. Armando por toda su ayuda e inventos para sacar adelante la tesis.

A mi hermano Ramón (Rall) por creer en mí en todo momento, por enseñarme que es mejor estudiar tomando, te agradezco tu confianza por haberme seleccionado compañero de tesis, por estar en los momentos más duro de mi vida

y tu paciencia. A la familia Losada por abrirme la puerta de su casa y hacerme sentir como en mi propia casa

A mi amiga y tutora Andrea (Caripera) porque sin ti no se habría materializado este sueño, te agradezco toda tu paciencia y tus excelentes ideas para llevar la tesis lo mejor posible.

A mis amigos curdilístico Daniel, Giovanny, Patty, Priscilla, Ybeth, Adreina, pero en especial a mi Barby por tus palabras sencillas, honestas y directas cuando las necesitabas. De verdad que les agradezco a todos por el apoyo y mostrarme más fácil la vida de estudiante con unas cuantas al frente.

A mis primeros amigos y colega de la Escuela a Mariellys (La Catira), Teresita (Cata) y Francisco (Pancho), por creer en un primer momento en mi y abrirme la confianza de pertenecer a su grupo, además de toda su ayuda en la carrera.

Al grupo que con mucho orgullo bautize con el nombre de las TuTtYs FrUtTy'S como son Xuxa (Chucha) por ayudarme cuando lo necesite y formarme líos haciendo que las pecas se vieran mejor jajaja; a Daye (Madre) por tus excelentes platos vegetariano estudiando controles y por estar pendiente de nosotros en todo momento, le agradezco a mi prima Pepi y Aurimar por todo su apoyo.

A mis panas Oscar (PISHA) por estar allí cuando más lo necesite y creer en mí, a Johan por ser tremenda persona y profesional, a Jose Gregorio por estar pendiente de nosotros y ayudarnos siempre, a Alejandro (DJ) por toda su ayuda, a Jean Carlos (Jeanky) por su ayuda incondicional, a Angela (Tortuguita) por invitarme a Caripe y conocer el mejor pueblo de mi vida, a Hussein (Portugués) por estar allí en los momentos de celebración y por dejarme botado en las discotecas, a Carlos Sanchez (Pinky) por creer en mí y haberme llevado a Caripe, a Yesly (Miss USA) por su trabajo en equipo, a Gabriel (Gabo) por enseñarme como se debe usar el Twitter y a Ariadna (Gocha) por siempre hacerme sonreír y todos los excelentes momentos.

A mis compañeras de trabajo de Aliadas por todo su apoyo y permisos para que se realizará esta tesis de la mejor manera.

A mis amigos de McDonald's que siempre estaban allí para lo que saliera Manuel, Emmerych, Delimar y Marlón Rojas.

A todas aquellas personas que se me escapan sus nombres pero contribuyeron para que esta experiencia fuera inolvidable y hacer que todo saliera lo más fácil posible.

Cabrera V. Richard A., Losada L., Ramón A

EVALUACIÓN DE INHIBIDORES DE INCRUSTACIONES EN TUBERÍAS DE AGUA DE PRODUCCIÓN EN PRESENCIA DE CO₂

Tutor Académico: Ing. Francisco Yáñez. Tesis. Caracas, U.C.V. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Química. 2010. N° Pág. 143.

Palabras clave: Incrustaciones, inhibidores, agua de producción, carbonato de calcio, *Aloe vera*, extracto de mango.

Resumen. El presente Trabajo de Grado tiene como objetivo principal evaluar la influencia del CO₂ en el desempeño de inhibidores sintéticos (Bi-Fosfato de Sodio y Tri-Fosfato de Sodio) y orgánicos (INTAVTM *Aloe vera* al 15 % p/p y la proteína de Extracto de Aceite de Mango) como agentes anti-incrustantes a las condiciones favorables de formación de incrustaciones en tuberías de agua de producción. Para el desarrollo del objetivo se realizaron ensayos en régimen estático y dinámico, empleándose anillos Pall para la deposición de CaCO₃ provenientes de la mezcla de CO₂ con agua sintética, preparada según la Norma NACE TM-0374. Para las pruebas en régimen estático se conservaron los parámetros obtenidos por *López y Rojas (2010)*; siendo la innovación del presente trabajo la incorporación de CO₂, de esta manera, se realizaron pruebas para obtener el tiempo favorable de formación de incrustación con inclusión del referido gas, siendo este de 24 horas. Posteriormente, se procedió a realizar los ensayos en régimen dinámico para la determinación de las variables que incentivan la formación de incrustaciones en presencia de CO₂, dando como resultados definitivos la inclusión del referido gas a la entrada del Rotámetro (R-201), un flujo favorable de CO₂ de 300 mL/min, un flujo de agua sintética de 30 L/min y una temperatura del sistema igual a 60 °C. Luego de determinar las condiciones favorables de formación de incrustación, se realizaron los ensayos estáticos y dinámicos de evaluación de agentes químicos orgánicos y sintéticos como inhibidores de incrustación, a las condiciones antes mencionadas. De igual modo se realizaron pruebas para evaluar los agentes químicos mencionados como removedores de incrustaciones, las cuales fueron formadas previamente sobre la superficie de los Anillos Pall. Para todos los ensayos se determinó la relación de incrustación y la concentración de calcio en la solución final, además se realizaron análisis químicos por MEB y EDS; dichos resultados permitieron concluir que la saturación del sistema con CO₂, afectó de forma negativa el desempeño de los agentes químicos orgánicos como inhibidores y removedores de incrustación, a las condiciones favorables de formación de CaCO₃, debido a que dicha saturación ocasionó la interacción del inhibidor con los H⁺, generando una modificación en su estructura molecular, mientras que los agentes químicos sintéticos presentaron una alta eficiencia tanto como inhibidores y removedores de incrustación, siendo el mejor de todos el Tri-Fosfato de Sodio seguido del Bi-Fosfato de Sodio.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE FIGURAS.....	IX
ÍNDICE DE TABLAS.....	IX
INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO I.....	3
FUNDAMENTOS DE LA INVESTIGACION.....	3
PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	3
ANTECEDENTES.....	5
OBJETIVOS	9
Objetivo General	9
Objetivos Específicos	9
CAPÍTULO II	10
MARCO TEÓRICO.....	10
2.1.- El Agua.....	10
2.2.- Dureza del Agua.....	11
2.2.1.-Tipos de dureza del agua	12
➤ Dureza temporal	12
➤ Dureza permanente.....	13
2.3.- Agua de Producción	13
2.4.- Dióxido de Carbono	14
2.4.1.-Propiedades del dióxido de carbono	15
2.5.- Carbonato de Calcio.....	15
2.5.1.-Estructuras del carbonato de calcio	16
➤ Calcita:	17
➤ Aragonita:.....	17
➤ Vaterita:.....	18
2.5.2.-Solubilidad del carbonato de calcio	18

➤ Efecto de la Temperatura:	18
➤ Efecto de la Presión:.....	19
➤ Efecto de la Agitación:.....	20
➤ Efecto de la Salinidad:	20
➤ Efecto de la Concentración:	20
➤ Efecto del pH:	20
➤ Efecto de la Concentración de Dióxido de Carbono:.....	21
2.6.- Incrustación	21
2.6.1.-Tipos de incrustaciones	22
➤ Carbonato Cálcico (CaCO ₃):.....	22
2.6.2.-Proceso de formación de las incrustaciones	23
2.6.2.1.- Disolución.....	24
2.6.2.2.- Supersaturación.....	24
2.6.2.3.- Nucleación	25
➤ Nucleación Homogénea:	25
➤ Nucleación Heterogénea:	25
2.6.2.4.- Tipos de formación de incrustación.....	26
➤ Incrustación Tipo Cristalino o Verdaderas:	26
➤ Incrustación Tipo Depósito Amorfos:.....	26
➤ Incrustación por Depósitos de Sedimentos:	27
2.7.- Control de las Incrustaciones	27
2.7.1.-Métodos mecánicos	28
2.7.2.-Métodos químicos	28
2.8.- Inhibidores de Incrustación	29
2.8.1.-Mecanismo de acción de los inhibidores	30

➤ Inhibición del Crecimiento (Threshold Effect):.....	30
➤ Modificación del Cristal:.....	30
➤ Dispersión:	30
2.8.2.-Tipos de inhibidores	30
➤ Ésteres de Fosfato:	30
➤ Fosfonatos:	31
➤ Polímeros Orgánicos:	31
➤ Polifosfatos:	31
➤ Bio- Inhibidores:	32
2.9.- <i>Aloe vera</i>	33
CAPÍTULO III.....	36
MARCO METODOLÓGICO.....	36
3.1.- Preparar Agua Sintética con Propiedades Físicas y Químicas similares al Agua de Producción bajo los lineamientos de la Norma NACE TM-0374.	37
3.2.- Evaluar el Comportamiento de las Incrustaciones en Régimen Estático mediante la inclusión de CO ₂ a diferentes períodos de tiempo.....	38
3.2.1.-Equipo empleado para llevar a cabo los ensayos en régimen estático.	38
3.2.2.-Procedimiento para las pruebas de incrustaciones en régimen estático.	39
3.2.3.-Ensayos con inclusión de CO ₂ a variaciones de ½, 1, 6 y 24 horas para evaluar el comportamiento de las incrustaciones.	40
3.3.- Evaluar el Comportamiento de las Incrustaciones en Régimen Dinámico mediante la Inclusión de CO ₂	41
3.3.1.-Equipo empleado para llevar a cabo los ensayos en régimen dinámico.	41
3.3.2.-Procedimiento para las pruebas de incrustaciones en régimen dinámico.	46

3.3.3.-Determinar el punto favorable de inyección de CO ₂ en el sistema dinámico que maximice la formación de incrustaciones mediante la modificación del equipo existente.	47
3.4.- Ensayos a Régimen Dinámico con Barrido de flujo de CO ₂ a fin de Evaluar el Comportamiento de las Incrustaciones.	48
3.5.- Ensayos a Régimen Dinámico con Barrido de Flujo de Agua Sintética a fin de Evaluar el Comportamiento de las Incrustaciones.	49
3.6.- Ensayos a Régimen Dinámico con Barrido de Temperatura a fin de Evaluar el Comportamiento de las Incrustaciones.	50
3.7.- Evaluar los Distintos Inhibidores en Función de las Condiciones Obtenidas mediante Ensayos Estáticos y Dinámicos.	52
3.7.1.-Ensayos estáticos y dinámicos con inclusión de los inhibidores en presencia de CO ₂ .	52
3.8.- Caracterizar Física y Químicamente los Precipitados Adheridos a la Superficie de los Anillos Pall de 5/8” antes y después de realizados los Ensayos en presencia de Inhibidores.	53
3.9.- Comparar y Seleccionar en Base a los Resultados Obtenidos, el Inhibidor más Eficaz bajo la Presencia de CO ₂ a las Condiciones Críticas Determinadas.	54
3.10.- Realizar un Manual Instructivo que Establezca el Procedimiento Experimental a emplear junto con las Características del Sistema y que Fomente el Estudio del Uso de Inhibidores para Evitar el Fenómeno de Incrustación en Tuberías de Agua de Producción.	54
CAPÍTULO IV	55
RESULTADOS Y DISCUSIÓN	55
4.1.- Condición Óptima de Formación de Incrustaciones.	55
4.1.1.-Condiciones favorables de formación de incrustaciones a régimen estático.	56
4.1.1.1.- Comportamiento de las incrustaciones en régimen estático.	56

4.1.2.-Condiciones favorables de formación de incrustaciones a régimen dinámico.	60
4.1.2.1.- Punto favorable de inclusión de CO ₂ .	60
4.1.2.2.- Flujo favorable de CO ₂ .	63
4.1.2.3.- Flujo favorable de agua sintética.	65
4.1.2.4.- Temperatura favorable del sistema.	67
4.2.- Evaluación de los Inhibidores en Función de las Condiciones Obtenidas mediante Ensayos Estáticos y Dinámicos.	72
4.1.-Evaluación de los inhibidores a las condiciones obtenidas mediante ensayos estáticos.	73
4.2.-Evaluación de los inhibidores a las condiciones obtenidas mediante ensayos dinámicos.	76
4.3.- Caracterización Fisicoquímica de los Precipitados Adheridos a la Superficie de los Anillos Pall de 5/8” antes y después de realizados los Ensayos en presencia de CO ₂ e Inhibidores.	79
4.4.- Evaluación del Comportamiento de los Agentes Químicos Orgánicos en Presencia de CO ₂ y en Ausencia del mismo.	86
4.5.- Evaluación del comportamiento de los Agentes Químicos Orgánicos bajo condiciones extremas de pH.	88
4.6.- Evaluación de los Agentes Químicos como Removedores de Incrustación.	90
4.6.1.-Evaluación de los agentes químicos como removedores, en presencia de CO ₂ .	90
4.6.2.-Evaluación de los Agentes Químicos como Removedores, en Ausencia de CO ₂ .	91
CONCLUSIONES	94
RECOMENDACIONES	97
REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	98

APÉNDICES.....	102
APÉNDICE 1.A- Manual de Lavado y Acondicionamiento de los Anillos Pall de 5/8” de Acero Inoxidable.....	102
APÉNDICE 1.B_ Manual de Operación y puesta en marcha de la Planta Desmineralizadora de Agua, ubicada en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU), perteneciente a la Escuela de Ingeniería Química de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Central de Venezuela.	103
APÉNDICE 1.C_ Determinación del Punto Fácible de Inyección de CO ₂ y Medición de pH.....	105
APÉNDICE 1.D_ Manual de Operación de Lavado y Acondicionamiento del Equipo Dinámico de Incrustaciones, ubicado en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Central de Venezuela.	105
APÉNDICE 1.E_ Cálculos Tipos	106
<u>APÉNDICE 1.F Tablas de Resultados.....</u>	113
ANEXO	117
NACE INTERNATIONAL STANDARD TEST METHOD	118
MANUAL INSTRUCTIVO DEL PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL A EMPLEAR JUNTO CON LAS CARACTERÍSTICAS DEL SISTEMA Y QUE FOMENTE EL ESTUDIO DEL USO DE INHIBIDORES PARA EVITAR EL FENÓMENO DE INCRUSTACIÓN EN TUBERÍAS DE AGUA DE PRODUCCIÓN.....	123
1.- Equipo a Emplear para llevar a cabo los Ensayos en Régimen Dinámico.	123
2.- Preparación del Agua Sintética con Propiedades similares a las Aguas de Producción según la Norma NACE TM-0374	124
3.- Procedimiento para las Pruebas de Incrustaciones en Régimen Dinámico.	125
4.- Procedimiento para el Lavado del Equipo en Régimen Dinámico.	126

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Análisis Químico del Agua.....	10
Figura 2. Tuberías Incrustadas Producidas por Aguas Duras.	12
Figura 3. Solubilidad vs. Estabilidad Termodinámica del CaCO₃.....	17
Figura 4. Cálcita, Aragonita y Vaterita (De izquierda a derecha).	18
Figura 5. Efecto de la Temperatura en la Solubilidad para el CaCO₃.	19
Figura 6: Efecto de la Presión Parcial del CO₂ sobre la Solubilidad del CaCO₃	20
Figura 7. Incrustación Calcárea en Tuberías de Producción.	22
Figura 8. Incrustación de Carbonato de Calcio originada por Aguas de Producción.	23
Figura 9: Formación de Incrustaciones	23
Figura 10. Vista Microscópica de la Nucleación Homogénea.	25
Figura 11. Vista Microscópica de la Formación por Nucleación Heterogénea. .	26
Figura 12: Aloe vera.....	33
Figura 13: Estructura de una hoja de Aloe Vera.	34
Figura 14. Estructura del Polisacárido del Gel de Aloe Vera.	34
Figura 15. Modelo de Caja de Huevo.....	35
Figura 16. Esquema de la Metodología a emplear.	36
Figura 17. Diagrama de flujo de proceso de la planta desmineralizadora de agua.	44
Figura 18. Diagrama de flujo de proceso del sistema a implementar para llevar a cabo la formación de incrustaciones.....	45
Figura 19. Pruebas en Estado Estático con Inclusión de CO₂.	56

Figura 20. Relación de Incrustación en Función del Tiempo para Inclusión de CO₂ a Régimen Estático.....	57
Figura 21. Concentración de Calcio en Función del Tiempo de Inclusión de CO₂ a Régimen Estático.....	58
Figura 22. Localidades Escogidas para la Inclusión de CO₂, de Izquierda a Derecha, Salida de la Bomba P-201, Interior del Tanque de Vidrio Pyrex TK-201 y Entrada al Rotámetro R-201.....	61
Figura 23. Curvas de pH en función de Tiempo para los Puntos de Inclusión pH-1, pH-2 y pH-3.....	61
Figura 24. Relación de Incrustación en Función de los Puntos de Inclusión pH-1, pH-2 y pH-3 correspondientes a la Salida de la Bomba P-201 (pH-1), la Entrada al Rotámetro R-201 (pH-2) y el Interior del Tanque T-201 (pH-3) respectivamente.....	63
Figura 25. Relación de Incrustación en función del Flujo de CO₂ a Régimen Dinámico.	64
Figura 26. Concentración de Calcio en Función del Flujo de CO₂ a Régimen Dinámico.	65
Figura 27. Relación de Incrustación en Función del Flujo de Agua Sintética....	66
Figura 28. Concentración de Calcio presente en Solución en Función del Flujo de Agua Sintética.....	67
Figura 29. Anillos Pall Tratados a distintas Temperaturas (A) 40 ± 1 °C, (B) 45 ± 1 °C, (C) 50 ± 1 °C, (D) 55 ± 1 °C y (E) 60 ± 1 °C.....	68
Figura 30. Relación de Incrustación en Función de la Temperatura del Sistema a Régimen Dinámico.	69
Figura 31. Concentración de Calcio en Función de la Temperatura del Sistema a Régimen Dinámico.	70

Figura 32. Relación de Incrustación en Función al Tipo de Régimen para las Condiciones Favorables de Formación de Incrustación.....	71
Figura 33. Concentración de Calcio en Función del Tipo de Régimen para las Condiciones Favorables de Formación de Incrustación.....	72
Figura 34. Relación de Incrustación en función al Agente Químico Empleado a Máximas Condiciones de Incrustación para Régimen Estático.....	74
Figura 35. Concentración de Calcio en Función al Agente Químico Empleado a Máximas Condiciones de Incrustación para Régimen Estático.....	75
Figura 36. Relación de Incrustación en Función al Tipo de Inhibidor empleado a las Condiciones Favorables de Formación de Incrustación a Régimen Dinámico.	76
Figura 37. Concentración de Calcio en Función al Agente Químico Empleado a Régimen Dinámico.	78
Figura 38. Morfología de los cristales no hidratados del CaCO₃ obtenidas por Microscopia Electrónica de Barrido (MEB): (a) Calcita, (b) Aragonita y (c) Vaterita	79
Figura 39. Espectros de Energía Dispersiva (EDS) derivados del Análisis de MEB para cada uno de los Agentes Químicos implementados y el Blanco en Régimen Dinámico.	82
Figura 40. Relación de incrustación en función de los agentes químicos empleados como inhibidores de incrustación bajo condiciones de régimen estático.....	84
Figura 41. Relación de incrustación en función de los agentes químicos empleados como inhibidores de incrustación bajo condiciones de régimen dinámico.....	85
Figura 42. Porcentaje de Incrustación Retirada para cada Agente Químico en presencia de CO₂ a Régimen Dinámico.....	91

Figura 43. Porcentaje de Incrustación Retirada para cada Agente Químico en ausencia de CO2 a Régimen Dinámico.....	92
Figura 42. Planta Desmineralizadora de Agua.	103

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Métodos de análisis del agua.	10
Tabla 2. Clasificación de las Aguas de acuerdo a la Composición de Sales Minerales.....	11
Tabla 3. Clasificación de la Dureza del Agua.	12
Tabla 4: Propiedades del Dióxido de Carbono.....	15
Tabla 5. Estructuras y Morfología del Carbonato de Calcio.....	16
Tabla 6. Estados de Sobresaturación	24
Tabla 7. Composición Química del Agua Sintética a implementar en las Pruebas de Precipitación de Carbonato de Calcio, según la Norma NACE TM- 0374.....	38
Tabla 8. Ensayos de Incrustación a Régimen Estático.	41
Tabla 9. Ensayos de Incrustación a Régimen Dinámico con Barrido de Flujo de CO₂.	49
Tabla 10. Ensayos de Incrustación a Régimen Dinámico con Barrido de Flujo de Agua Sintética.....	50
Tabla 11. Ensayos de Incrustación a Régimen Dinámico con Barrido de Temperatura.....	51
Tabla 12. Tipos de Inhibidores implementados para mitigar la Formación de Incrustaciones en los Ensayos Estáticos y Dinámicos.....	52
Tabla 13. Ensayos con Inclusión de Inhibidores de Incrustación en presencia de CO₂ para cada Régimen Establecido.....	53
Tabla 14. Resultados obtenidos por MEB de los Precipitados Adheridos a la Superficie de los Anillos Pall de 5/8” antes y después de realizados los Ensayos en presencia de CO₂ e Inhibidores.....	81

Tabla 15. Resultados de la Evaluación de los Agentes Químicos Orgánicos con Saturación de CO₂ y en Ausencia del mismo.	87
Tabla 16. Resultados de pH y Coloración de los Agentes Orgánicos en presencia de Medios Altamente Ácidos y Altamente Básicos.	89
Tabla 17. Resultados obtenidos para los Ensayos de Incrustación a Régimen Estático.	113
Tabla 18. Resultados obtenidos para los Ensayos de Incrustación a Régimen Dinámico con Barrido de Flujo de CO₂ ;Error! Marcador no definido.	
Tabla 19. Resultados obtenidos para los Ensayos de Incrustación a Régimen Dinámico con Barrido de Flujo de Agua Sintética.....	114
Tabla 20. Resultados obtenidos para los Ensayos de Incrustación a Régimen Dinámico con Barrido de Temperatura.....	115
Tabla 21. Resultados obtenidos en los Ensayos con Inclusión de Inhibidores de Incrustación en presencia de CO₂ para cada Régimen Establecido.	115
Tabla 22. Resultados obtenidos de la Evaluación de los Agentes Químicos Orgánicos con Saturación de CO₂ y en Ausencia del mismo.	116

INTRODUCCIÓN

Una de las mayores problemáticas que aqueja a la industria petrolera y del gas natural radica, en gran escala, en el fenómeno de incrustación, originado a causa de la enorme cantidad de sales minerales presentes en las aguas de producción durante los procesos de explotación de los yacimientos. Estas aguas son aquellas que han permanecido por un largo período geológicamente descrito en contacto con el petróleo, minerales y rocas (Ceci, 2003); razón por la cual dicha agua posee grandes cantidades de sales en solución, las cuales precipitan, como carbonatos en su mayoría, ocasionando taponamientos en las líneas de tuberías de extracción de hidrocarburos e impidiendo el óptimo traslado y circulación de flujos. Son los precipitados de carbonatos de calcio los que mayor perjuicio generan en estos procesos y el eje central del presente estudio.

Dichos taponamientos generan disminución de los caudales y aumento en la caída de presión en los tramos de tubería, lo que termina traduciéndose para las empresas como una alta inversión en materiales y equipos, para solucionar los inconvenientes de operación, instalación y mantenimiento. Es entonces cuando surge la necesidad por parte de la industria, de aplicar tecnologías mediante tratamientos químicos que mitiguen este fenómeno de incrustación y que permitan así el aseguramiento de flujos.

Es por esto que surge la idea del presente Trabajo Especial de Grado de generar un estudio profundo y minucioso sobre la manera de atenuar o en el mejor de los casos de evitar los problemas generados por el fenómeno de incrustación, mediante la implementación de un tratamiento químico (inyección de inhibidores), al que se le realizó un seguimiento de la manera en que sus propiedades y mecanismos de acción actúan en las superficies de hierro incrustadas y en las aguas de producción, de igual forma se evaluó la efectividad de los mismos. Es necesario hacer hincapié, en que se deben estudiar y analizar previamente las condiciones (temperatura, flujos, concentraciones de CO₂ y proporción de incrustación) que favorecen la formación de

incrustaciones sobre superficies de hierro, rigiéndonos por los estudios realizados con anterioridad así como por las normas y estándares internacionales.

Para alcanzar la meta propuesta fueron estipulados una serie de objetivos, que para ser logrados fué necesario la incorporación y puesta en marcha de una serie de ensayos de incrustación en estado estático y dinámico, para los cuales se evaluó el comportamiento de agua sintética emuladora de las aguas de producción, sobre superficies de hierro a las condiciones establecidas por *López y Rojas* en su Trabajo Especial de Grado con la determinación de la cantidad de anillos, flujo de agua sintética y temperatura del sistema y la implementación del CO₂ como parte innovadora y fundamental de este trabajo, cuyo parámetros fueron establecidas por la norma internacional NACE TM-0374. Una vez determinada las condiciones favorables de incrustación y realizada la cuantía de proporción de estos depósitos sobre las superficies de hierro, se prosiguió a evaluar la capacidad de los inhibidores para evitar que se que formen precipitados de carbonato de calcio. Por lo que se utilizaron inhibidores comerciales (Tri-fosfato y Bi-fosfato) y orgánicos (*Aloe vera* y Extracto de Mango).

CAPÍTULO I

FUNDAMENTOS DE LA INVESTIGACION

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

El tema de las incrustaciones en las líneas de tuberías han sido referencia en muchos problemas para la industria petrolera y del gas natural, dichas incrustaciones se deben básicamente a la gran cantidad de minerales presentes en las aguas de producción, los cuales bajo ciertas condiciones, precipitan formando depósitos en los equipos, tuberías y en los yacimientos, produciendo como consecuencia una disminución en la producción. Estas aguas de producción pueden ser definidas como aquel fluido que ha permanecido en contacto con el petróleo, minerales y rocas de formación; además de otros tipos de agua que son producto de procesos de explotación de hidrocarburos y que estarán presentes en aquellos yacimientos que han sido estimulados artificialmente, y que finalmente acompañan al petróleo durante la etapa de explotación. Desde el punto de vista físico-químico, se caracteriza por su alta salinidad otorgada por los cationes inorgánicos tales como calcio, magnesio, bario y estroncio; y aniones como carbonato, bromuro y sulfatos, llegando a ser hasta tres veces más salina que el agua de mar (Schlumberger, Web 2004).

En la industria se requiere transportar los distintos fluidos de una forma eficiente, económica y continua, por lo tanto es importante combatir el deterioro de los ductos, que se originan como consecuencia de los cambios físicos y químicos del sistema. Para lograr esto es necesario realizar un aseguramiento del flujo, el cual considera la predicción y disminución de los fenómenos que impiden el transporte continuo, eficiente y a bajo costo. Pero ciertas condiciones como, flujos poco turbulentos, aumento de temperaturas, disminución de la presión y valores elevados de pH, proporcionan el medio ideal para que las sales presentes en el agua precipiten rápidamente. Esto, aunado a la presencia de dióxido de carbono (CO₂) en las líneas de tubería que transportan el gas y el petróleo, permite el medio ideal para la

formación de sales de carbonato de calcio y magnesio que finalmente son las causantes principales de los efectos incrustantes.

Dichas incrustaciones provocan disminución del caudal y aumento en la caída de presión en los tramos de tubería, traduciéndose como una gran problemática en la industria de los hidrocarburos a causa del transporte de fluidos con una elevada concentración de sales, generando así una alta inversión de costo y materiales para disminuir los inconvenientes de operación, instalación y mantenimiento.

Una vez formadas las incrustaciones, es necesario emplear métodos efectivos que permitan el aseguramiento de flujo mediante el control de parámetros operacionales (presión, temperatura, caudal, etc.), mediante la utilización de compuestos químicos. El control de los parámetros resulta efectivo teóricamente, pero en la práctica es costoso y difícil de implementar en operaciones continuas, sin embargo, la utilización de agentes químicos como los inhibidores orgánicos e inorgánicos son capaces de modificar el proceso de precipitación de las sales, funcionando de este modo como un anti-incrustante a las condiciones de operación y resultando el más conveniente de todos los métodos (Mata, 2007).

El presente Trabajo Especial de Grado tiene como finalidad evaluar la influencia del CO₂ en el tratamiento químico del agua de producción sintetizada a nivel de laboratorio, mediante la inyección de inhibidores orgánicos e inorgánicos como agentes “anti-incrustantes”, a las condiciones críticas de operación real (pH, temperatura y dureza del agua), para poder evaluar el comportamiento y eficiencia de los mismos, y de esta manera determinar si es posible remediar, o reducir los efectos de los problemas inherentes a las incrustaciones, además de poder realizar una comparación entre los diversos inhibidores mediante la caracterización fisicoquímica de los precipitados adheridos a la superficie de los anillos.

ANTECEDENTES

Para cumplir con el objetivo general del presente Trabajo de Grado, se realizó una revisión de trabajos anteriores referidos al tema, para así complementar la información teórica y metodológica que va a hacer empleada en el mismo.

➤ **“ESTUDIO DE LA FACTIBILIDAD TÉCNICA DE APLICACIÓN DE BIOPOLÍMEROS Y EFECTO DE LAS NANOPARTÍCULAS EN EL TRATAMIENTO DE INCRUSTACIONES Y CORROSIÓN EN LA INDUSTRIA DEL GAS”, realizado por Castillo M. Luis A. (2005).**

Dicha investigación permitió evaluar la factibilidad de emplear biopolímeros en el país, y que el mismo no requiere especificaciones precisas para su empleo como fenómeno que logre evitar la corrosión e incrustaciones en la industria gasífera nacional. La evaluación de los biopolímeros se caracterizó, empleando métodos analíticos, para lograr la determinación de la estabilidad térmica, química y las propiedades de los fluidos dentro del marco de la reología del mismo.

En cuanto al estudio de las incrustaciones a través de ensayos con aguas de producción siguiendo la Norma NACE TM-0374 a distintas concentraciones de los iones calcio, se obtuvo que el biopolímero retenían dichos iones en solución, cumpliendo con la premisa de su actuación como inhibidor de precipitación de carbonato de calcio. A través de estudios analíticos por medio de la Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), se comprobó que el biopolímero actúa sobre el proceso de nucleación de los carbonatos de calcio, debilitando la formación de incrustaciones y obteniendo su máxima eficiencia al 15% p/p.

La conclusión general es que el biopolímero no funciona como agente anticorrosivo a las condiciones de estudio, mientras que como inhibidor puede alcanzar una eficiencia de hasta 80%, superando en muchos casos los productos comerciales. La recomendación es la realización de pruebas dinámicas para evaluar la influencia del

régimen del flujo y la rugosidad del material sobre la precipitación de carbonato de calcio.

➤ **“POLISACÁRIDOS NATURALES COMO AGENTES ANTI-INCRUSTANTES”, realizado por Mata O. Carlos A. (2007).**

Dicho trabajo evaluó el uso de polisacáridos provenientes de estructura vegetal como una tecnología no convencional para la inhibición de incrustaciones.

En principio se realizó un estudio de las características fisicoquímicas de varios polisacáridos provenientes del *Aloe vera* con diferentes grados de procesamientos para analizar su función como anti-incrustante en las aguas de producción descendientes de PDVSA Occidente, Oriente y Centro-Sur, los resultados obtenidos se compararon con diferentes productos comerciales usados en la actualidad para tal fin.

El resultado de los estudios analíticos de los polisacáridos indica una estructura hidrocarbonada con grupos funcionales carboxílicos e hidroxílicos. El gel de *Aloe vera* 200X fue el que presentó una mayor estabilidad térmica con un límite de 100°C y la mayor eficiencia en comparación con los inhibidores comerciales, el cual puede ser afectado de forma negativa al incrementar la concentración de calcio en la solución e impactado de forma positiva al incrementar la temperatura del sistema y logrando modificar la morfología de los cristales de la sal, haciendo que estos sean menos incrustantes.

➤ **“DETERMINACIÓN DE LOS PARAMETROS FÍSICO-QUÍMICOS QUE FAVORECEN LA FORMACION DE INCRUSTACIONES EN SUPERFICIES DE HIERRO, SIMULANDO EL COMPORTAMIENTO DE AGUAS DE PRODUCCIÓN”, realizado por Medina V. Luis F., Zea A. Luis A. (2008).**

En dicha investigación se logró determinar las condiciones físico-químicas que favorecen la formación de incrustaciones en superficies de hierro. En principio se empleó la norma NACE TM-0374 para simular las aguas de producción provenientes de industrias de hidrocarburos del país.

Se realizaron pruebas a flujo continuo, distintas condiciones de pH, conductividad, temperaturas y flujo. Obteniendo como resultados finales las siguientes condiciones que incentivan la formación de incrustaciones en el sistema:

- Elevados valores de pH.
- Elevados valores de Temperaturas.
- Presencia de sales disueltas en el agua sintética.
- Flujos poco turbulentos.

➤ **“ESCALAMIENTO TECNOLÓGICO DE UN INHIBIDOR DE INCRUSTACIONES A BASE DE GEL DE *Aloe vera* PARA EL ASEGURAMIENTO DE FLUJO EN LA INDUSTRIA DEL CRUDO Y GAS NATURAL”, realizado por Castillo M. Luis A. (Trabajo de Maestría, 2008).**

Dicho Trabajo de Maestría tiene como finalidad la evaluación de tecnologías no convencionales y pocas estudiadas para evitar las incrustaciones en tuberías de producción; basándose en el empleo del polisacárido extraído del gel de *Aloe vera*, además de realizar un estudio profundo de su mecanismo de acción, estabilidad microbiológica y su empleo como anti-incrustante.

Como resultado se comprobó su estructura hidrocarbonada, y el mecanismo de inhibición se ajusta al modelo “caja de huevo”, logrando modificar la morfología de los cristales.

Se logró concluir que, el gel de *Aloe vera* deshidratado se ajusta mejor como inhibidor de incrustación, en comparación con el gel hidratado, a pesar de que muestra cambios de morfología en los sólidos formados. El inhibidor de incrustación evaluado según formulaciones de gel de *Aloe vera*, presentó una buena eficiencia y un alto desempeño evitando incrustaciones en aguas de producción de Occidente, Oriente y Centro Sur del país, previniendo la formación de carbonato de calcio.

➤ **“EVALUACIÓN DE INHIBIDORES ANTI-INCrustANTES EN TUBERÍAS DE AGUAS DE PRODUCCIÓN”, realizado por López V. Xuxangela del V., Rojas B. José G. (2010).**

El objetivo principal fue la evaluación de distintos inhibidores en tuberías de agua de producción como anti-incrustantes, además de determinar las condiciones que favorecen la formación de incrustaciones.

Realizaron pruebas en estático a volumen constante y variación del número de anillos y pruebas en dinámico con variación de flujos y variación de anillos, todo a condiciones ambientales y evaluando al *Aloe vera* y al Extracto de Mango como inhibidores orgánicos y al Bi-Fosfato y Tri-Fosfato como inhibidores sintéticos.

Con los resultados obtenidos se logró concluir que la cantidad de anillos Pall, no son una influencia directa para la proporción de incrustaciones formadas, así como también que el incremento de carbonato de calcio en el sistema es ocasionado por una disminución en la conductividad; sin embargo, la disminución de flujo en estado dinámico y el aumento de temperatura tanto en estado dinámico como en estático, son factores influyentes en el aumento de carbonato de calcio en el sistema, cumpliendo así con las premisas de investigaciones anteriores.

Dentro del ámbito comparativo de los distintos inhibidores estudiados, se demostró que el Tri-Fosfato presentó mayor eficiencia para la inhibición de incrustaciones, luego el Extracto de Mango, siguiendo el *Aloe vera* y por último el Bi-Fosfato.

El respectivo estudio analítico realizado por técnicas de Microscopía Electrónica de Barrido indican que en todos los casos la morfología es de una estructura aragonito y la presencia de calcio, cloro y sodio en los cuerpos amorfos, cumpliendo con la premisa de estudios anteriores.

OBJETIVOS

Objetivo General

➤ Evaluar la influencia del CO₂ en el desempeño de inhibidores orgánicos e inorgánicos como agentes anti-incrustantes en superficies de hierro.

Objetivos Específicos

➤ Preparar agua sintética con propiedades físicas y químicas similares al agua de producción bajo los lineamientos de la norma NACE TM-0374.

➤ Evaluar el comportamiento de las incrustaciones en régimen estático mediante la inclusión de CO₂ a diferentes períodos de tiempo.

➤ Determinar el punto factible de inyección de CO₂ en el sistema dinámico que maximice la formación de incrustaciones mediante la modificación del equipo existente.

➤ Realizar un barrido de flujo de CO₂ a fin de evaluar el comportamiento de las incrustaciones a régimen dinámico.

➤ Realizar un barrido de flujo de agua sintética a fin de evaluar el comportamiento de las incrustaciones a régimen dinámico.

➤ Realizar un barrido de temperatura a fin de evaluar el comportamiento de las incrustaciones a régimen dinámico.

➤ Evaluar los distintos inhibidores en función de las condiciones obtenidas mediante ensayos estáticos y dinámicos.

➤ Caracterizar física y químicamente los precipitados adheridos a la superficie de los anillos Pall de 5/8” antes y después de realizados los ensayos en presencia de inhibidores.

➤ Comparar y seleccionar, en base a los resultados obtenidos, el inhibidor más eficaz bajo la presencia de CO₂ a las condiciones críticas determinadas.

➤ Realizar un manual instructivo que establezca el procedimiento experimental a emplear junto con las características del sistema y que fomente el estudio del uso de inhibidores para evitar el fenómeno de incrustación en tuberías de agua de producción.

CAPÍTULO II

MARCO TEÓRICO

2.1.- El Agua

El agua no se encuentra en la naturaleza químicamente pura, ya que absorbe, disuelve, almacena y arrastra minerales, compuestos orgánicos, vegetales, microorganismos y gases disueltos como dióxido de carbono y oxígeno. Por lo tanto, la calidad del agua depende de la concentración de esas sustancias en su composición. Es ampliamente usada a nivel industrial en la producción de energía, transferencia de calor, transporte, fabricación de productos, lavado, etc.

En la Tabla 1 se puede observar los distintos métodos de análisis del agua.

Tabla 1. Métodos de análisis del agua.

Específico	Se determina la cantidad de un contaminante como plomo, mercurio, fosfatos, etc.
No Específico	Tratan de evaluar las propiedades generales de las aguas como el color, olor, pH, turbidez, cantidad de sólidos suspendidos, demanda química, dureza, etc.

En la Figura 1, se puede observar un ejemplo de análisis químico realizado al agua. Siendo uno de los más comunes la titulación con EDTA, que permite determinar la dureza del agua.



Figura 1. Análisis Químico del Agua

En la Tabla 2, se presenta la clasificación de las aguas de acuerdo a la composición de sales minerales presentes.

Tabla 2. Clasificación de las Aguas de acuerdo a la Composición de Sales Minerales.

Aguas Duras	Con cantidades importantes de calcio y magnesio poco solubles. Son las aguas principales en la formación de depósitos e incrustaciones en tuberías y superficies de varios complejos industriales.
Aguas Blandas	Esta agua presenta como composición principal sales minerales de alto grado de solubilidad.
Aguas Neutras	Esta agua en su composición tiene una mayor concentración de sulfatos y cloruros que no alteran de forma significativa el valor de pH de la misma.
Aguas Alcalinas	Estas aguas presentan cantidades importantes de carbonatos y bicarbonatos de calcio, magnesio y sodio, proporcionándole al agua reacción alcalina y por ende elevando el pH.

2.2.- Dureza del Agua

La dureza del agua es la concentración de compuestos minerales como sales de magnesio y calcio, presentes en una porción determinada de agua. El grado de dureza es directamente proporcional a la concentración de las sales metálicas.

Una consecuencia de la dureza del agua en las industrias es la formación de incrustaciones y sedimentos, logrando en algunos equipos aumentar la temperatura, obstruir tuberías generando un mayor consumo de energía a tal punto de producir explosiones o daños severos en unidades industriales. Por tal motivo a mayor dureza del agua, mayor poder de incrustación tiene la misma (Arce, 2008) (Megaozono, 2007).

Un modo de reducir la dureza del agua es a través del ablandamiento, el cual se define como la transformación de los compuestos responsables de la dureza en productos insolubles, para esto se necesita resinas y compuestos químicos para

remover los iones metálicos (Megaozono, 2007). En la Figura 2 se muestra dos ejemplos de incrustación en tuberías de unidades industriales.



Figura 2. Tuberías Incrustadas Producidas por Aguas Duras.

De acuerdo al grado de dureza, el agua se puede clasificar como se muestra en la Tabla 3.

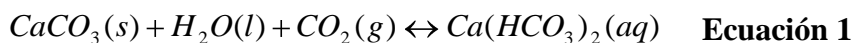
Tabla 3. Clasificación de la Dureza del Agua.

CLASIFICACION	DUREZA (mg/L de Ca)	DUREZA (mg/L de CaCO ₃)
Suave	0 – 20	0 – 50
Moderadamente suave	20 – 40	50 – 100
Ligeramente dura	40 – 60	100 – 150
Moderadamente dura	60 – 80	150 – 200
Dura	80 – 120	200 – 300
Muy dura	> 120	>300

2.2.1.- Tipos de dureza del agua

La dureza del agua se puede clasificar de acuerdo al tipo de impureza que contenga, estas serían:

➤ *Dureza temporal*: Se produce por carbonatos y puede ser eliminada al hervir el agua o por la adición de hidróxido de calcio Ca(OH)₂. La reacción es la siguiente:



El carbonato de calcio es menos soluble en agua caliente que en fría, por lo tanto, calentar el agua ayuda a la precipitación del carbonato de calcio, y por ende a que el agua sea menos dura. Los carbonatos también precipitan cuando la cantidad de ácido carbónico disminuye, en cambio si esta aumenta, se incrementa la solubilidad del carbonato. Todo lo antes mencionado está relacionado con el pH de equilibrio y con la alcalinidad de los Carbonatos (Díaz, 2006). (Arce, 2008).

➤ *Dureza permanente:* También es llamada dureza de no carbonato y es causada por la presencia de sulfato de calcio y magnesio o de cloruros en el agua. Esta dureza no puede ser eliminada al hervir el agua o con agitación térmica, ya que al aumentar la temperatura, dichos compuestos son más solubles, para su eliminación es necesario utilizar procesos químicos como el método SODA (Sulfato de Sodio), ablandamiento del agua o intercambiadores iónicos como ciertas resinas (Díaz, 2006).

2.3.- Agua de Producción

En los campos petroleros se produce una gran cantidad de agua, estudios anteriores indican que por cada barril de petróleo se generan tres barriles de agua, siendo un valor tan alto para poder representar el 90 % del volumen del líquido que se extrae a la superficie (Arnold et al., Web 2004). Esa gran cantidad de agua se conoce como agua de producción y se define como aquella que se encuentra de forma natural en las rocas y está presente en ellas antes de la perforación del pozo. También se dice que es la combinación del agua que ha permanecido por un largo período geológicamente descrito en contacto con el petróleo, minerales y rocas (Ceci, 2003).

Dichas aguas se pueden generar por tres formas naturales:

- A partir de las aguas que quedaron atrapadas en las rocas durante el proceso de sedimentación.
- A partir de la filtración de las aguas a través del afloramiento de las rocas.
- A partir de la mezcla de las aguas filtradas con las aguas residuales de las rocas.

Dicha agua de producción contiene cantidades significativas de cationes inorgánicos como calcio, magnesio, bario y estroncio; y aniones tales como carbonato, bromuro y sulfato, pero su mayor contenido es gotas de petróleo dispersa y disolución de compuestos orgánicos.

Las aguas de producción de petróleo (APP) pueden variar su composición química dependiendo a las características del pozo, en cuanto a salinidad, porcentaje de sólidos, cantidad de constituyentes orgánicos e inorgánicos, incluso minerales, pH, cantidad de oxígeno disuelto y la conductividad.

Por todo lo mencionado anteriormente, las aguas de producción causan las precipitaciones de sales que generan las incrustaciones que pueden ocasionar graves daños de operación. Por esta razón es importante conocer los constituyentes de forma específica de cada agua de producción para lograr graduar la cantidad y el tipo de inhibidores que ayuden a solucionar dicho problema. (Scribd, 2010).

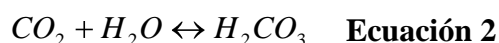
Los cationes presentes como Ca^{+2} y Mg^{+2} provienen de la erosión y la desintegración de rocas calcáreas y sedimentos varios presentes en el ambiente, por ejemplo, en aguas subterráneas, mientras que los aniones HCO_3^- y CO_3^{2-} provienen del dióxido de carbono disuelto en el agua, los cuales se balancean en el sistema con los cationes.

2.4.- Dióxido de Carbono

El dióxido de carbono (CO_2) es un gas incoloro, picante y más pesado que el aire, denso y poco reactivo. Forma parte de la composición de la atmósfera en una proporción de 350 ppm. Su ciclo está relacionado con el del oxígeno. El balance del dióxido de carbono es complejo por las interacciones que existe con el ambiente.

Sus moléculas están compuestas por dos átomos de oxígeno y una de carbono, su representación por estructura de Lewis es: $\text{O} = \text{C} = \text{O}$, donde opta la forma de molécula lineal y no polar, a pesar de tener enlaces polares; esto se debe a la hibridación del carbono. La molécula posee una geometría lineal y simétrica.

Con la presencia de CO₂ en el sistema en estudio, se logra el contacto con el agua, alcanzando la disolución del mismo y la formación del ácido carbónico (H₂CO₃) como se observa en la Ecuación 2, para luego ser un punto de partida en la precipitación del carbonato de calcio que genera las incrustaciones.



2.4.1.- Propiedades del dióxido de carbono

En la Tabla 4 se detallan las propiedades físicas y químicas del dióxido de carbono.

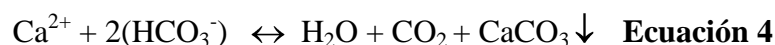
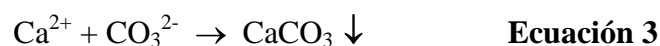
Tabla 4: Propiedades del Dióxido de Carbono

PROPIEDADES	
Densidad	1,6 Kg/m ³
Peso Molecular	44 g/mol
Punto de Fusión	195 K (-78 °C)
Punto de Ebullición	216 K (-57 °C)
Solubilidad en Agua	1,45 Kg/m ³

2.5.- Carbonato de Calcio

El carbonato de calcio es un compuesto químico de fórmula CaCO₃, siendo este muy abundante en la naturaleza, presente en rocas, conchas, esqueletos, cáscaras de huevo y en las incrustaciones. Es el cuadrante principal de la clasificación del agua dura y el componente principal de algunos minerales y rocas, como Calcita, Aragonito, Caliza, Travertino y Mármol.

La deposición de esta sal resulta de la precipitación de la misma, la cual tiene lugar mediante los equilibrios mostrados en las Ecuaciones 3 y 4:



2.5.1.- Estructuras del carbonato de calcio

El carbonato de calcio puede precipitar alcanzando distintas morfologías, que dependen de las condiciones del medio. En la Tabla 5 se presentan las estructuras y formulas químicas de estos precipitados.

Tabla 5. Estructuras y Morfología del Carbonato de Calcio.

ESTRUCTURA	MORFOLOGÍA	FORMULA QUÍMICA
Hidratados	Amorfo	$\text{CaCO}_3 : \text{CaCO}_3$
	Ikaita	$\text{CaCO}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
	Monohidratado	$\text{CaCO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$
No Hidratados	Vaterita	CaCO_3
	Aragonita	CaCO_3
	Calcita	CaCO_3

La estabilidad termodinámica y la solubilidad de estos precipitados, varían de acuerdo a la estructura cristalina, por tal motivo a medida que la estructura sea más estable, su solubilidad es menor. La calcita presenta una capacidad incrustante superior al resto de las morfologías. Es importante conocer la estructura cristalina de los precipitados, para así determinar el efecto de los inhibidores sobre las mismas. En la Figura 3 se puede observar todo lo antes mencionado.

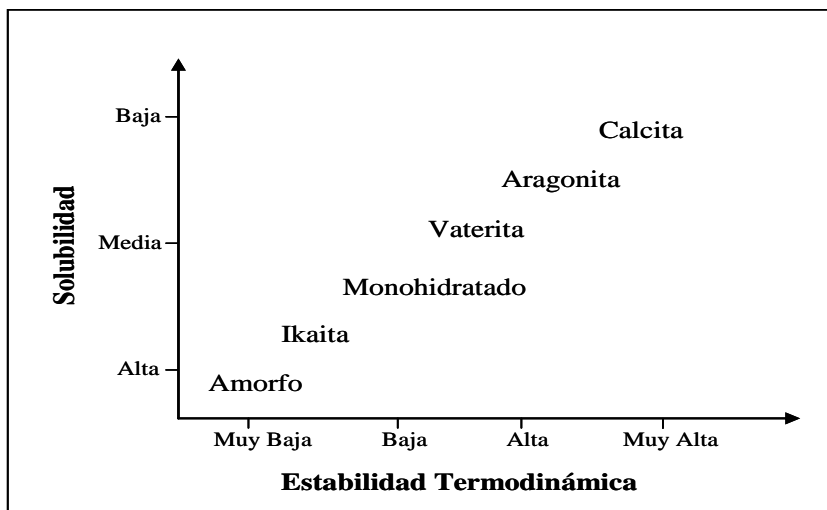


Figura 3. Solubilidad vs. Estabilidad Termodinámica del CaCO_3

Referencia: Mata, 2007

Sin embargo, en la naturaleza es común encontrar las estructuras no hidratadas del carbonato de calcio, por su alta estabilidad y baja solubilidad, además son las estructuras que se van a estudiar con mayor profundidad en el presente Trabajo de Grado. A continuación se detallan las morfologías no hidratadas del carbonato de calcio:

➤ *Calcita*: Mineral compuesto principalmente por carbonato de calcio (CaCO_3), después del cuarzo es uno de los minerales más abundantes. Reacciona rápidamente con los ácidos diluidos. La calcita se puede encontrar en las rocas sedimentarias llamadas caliza y en las rocas metamórficas llamadas mármol. Se forma por cristalización directa de disoluciones o por transformación de las demás fases, que son menos estables.

➤ *Aragonita*: Es un polimorfo de carbonato de calcio (CaCO_3), donde a temperaturas superiores a $400\text{ }^\circ\text{C}$ se transforma en calcita, compartiendo la misma composición, pero las diferencias en la apariencia física y cristalografía hacen que se consideren de otra especie. Forma cristales sencillos o múltiples dando un aspecto de prisma hexagonal, coraloide, fibroso o estalactítico. Se originan en depósitos a baja

temperatura en zonas de oxidación de yacimientos mineros, también puede localizarse en rocas sedimentarias y metamórficas, y en minas de galena.

➤ *Vaterita*: La vaterita es un mineral poliforme de carbonato de calcio (CaCO_3). La vaterita así como la aragonita, es una fase metaestable de carbonato de calcio en condiciones ambientales. Como es la menos estable, goza de una solubilidad mayor, por lo tanto una vez que la vaterita este en presencia de agua, la convierte en calcita a baja temperatura o en aragonita a altas temperaturas ($> 60\text{ }^\circ\text{C}$). Presenta algunas impurezas de iones metálicos y materia orgánica que la pueden estabilizar y así evitar su transformación a calcita o aragonita.

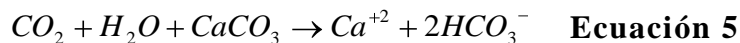
En la Figura 4 se puede observar las distintas estructuras del carbonato de calcio.



Figura 4. Cálcita, Aragonita y Vaterita (De izquierda a derecha).

2.5.2.- Solubilidad del carbonato de calcio

El control principal de solubilidad del carbonato de calcio es la concentración de iones hidrógeno (pH), el cual es controlado por la presión parcial del dióxido de carbono, con la siguiente reacción:



Existen 7 mecanismos básicos por medio de los cuales se logra la precipitación del carbonato de calcio:

➤ *Efecto de la Temperatura*: La formación de incrustaciones de carbonato de calcio se ve favorecida con el aumento de la temperatura. Esta afecta tanto la solubilidad de gases en solución como la velocidad de la reacción. Cuando aumenta la temperatura, la solubilidad de gases ácidos tales como el dióxido de carbono (CO_2)

y el sulfuro de hidrógeno (H_2S) disminuye. Así, una desorción de estos gases del medio acuoso, origina un incremento en el pH del medio, favoreciendo la formación de incrustaciones de carbonato de calcio (Perozo y Rodríguez, 1995).

La solubilidad de muchos compuestos incrementa con la temperatura; sin embargo, para el carbonato de calcio esta relación es inversa y se ve favorecida la formación de incrustaciones con aumentos en la temperatura (Oftroff, 1979), como se puede apreciar en la Figura 5.

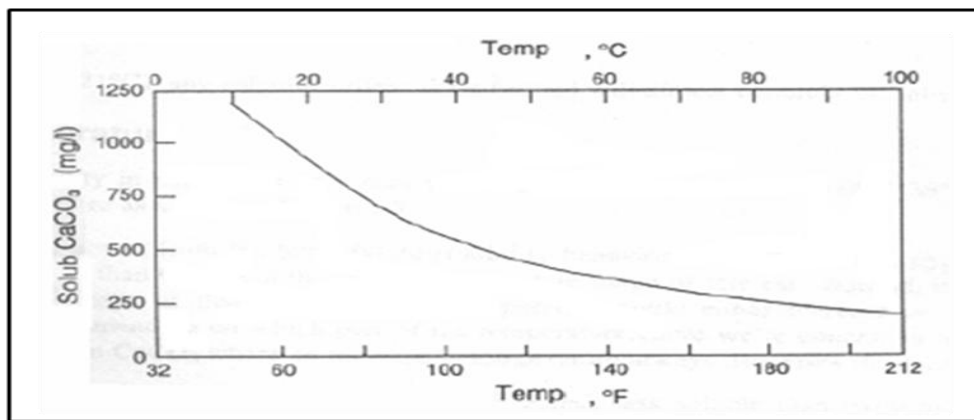


Figura 5. Efecto de la Temperatura en la Solubilidad para el $CaCO_3$.

Fuente: Pérez, 2005

➤ *Efecto de la Presión:* La temperatura, la presión y la salinidad son factores característicos de la solubilidad de los gases. Cuando aumenta la presión y disminuye la temperatura, la solubilidad del CO_2 en agua también aumenta, (Perozo y Rodríguez, 1995). Por lo tanto, la disminución de la presión causa la deposición de carbonato de calcio, produciendo la formación de incrustaciones; dichas caídas pueden generarse a través de válvulas, accesorios y deformaciones geométricas, induciendo la turbulencia en el agua e iniciando la precipitación (Castillo, 2008). En la Figura 6 se muestra todo lo antes descrito.

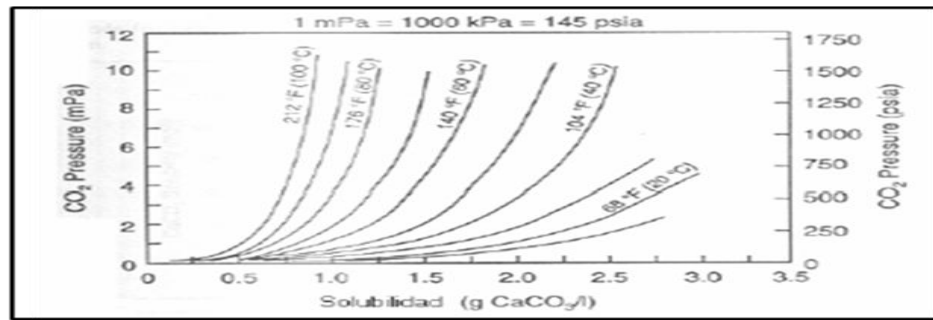
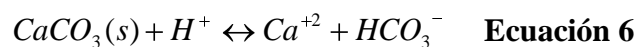


Figura 6: Efecto de la Presión Parcial del CO₂ sobre la Solubilidad del CaCO₃

Fuente: Pérez, 2005.

- *Efecto de la Agitación:* Cuando el agua es agitada por medios naturales o mecánicos, disminuye la precipitación, por tal motivo, aguas poco turbulentas logran catalizar la formación de depósitos de carbonato de calcio y por ende incrustaciones.
- *Efecto de la Salinidad:* El dióxido de carbono es menos soluble en aguas salinas que en aguas dulces, por lo tanto, al aumentar la salinidad por evaporación o por reacciones químicas, aumenta la precipitación del carbonato de calcio.
- *Efecto de la Concentración:* Cuando los iones Ca⁺² y HCO₃⁻ están en una concentración tal que sobrepasa la solubilidad del carbonato de calcio (K_{PS} = 10⁻⁸ mol/L a 20°C), este comienza a precipitar. En cambio al disminuir la concentración de algunos de los iones cambia el equilibrio, logrando la disolución del carbonato de calcio hasta alcanzar el nuevo equilibrio.
- *Efecto del pH:* La formación de carbonato de calcio depende de la concentración de protones (H⁺), como se muestra en la siguiente reacción:



Cuando se incrementa la concentración de H⁺, el equilibrio se desplaza hacia la formación de iones Ca⁺² y HCO₃⁻, disolviendo el CaCO₃ y por el contrario, al disminuir la concentración de H⁺, el equilibrio se desplaza hacia la precipitación del carbonato de calcio.

➤ *Efecto de la Concentración de Dióxido de Carbono:* El dióxido de carbono influye en la solubilidad del carbonato de calcio, debido a la reacción de éste con el agua y el CaCO_3 para formar los bicarbonatos de calcio que son compuestos solubles en el agua (Ecuación 3 y 4). Al incrementar la concentración de dióxido de carbono (CO_2), se favorece la formación del bicarbonato de calcio y por ende disminuye la deposición de carbonato de calcio (Oddo y Tomson, 1989).

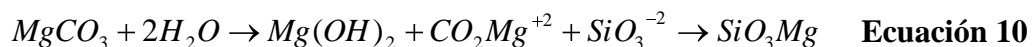
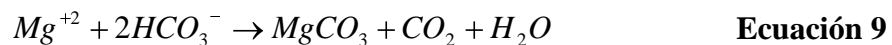
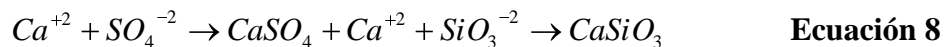
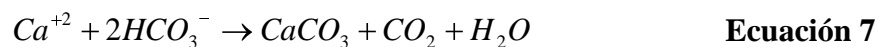
2.6.- Incrustación

Las incrustaciones son depósitos de minerales inorgánicos insolubles, formadas cuando se mezclan aguas de diferentes fuentes que tienen contenidos iónicos, logrando bloquear los tubulares y detener en muchos casos la producción.

Las incrustaciones se ven influenciadas por la solubilidad que es la máxima concentración de soluto que puede disolverse en un solvente bajo condiciones específicas, por lo tanto cuando el agua sobrepasa el límite máximo de solubilidad, comienzan a precipitar y a formar las incrustaciones (Patton, 1995).

Las incrustaciones pueden ser duras y térmicamente aislantes, actuando en muchos casos como cementos (ejemplo: carbonatos), también pueden ser frágiles como los lodos o rellenos pastosos, ejemplo de ello es el óxido de hierro o las colonias de bacterias.

Las principales reacciones químicas que se producen con los iones que están en el agua en las condiciones preestablecidas para la formación de incrustaciones son las siguientes:



La incrustación más frecuente es de naturaleza calcárea, donde el agua saturada de gas carbónico, se convierte según la Ecuación 7 en carbonato de calcio que queda depositado en las superficies donde fluye el agua de producción, haciendo que dicha costra vaya incrementando su espesor a medida que transcurre el tiempo, y produciendo como mayor problemática el descenso de los caudales específicos medidos como caudal por metro de descenso del nivel de agua y algunas veces hasta detiene la producción. La formación de incrustaciones de carbonato de calcio depende en forma parcial del pH y de la presión. En la Figura 7 se muestra la incrustación calcárea en tuberías de producción.



Figura 7. Incrustación Calcárea en Tuberías de Producción.

2.6.1.- Tipos de incrustaciones

Entre los tipos de incrustaciones minerales más comunes de acuerdo a la preocupación para los productores de petróleo, se encuentran el Sulfato de Calcio (CaSO_4), Sulfato de Bario (BaSO_4), Sulfato de Estroncio (SrSO_4), Hidróxido Ferroso ($\text{Fe}(\text{OH})_2$), Hidróxido Férrico ($\text{Fe}(\text{OH})_3$), Carbonato de Magnesio (MgCO_3), Carbonato de Manganeso (MnCO_3) y Carbonato Cálculo (CaCO_3). Sin embargo, en el presente Trabajo de Grado se especificará con más detalle, este último, debido a que es el eje central de la incrustación a estudiar.

➤ *Carbonato Cálculo (CaCO_3):* Son las incrustaciones más frecuentes y la de mayor importancia para la industria petrolera, debido a la frecuencia con la que ocurre en los campos petroleros y su estabilidad en las condiciones de operación del mismo, su origen se debe a una pérdida de anhídrido carbónico del agua. Su principal característica es su baja solubilidad en el agua ($K_{\text{SP}} = 10^{-8}$ mol/L a 20 °C) (Perry y Green, 2008).

El carbonato de calcio se produce por medio de la Ecuación 7, el equilibrio de esta reacción se puede ver afectado por los cambios en las aguas de producción. Siendo los parámetros que incentivan la formación de esta sal en flujo pocos turbulentos, los elevados valores de pH, las altas temperaturas del sistema y la presencia de sales en el agua (Bin y Mohd, 2008). En la Figura 8 se muestra un ejemplo de incrustaciones de carbonato de calcio en tuberías de producción.



Figura 8. Incrustación de Carbonato de Calcio originada por Aguas de Producción.

2.6.2.- Proceso de formación de las incrustaciones

La formación de las incrustaciones comienza cuando el sistema de un fluido natural es perturbado, logrando exceder el límite de solubilidad de uno o más de los componentes presentes en el agua. (Crabtree, 1999). El proceso de formación se genera siguiendo una serie de etapas como se muestra en la Figura 9.

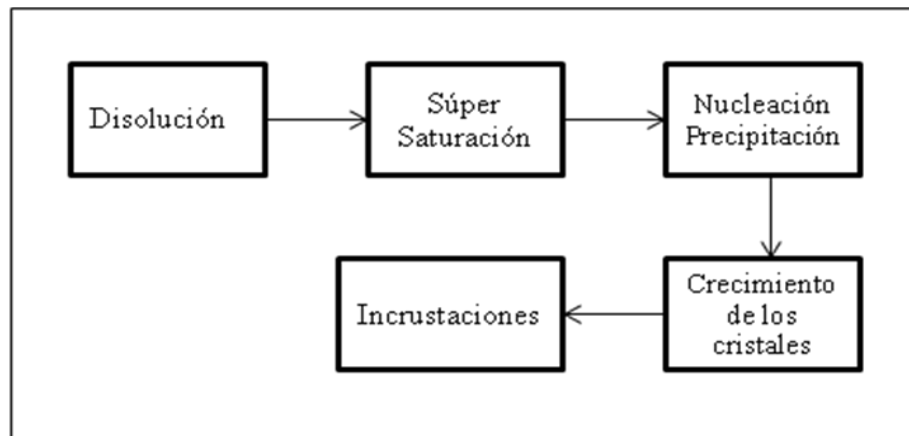
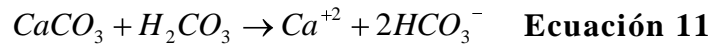


Figura 9: Formación de Incrustaciones

Fuente: RAPIDMATIC 2000,2007

2.6.2.1.- Disolución

El dióxido de carbono presente en la atmósfera es absorbido por el agua cuando llueve, como ocurre en la Ecuación 1. El agua de la lluvia es ácida y cuando toca la superficie, está va penetrando, creando iones de calcio (Ca^{+2}) e iones bicarbonatos (HCO_3^-), por medio de la siguiente reacción:



Si ocurre alguna condición en el sistema se puede fomentar la precipitación del carbonato de calcio, dando origen a la formación de incrustaciones. Una de estas condiciones puede ser la disminución de la presión, desprendiéndose el dióxido de carbono (CO_2) y provocando el aumento del pH, dando como resultado la formación de incrustaciones (Zhang y Dawe, 1997).

2.6.2.2.- Supersaturación

La saturación es la máxima concentración permisible en el equilibrio de un compuesto disuelto en una solución, bajo condiciones de temperatura, presión, solubilidad, entre otros. Mientras que la supersaturación es el exceso de la concentración de sales, logrando sobrepasar los límites superiores de solubilidad del agua, proporcionando un cambio en el equilibrio a través de los cambios de pH, de temperatura y de la concentración de los iones (Mata, 2007).

En la Tabla 6 se puede observar los estados de sobresaturación de acuerdo al material, concentración y temperatura.

Tabla 6. Estados de Sobresaturación

Estado Meta-Estable	Es la condición estable en el cual la precipitación ocurre cuando existe un proceso de sedimentación.
Estado Inestable	Es cuando ocurre la precipitación.

2.6.2.3.- Nucleación

La nucleación es el primer paso que se desarrolla para la formación de precipitados insolubles y posterior incrustaciones, se caracteriza por la aglomeración de iones con una forma determinada. Existen dos formas mediante el cual se pueden llevar el proceso de nucleación:

➤ *Nucleación Homogénea*: Comienza con la formación de átomos inestables dentro de un fluido saturado, estableciendo pequeños cristales a raíz de la concentración de iones en soluciones sobresaturadas, convirtiéndose en semilleros de cristales, debido a las fluctuaciones locales en el equilibrio, luego dichos cristales siguen creciendo por la adsorción de iones sobre la superficie e incrementando al pasar el tiempo el tamaño de los mismos. (Crabtree, 1999). En la Figura 10 se puede observar microscópicamente la nucleación homogénea de los cristales.

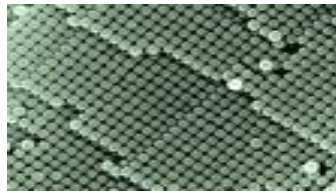


Figura 10. Vista Microscópica de la Nucleación Homogénea.

➤ *Nucleación Heterogénea*: El crecimiento de los cristales ocurre sobre una superficie preexistente de límite de fluidos como la pared de la tubería. Sus mayores características son las imperfecciones y asperezas en las superficies de los tubos. Un fluido con una mayor turbulencia puede hacer el papel de catalizador para la formación de depósitos en este proceso (Crabtree, 1999). En la Figura 11 se puede observar la formación por nucleación heterogénea.

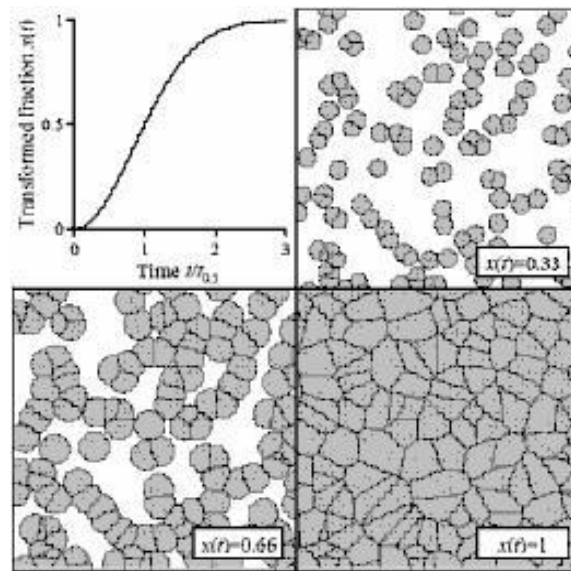


Figura 11. Vista Microscópica de la Formación por Nucleación Heterogénea.

2.6.2.4.- Tipos de formación de incrustación

Existen tres vías para la formación de incrustaciones calcáreas:

- *Incrustación Tipo Cristalino o Verdaderas:* Su formación se fundamenta bajo el principio de nucleación, producida por condiciones de sobresaturación salina y elevada presión. El procedimiento es el siguiente: primero se forman los núcleos iniciadores en las rugosidades de las superficies y sus cristales preformados se van ordenando de forma concéntrica. Dicha formación es lenta y continua a través del tiempo, pero sus fuerzas de Van der Waals son muy elevadas provocando la formación de depósitos que sólo son removidos de forma mecánica. La densidad del mismo es elevada y no presenta características de porosidad.
- *Incrustación Tipo Depósito Amorfas:* Es mucho menos adherente, es blanda al tacto y presenta porosidad, la nucleación que ocurre es desordenada y heterogénea, dicha incrustación puede ser removida con agentes químicos. Su mecanismo de formación es a través de la pérdida parcial o total del sólido suspendido o combinado con la dureza del agua, pero también se puede formar por la presencia de agentes dispersantes.

➤ *Incrustación por Depósitos de Sedimentos:* Se forma a partir de los sedimentos provenientes de los sólidos suspendidos en el agua de trabajo que van formando lentamente obstrucciones al sistema. Son amorfas y con poca adherencia a las superficies, de tal forma que pueden ser removidas con productos dispersantes.

2.7.- Control de las Incrustaciones

Si no se tiene un control de las reacciones naturales de cristalización, la adhesión constante y progresiva de carbonato de calcio y de magnesio, provoca el crecimiento de las incrustaciones con un importante espesor, siendo está muy dura de remover y térmicamente muy aislante.

En algunos casos las incrustaciones pueden disolverse en sustancias específicas, pero en otros casos la eliminación mecánica es la única solución. El uso de inhibidores puede permitir la prevención de dichas incrustaciones, los mismos funcionan como quelatizantes de los iones metálicos, logrando inhibir la asociación del ión con los aniones presentes en la solución y evitan así la precipitación de la incrustación insoluble a través de polímeros funcionalizados (Champion Technologies, 2010).

Es importante tener un conocimiento preciso del tipo de incrustación a combatir, para realizar la selección del mejor método de remoción y evitar así problemas operacionales, de producción y de rentabilidad de la empresa.

Existen inhibidores comerciales que trabajan correctivamente limpiando las incrustaciones presentes en toda la red de abastecimiento de agua y en toda superficie metálica y de transferencia de calor, a través de un proceso constante, gradual y progresivo, sin importar el grado de dureza del agua a tratar o el espesor de la incrustación formada en el circuito de abastecimiento de agua.

Es importante que los complejos industriales no esperen la aparición de incrustaciones para tomar una acción, por tal motivo es relevante las acciones de mantenimiento preventivo y correctivo, para evitar pérdidas económicas directas e indirectas. Por todos los problemas mencionados se han desarrollado métodos que

pueden disminuir el efecto incrustante. Existen diversos métodos que pueden clasificarse como mecánicos y químicos. Sin embargo, si la incrustación está muy avanzada, se puede mezclar ambos métodos para incrementar la efectividad de la remoción del mismo.

2.7.1.- Métodos mecánicos

Se emplea cuando la incrustación ha alcanzado un nivel extremo de adherencia a la superficie o donde el grosor es tan grande que ya ha obstruido la tubería y ha afectado el funcionamiento efectivo del equipo. Cuando ocurren estos casos no se debe emplear métodos químicos, ya que no solucionarían el problema y existiría una pérdida de la inversión. Entre los métodos mecánicos, se pueden mencionar la descarga de aire comprimido, hidrojet, collar de perlas, pintoneo, molinillo, entre otros.

2.7.2.- Métodos químicos

Es el más económico y el primer sistema que se utiliza para la prevención y/o remoción de incrustaciones, se emplean cuando las mismas no son de fácil acceso o cuando se encuentran en sitios donde los métodos mecánicos no son efectivos (Crabtree, 1999). Entre ellos tenemos la acidificación que es efectivo en la prevención de incrustaciones carbonatadas, ya que el ácido destruye los iones de carbonato, eliminando uno de los reactivos causantes del problema. Pero tiene como desventaja la deficiencia en la prevención de otro tipo de formaciones, la alta corrosividad que genera y el costo de tanques y equipos de monitoreo (Agüero, 2000). Otro método químico son los agentes quelantes que son sustancias aniónicas que logran formar complejos de distintas solubilidades. El ácido etilén-diamino-tetracético (EDTA) es un agente quelante que posee dos grupos de amino y cuatro de acetato, que logran reaccionar con ligandos y complejos metálicos. Las incrustaciones de carbonato de calcio son susceptibles al ataque de este ácido y a los sistemas que contengan carbonatos metálicos, porque ocasionan una reducción a los depósitos de carbonato, por tal motivo, su eficiencia depende del pH del sistema

(Becker, 1998). Y por último los inhibidores de incrustación, que va a ser el método empleado en este trabajo especial de grado, el cual es desarrollado en el apartado 2.8.

2.8.- Inhibidores de Incrustación

Son los más empleados ya que impiden la formación y crecimiento de los depósitos de incrustación en tuberías y líneas de flujo, además ayudan a maximizar el volumen de producción y reducir el tiempo muerto. Muchas de sus formulaciones modifican el crecimiento de cristales a través de polímeros funcionales, y otras químicas, para reducir y evitar la formación de cristales que componen las incrustaciones.

Sin embargo, es importante conocer el tipo de incrustación formada, sus características físicas y químicas para aplicar la dosis correcta de inhibidor, que permita la mayor efectividad del problema bajo parámetros de calidad y de rentabilidad.

Las características que deben seguir los inhibidores de incrustación para que sean considerados eficientes en todos los ámbitos, son los siguientes:

- No debe formar productos de reacción con otros químicos del sistema, que puedan ocasionar su inactivación, es decir, ser compatible con la solución y la incrustación.
- Debe ser térmicamente estable a las temperaturas del sistema, evitando modificaciones de temperaturas que generen cambios operativos.
- Debe modificar el tamaño de los cristales, con la capacidad de que los mismos se dispersen en la solución.
- Debe ser capaz de bloquear y retrasar el proceso de precipitación que incite la formación de incrustaciones.
- Actuar como dispersante de precipitados, previniendo la adherencia sobre las superficies.

2.8.1.- Mecanismo de acción de los inhibidores

Los inhibidores actúan sobre las incrustaciones a través del siguiente mecanismo:

- *Inhibición del Crecimiento (Threshold Effect):* La sustancia anti-incrustante logra mantener soluciones supersaturadas de sales solubles, ya que las moléculas del mismo absorben los iones de la superficie de los microcristales, ubicándose en los sitios activos o donde esté ocurriendo la precipitación, deteniendo así el crecimiento y la formación de cristales.
- *Modificación del Cristal:* El inhibidor cambia la forma cristalina de las incrustaciones. Al iniciar el crecimiento de un cristal, los grupos negativos de las moléculas del anti-incrustante atacan las cargas positivas del núcleo de los cristales, interrumpiendo el balance electrónico de formación de incrustaciones, obteniendo formas ovaladas de los cristales, haciéndolos menos compactos y disminuyendo la adherencia en la superficie debido al cambio de su estructura física.
- *Dispersión:* El inhibidor absorbe la superficie de los cristales en crecimiento, provocando una alta carga aniónica y produciendo una repulsión electrostática entre los mismos, logrando interrumpir la aglomeración de microcristales y la formación de incrustaciones.

2.8.2.- Tipos de inhibidores

Muchos de los inhibidores comerciales se basan en varios tipos de compuestos, sin embargo se realiza una breve explicación de cada uno y se profundiza en los que formulan el eje central del presente trabajo de grado (Polifosfatos y Bio-inhibidores).

- *Ésteres de Fosfato:* Son estables a temperaturas entre 65-71 °C, pero pueden soportar temperaturas entre 82-93 °C durante algunas horas. A pesar de estas limitaciones de temperaturas son inhibidores muy eficientes en medios propensos a la formación de carbonatos de calcio (CaCO_3) y sulfatos de calcio (CaSO_4), también

son muy efectivos para el control de precipitación de sulfato de estroncio (SrSO_4) y sulfato de bario (BaSO_4).

➤ *Fosfonatos*: Se pueden emplear varios tipos de fosfonatos como inhibidores de incrustación, pero en general todos presentan características de estabilidad térmica, tolerancia al calcio y una alta eficiencia dependiendo del tipo de incrustación. Se presentan en forma ácida o con alguna porción de la acidez neutralizada con amoníaco, aminas o hidróxidos alcalinos para su buen desempeño como inhibidor.

➤ *Polímeros Orgánicos*: Son distorsionadores de cristales, pero de igual modo reducen la precipitación de salmueras típicas de yacimientos. El poliacrílico de bajo peso molecular es el polímero orgánico más empleado, ya que logra modificar y distorsionar las formas de los cristales, impidiendo de este modo el crecimiento de incrustaciones y la adherencia a las superficies. Los polímeros orgánicos son estables a temperaturas inferiores de $204\text{ }^\circ\text{C}$ y son muy efectivos en concentraciones muy bajas para el control del carbonato de calcio (CaCO_3) y sulfato de bario (BaSO_4) en solución. En condiciones de acidez son efectivos para el control de los mismos, pero se necesita mezclar con otros inhibidores para obtener un único producto con una amplia aplicación.

➤ *Polifosfatos*: Son las sales del ácido fosfórico que se obtienen a partir del calentamiento alcalino de la roca fosfórica. El polifosfato reduce los problemas ocasionados por la incrustación calcárea por efecto umbral. Es efectivo en la inhibición del carbonato de calcio, aunque lo es en menor escala por el sulfato de calcio y la magnesia. Dicha eficiencia no es segura por encima de $60\text{ }^\circ\text{C}$. Impide la formación de gérmenes gruesos de cristalización, integrándose en la red cristalina del depósito calcáreo, debilitándola.

En la actualidad se usa a partir de un dosificador que incorpora al agua el producto químico en muy bajas proporciones, pero esto puede variar dependiendo de la magnitud de la incrustación. Los polifosfatos encapsulan las partículas de carbonato

de calcio y hacen que no precipiten, además de formar una película en el interior de la tubería que la protege de formaciones futuras de incrustaciones.

Si se adiciona mayor polifosfato el precipitado que previamente origino la turbidez se redisuelve y la solución se aclara comenzando la zona efectiva de secuestro-inhibidor del catión incrustante. Esta conducta de los polifosfatos son un aspecto negativo; sin embargo la concentración requerida depende de la concentración de iones incrustantes, efecto de ión común y no común, tiempo de equilibrio, pH, caudal, adherencia, etc.

El anión fosfórico posee la propiedad de dar productos de condensación lineales o cíclicos, logrando su capacidad retardadora frente al carbonato de calcio y en menor medida frente a la magnesia y el sulfato cálcico (Medina y Zea, 2008).

➤ *Bio- Inhibidores:* Para prevenir o eliminar la contaminación tanto a nivel industrial así como en laboratorio, se han desarrollado nuevas tecnologías y el empleo de nuevos compuestos que permitan disminuir el impacto ambiental, tal es el caso de los Bio-inhibidores para la reducción y eliminación de depósitos calcáreos en tuberías y otros equipos. Se ha logrado diseñar productos y procesos químicos, cuyo objetivo es la reducción de sustancias que tiendan a ser nocivos para el ambiente, por eso se ha empleado la biotecnología para tal fin y así poder mantener las operaciones normales sin influir de forma negativa el ecosistema. Para el control de las incrustaciones, se está estudiando el potencial de los polisacáridos naturales extraídos del *Aloe Vera*.

La prevención de las incrustaciones pueden hacerse en distintos niveles del proceso, los métodos de control aplicados dependen principalmente de los disponibles en la empresa y del aspecto económico del proceso. El soporte analítico y de ingeniería es la base para determinar si un problema de incrustación requiere de un inhibidor específico o no; esto se conoce mediante la revisión de las condiciones operativas y ensayos en laboratorio, se puede llegar a la formulación del inhibidor más eficaz para un tipo específico de incrustación. La mayoría de los inhibidores comerciales son

mezclas solubles en agua, usados en tratamientos de inyección continua, y formulados para su máxima versatilidad contenida en una amplia gama de productos químicos a distintas relaciones de mezcla; el cual es monitoreado para garantizar el máximo rendimiento (Champion Technologies, 2010).

2.9.- *Aloe vera*

El *Aloe vera* es un género de plantas suculentas de la familia *Ashodelaceae* con alrededor de 400 especies. Es nativo de las regiones secas de África y Oriente Medio, aunque en la actualidad se ha difundido por todo el mundo.

El *Aloe vera* es una planta que se reproduce por polinización cruzada y se multiplican por semillas o por retoños. Este género tiene la capacidad de conservar agua de lluvia, lo que permite sobrevivir durante largos períodos de tiempo en condiciones de sequía, por lo tanto el exceso de agua y temperaturas por debajo de los 10 °C son dos enemigos naturales. Después de tres años de vida de la planta, el gel contenido está al máximo de su contenido nutricional. En la Figura 12 se presenta un corte de la hoja del *Aloe vera*.



Figura 12: *Aloe vera*

La savia es un líquido acuoso con un sabor amargo, acumulado en células secretoras que envuelven la región cribosa. La estructura de la hoja se basa en un núcleo gelatinoso y transparente envuelto con una fina capa líquida de color amarillo (acábar), y todo esto protegido por la corteza verde externa (Castillo, 2008). En la Figura 13 se puede observar la estructura de una hoja de *Aloe vera*, y se detalla el Acábar, el Gel y la Concha de la misma.



Figura 13: Estructura de una hoja de Aloe Vera.

PDVSA- Intevp realizó un estudio de los polisacáridos naturales extraídos del *Aloe vera* como una fuente de inhibidor de incrustaciones, logrando resultados de alta efectividad, en muchos casos por encima de los comerciales existentes hoy en día. Dicho producto fue bautizado como INTAV™ (Intevp *Aloe vera*), el cual definieron como concentración óptima de aplicación 2000 ppm de una solución al 15 % en peso de *Aloe vera*.

Los polisacáridos son los agentes anti-incrustantes presentes en el gel de *Aloe vera*. Su estructura fue obtenida a través de estudios cromatográficos, análisis composicional de carbohidratos, análisis de enlaces y estudios de resonancia magnética nuclear; esta se muestra en la Figura 14. (Mata, 2007).

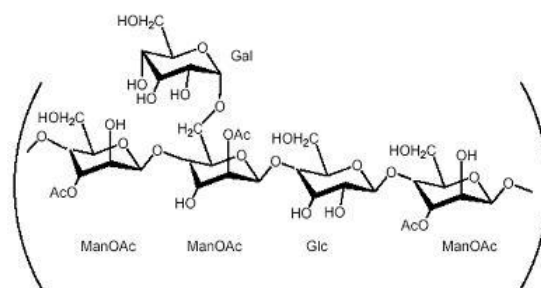


Figura 14. Estructura del Polisacárido del Gel de Aloe Vera.

El mecanismo de inhibición de incrustación del INTAV™, viene asociado a la propiedad que tienen los polisacáridos para formar geles en fase acuosa al interactuar con cationes divalentes, particularmente con el calcio, mecanismo conocido con el

nombre de Caja de Huevo (Figura 15), (Iain, 1989). Además, el inhibidor natural interviene en el proceso de formación de los cristales de carbonato de calcio alterando su morfología haciéndolos menos incrustantes.

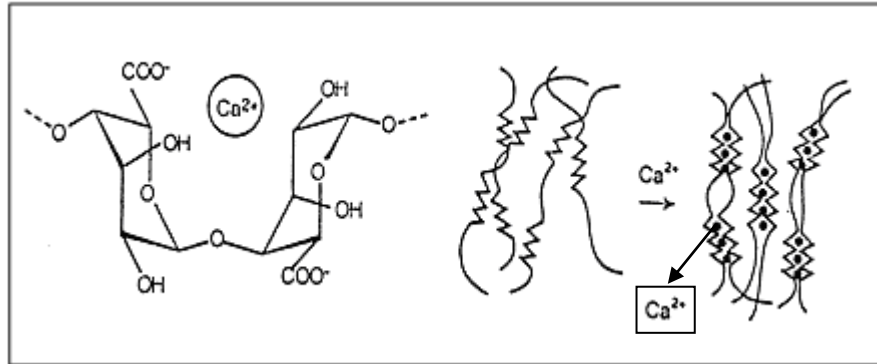


Figura 15. Modelo de Caja de Huevo.

CAPÍTULO III

MARCO METODOLÓGICO

En esta sección se detallan minuciosamente cada uno de los aspectos relacionados con la metodología empleada para alcanzar los objetivos propuestos en este trabajo especial de grado. A continuación se presenta un breve esquema, siguiendo el lineamiento de los objetivos específicos y posteriormente se describe de manera detallada los procedimientos y técnicas para alcanzar los mismos.

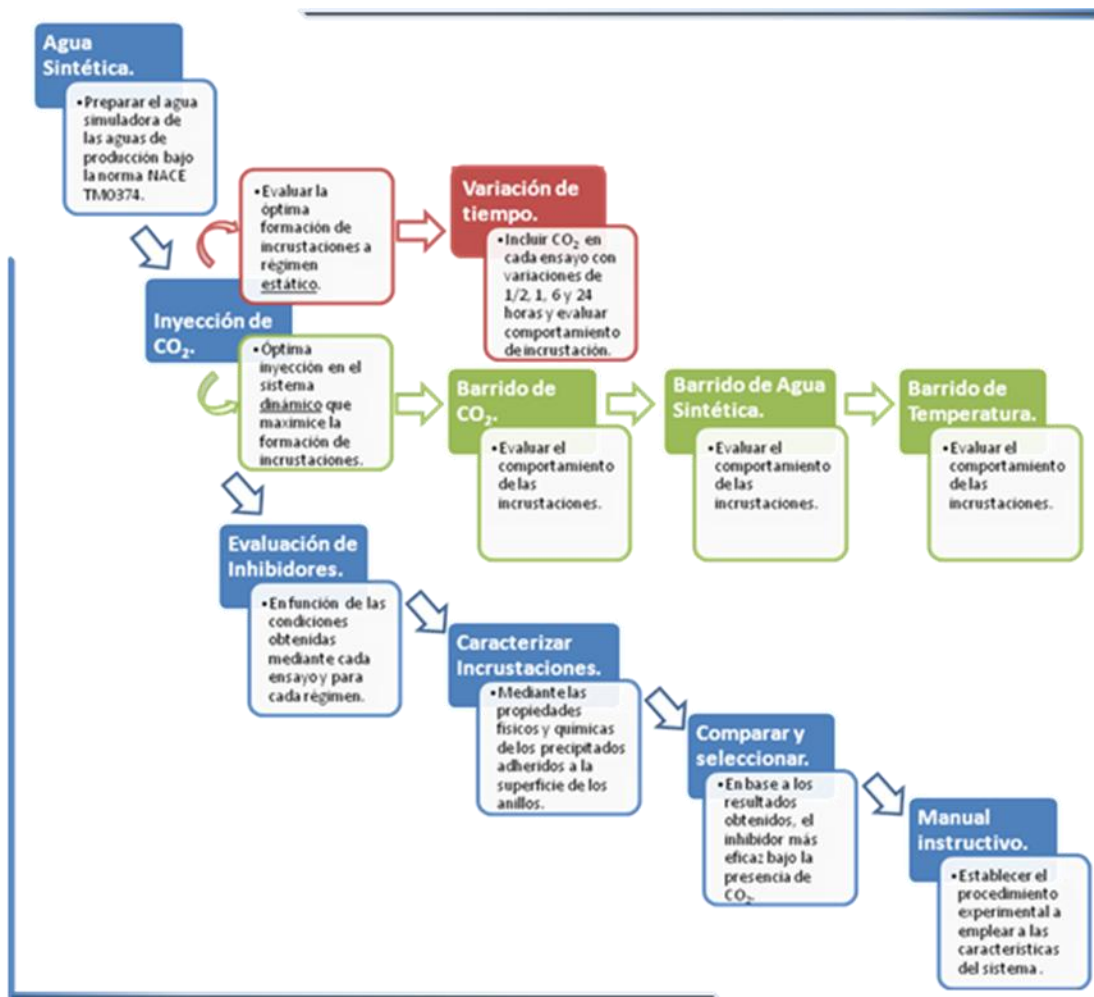


Figura 16. Esquema de la Metodología a emplear.

Es de suma importancia destacar que el presente trabajo se constituyó como continuación del trabajo especial de grado de *López y Rojas* realizado en el 2010, del cual surgió la necesidad de incorporar dióxido de carbono (CO₂) al sistema, estableciendo las variables y parámetros lo más cercanamente posible a la realidad, permitiendo así entender y analizar el comportamiento y adaptabilidad del fenómeno de incrustaciones en los casos más extremos y críticos de formación. Por todo esto que la metodología expuesta se rige por los parámetros determinados y establecidos previamente (*López y Rojas, 2010*), entre los cuales se pueden mencionar el número de anillos Pall 5/8" a emplear (20 anillos), flujo de agua sintética en el sistema dinámico (30 L/min) y la temperatura del sistema (50 ± 1 °C), teniendo como innovación del presente trabajo la incorporación del dióxido de carbono (CO₂), cuyo valor de flujo es especificado por la Norma Internacional NACE TM-0374 el cual es de 250 mL/min.

Por otra parte se acota que para los barridos de flujo de CO₂, agua sintética y temperatura se establecieron puntos por encima y por debajo de los favorables mencionados con anterioridad, para establecer rangos que permitieran comparar y analizar posteriormente los resultados obtenidos.

3.1.- Preparar Agua Sintética con Propiedades Físicas y Químicas similares al Agua de Producción bajo los lineamientos de la Norma NACE TM-0374.

En principio fue necesario obtener el agua sintética que permitiera cumplir con el primer objetivo propuesto, dicha agua fue preparada bajo las especificaciones de la Norma Internacional NACE TM-0374, la cual detalla los reactivos y procedimientos necesarios para obtener de forma óptima el agua sintética, para que así esta cumpla con las condiciones necesarias de dureza, conductividad, alcalinidad y pH que le confiere las características necesarias para simular las aguas formadas en los pozos de producción.

Cabe acotar que dicha Norma establece dos pruebas bien considerables de precipitados, la de Sulfatos de Calcio (CaSO₄) y la de Carbonato de Calcio (CaCO₃),

que para este caso de estudio, solo se tomó en cuenta la segunda (CaCO_3) por ser la de mas fácil síntesis y además es la sal que favorece en mayor proporción la formación de incrustaciones.

El agua sintética está conformada por dos soluciones, la primera rica en iones Ca^{++} , Mg^{++} y Na^+ y la segunda provista de iones bicarbonato (HCO_3^-). Finalmente dichas soluciones fueron mezcladas en igual proporción (50% de c/u), obteniendo así el agua sintética simuladora de las aguas de producción. A continuación en la Tabla 7, se presenta la composición química de dicha agua.

Tabla 7. Composición Química del Agua Sintética a implementar en las Pruebas de Precipitación de Carbonato de Calcio, según la Norma NACE TM-0374.

Solución N° 1	12, 15 g/L $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ * 3,68 g/L $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 33,00 g/L NaCl
Solución N° 2	7,36 g/L NaHCO_3 33,00 g/L NaCl

* Por estequiometría se obtiene que el contenido aproximado de calcio en la solución N° 1 es de 3310 ppm.

3.2.- Evaluar el Comportamiento de las Incrustaciones en Régimen Estático mediante la inclusión de CO_2 a diferentes períodos de tiempo.

En primer lugar se presenta una breve descripción del equipo empleado para llevar a cabo los ensayos en régimen estático:

3.2.1.- Equipo empleado para llevar a cabo los ensayos en régimen estático.

- Estufa de calentamiento donde se efectuaron los ensayos de incrustación a una temperatura de $50 \pm 1^\circ\text{C}$.
- Celdas de vidrio que contenían los anillos Pall (superficie de hierro donde se efectuó la deposición de minerales) con el agua sintética.

➤ Bombona de CO₂ de 40 litros de capacidad conformado con manómetros de baja y alta, y un conjunto de tuberías que permitió el ingreso de dicho gas al sistema de formación de incrustaciones.

3.2.2.- Procedimiento para las pruebas de incrustaciones en régimen estático.

Las pruebas en régimen estático se realizaron con el objetivo de analizar el efecto de las variables establecidas por la norma (temperatura, concentración y tiempo) sobre la formación de incrustaciones, mediante la deposición de los minerales sobre los anillos Pall, generándose un área determinada de incrustaciones conformados en su mayoría por carbonato de calcio. Estas pruebas tuvieron una duración de 1 día (24 horas) y fueron realizadas en el Laboratorio de Operaciones Unitarias ubicado en las instalaciones de la Escuela de Ingeniería Química, Facultad de Ingeniería, Universidad Central de Venezuela.

Para las pruebas en estado estático, se siguieron los parámetros establecidos en la Norma Internacional NACE TM-0374, la cual dicta que el gas deberá ser burbujeadado dentro de los recipientes a razón de 250 mL/min por 30 mín, así como los parámetros determinados en estudios preliminares en cuanto al número recomendable de anillos Pall (20 anillos) a emplear y el volumen de solución (500 mL) (López y Rojas, 2010).

El proceso de acondicionamiento previo de los anillos será descrito en el “Apéndice 1.A”. Es necesario mencionar que los anillos debieron pesarse antes y después de realizada cada prueba, para así establecer la relación entre la masa de los anillos con y sin incrustaciones para los análisis pertinentes como se muestra en la Ecuación 12.

$$R_{\text{INCRUSTACIÓN}} = \frac{\text{Masa.Inicial.de.Anillos}}{\text{Masa.Final.de.Anillos}} \quad \text{Ecuación 12}$$

A continuación se detalla el procedimiento empleado para realizar los ensayos en régimen estático:

- Al inicio de cada prueba se introdujeron los 20 anillos en la celda de vidrio y se agregaron los 500 mL de agua sintética previamente mezclada (250mL de cada solución).
- En primer lugar se estableció una prueba en blanco con el fin de obtener el ensayo referencial de incrustaciones, dicha prueba no contó con la inserción del CO₂.
- Seguidamente se efectuó el siguiente ensayo a las mismas condiciones pero con la adición del dióxido de carbono (CO₂), el cual fue incluido al sistema haciendo burbujear dicho gas dentro del recipiente a una tasa de 250 mL/min por el tiempo establecido en el ensayo correspondiente.
- Una vez finalizado el ensayo, se retiró el agua sobrante lo más pronto posible para evitar que ocurriera el fenómeno de redisolución de los carbonatos de calcio precipitados. Esta agua fue depositada en envases de plástico para su posterior análisis.
- Los anillos fueron trasvasados de forma cuidadosa e ingresados a la estufa a una temperatura aproximada de 60 °C por un período de 24 horas, con la finalidad de destruir los cristales formados y de esta forma evidenciar que estructura cristalina de carbonato se generó.
- Transcurrido dicho tiempo en la estufa, se esperó que disminuyera la temperatura de los anillos y finalmente se reportó el valor del peso final.

3.2.3.- Ensayos con inclusión de CO₂ a variaciones de ½, 1, 6 y 24 horas para evaluar el comportamiento de las incrustaciones.

Se realizaron pruebas en régimen estático con inyección continua de CO₂ por ½, 1, 6 y 24 horas con el objeto de comparar y analizar la diferencia que pudieran existir entre estos. Cabe acotar que el flujo de gas se mantuvo en 250 mL/min y que igualmente se mantuvo el procedimiento descrito con anterioridad. A continuación, en la Tabla 8 se muestran los ensayos realizados.

Tabla 8. Ensayos de Incrustación a Régimen Estático.

Nº de Ensayo	Temperatura de operación (°C)	Volumen de Agua Sintética (mL)	Flujo de CO ₂ (mL/min)	Tiempo de inyección de CO ₂ (h)
1	50 ± 1	500	250	½ (Por Norma)
2	50 ± 1	500	250	1
3	50 ± 1	500	250	6
4	50 ± 1	500	250	24

Es necesario indicar que las pruebas fueron realizadas por duplicado con el objeto de verificar y garantizar la repetitividad de los parámetros físico-químicos que favorecen la formación de incrustaciones en superficies de hierro.

3.3.- Evaluar el Comportamiento de las Incrustaciones en Régimen Dinámico mediante la Inclusión de CO₂.

En primer lugar se presenta una breve descripción del equipo empleado para llevar a cabo los ensayos en régimen dinámico:

3.3.1.- Equipo empleado para llevar a cabo los ensayos en régimen dinámico.

El equipo implementado para llevar a cabo los ensayos en estado dinámico, estuvo constituido por materiales que no representan riesgos de alteración a las pruebas que fueron realizadas, además de hacer más factible, en términos económicos, los ensayos de incrustación. El proceso de puesta en marcha de este equipo de ensayos dinámicos será descrito más adelante. A continuación se presentan los elementos constituyentes del sistema mencionado:

- Tanque de vidrio Pirex® (TK-201) con capacidad de 15 L, donde se vierten cada una de las soluciones que finalmente conforman el agua sintética simuladora de las aguas de producción.
- Dos (2) bombas centrífugas modelo Pedrollo (P-201 y P-202) de 1/2 HP de potencia, una para impulsar el agua sintética a través de todo el sistema y la otra acoplada para el sistema de calentamiento.
- Todo el sistema está constituido por líneas de tubería de policloruro de vinilo (PVC) de 1 pulgada de diámetro nominal, cedula 80, y con una longitud total de 16 m.
- Un (1) Rotámetro (R-201) para líquido, el cual está graduado en un rango comprendido entre cero (0) a cien (100) L/min. Dicho rotámetro es utilizado para verificar el flujo de agua sintética que estará circulando por el sistema.
- Una (1) válvula de globo de acero inoxidable (V-202), a la entrada del rotámetro (R-201) que permite controlar la velocidad de flujo.
- Dos (2) válvulas tipo esfera de acero inoxidable distribuidas en el equipo, una para abrir y/o cerrar el paso a la recirculación (empleada junto con la válvula de globo para calibrar el rotámetro) y la otra para la purga o drenaje del sistema (V-201 y V-203).
- El espacio destinado para introducir los anillos Pall donde se dio a lugar el fenómeno de incrustación, consta de un tramo de tubería de plexiglás transparente de dos (2) pulgadas de diámetro (St-201). Dicha tubería consta además, de dos (2) rejillas o mallas de acero inoxidable de 200 Mesh ubicadas en la salida, cuya función es retener las partículas originadas del proceso de incrustación evitando así que circulen por el sistema y lleguen a la bomba (P-101) ocasionando taponamientos u obstrucciones en ella o en el peor de los casos, su avería.
- Un (1) Tanque de aluminio (TK-102) con capacidad de 75 L, donde se almacena el agua desmineralizada previamente obtenida del proceso de

desionización explicado en el “Apéndice 1.B”, y que a su vez fue empleada tanto en el sistema de calentamiento como en la preparación de las soluciones.

- Un (1) Tanque de calentamiento de aluminio (TK-202) recubierto con lona aislante y provisto con una (1) resistencia para calentar el fluido, un (1) termostato para regular la temperatura del agua y un (1) termómetro para realizar las mediciones necesarias de temperatura. el tanque esta enlazado a la bomba P-201, cuya función es impulsar el fluido caliente a través del serpentín que está contenido en el tanque TK-201 y luego recircularla al tanque de aluminio TK-202 para culminar su recorrido.
- Se empleó un pHmetro de campo marca METTLER TOLEDO modelo MP 220, para realizar las mediciones correspondientes.
- Se cuenta con una planta de agua desmineralizada, en la cual se trató el agua cruda o agua natural (provista de iones y minerales), para la producción del agua desionizada que fue la base para la preparación del agua sintética así como su implementación en el sistema de calentamiento. El procedimiento de puesta en marcha de esta planta, así como los equipos que la constituyen, serán descritos en la “Apéndice 1.B” por medio de un manual de operación y en la Figura 17 se observa el Diagrama de Flujo del Proceso de una planta de agua desmineralizada.

En la Figura 18, se presenta el Diagrama de Flujo del equipo dinámico en el cual se llevarán a cabo los ensayos.

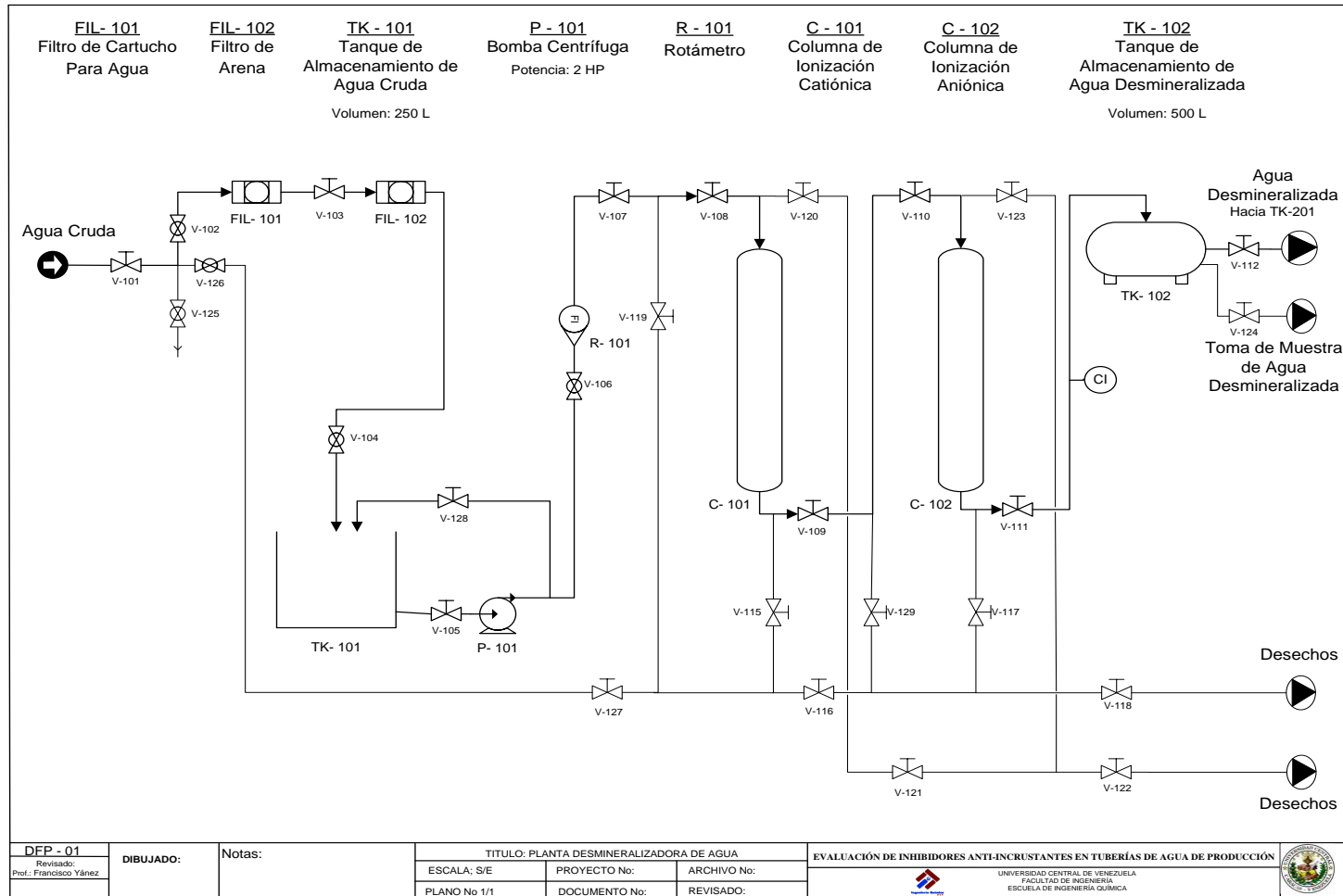


Figura 17. Diagrama de flujo de proceso de la planta desmineralizadora de agua.

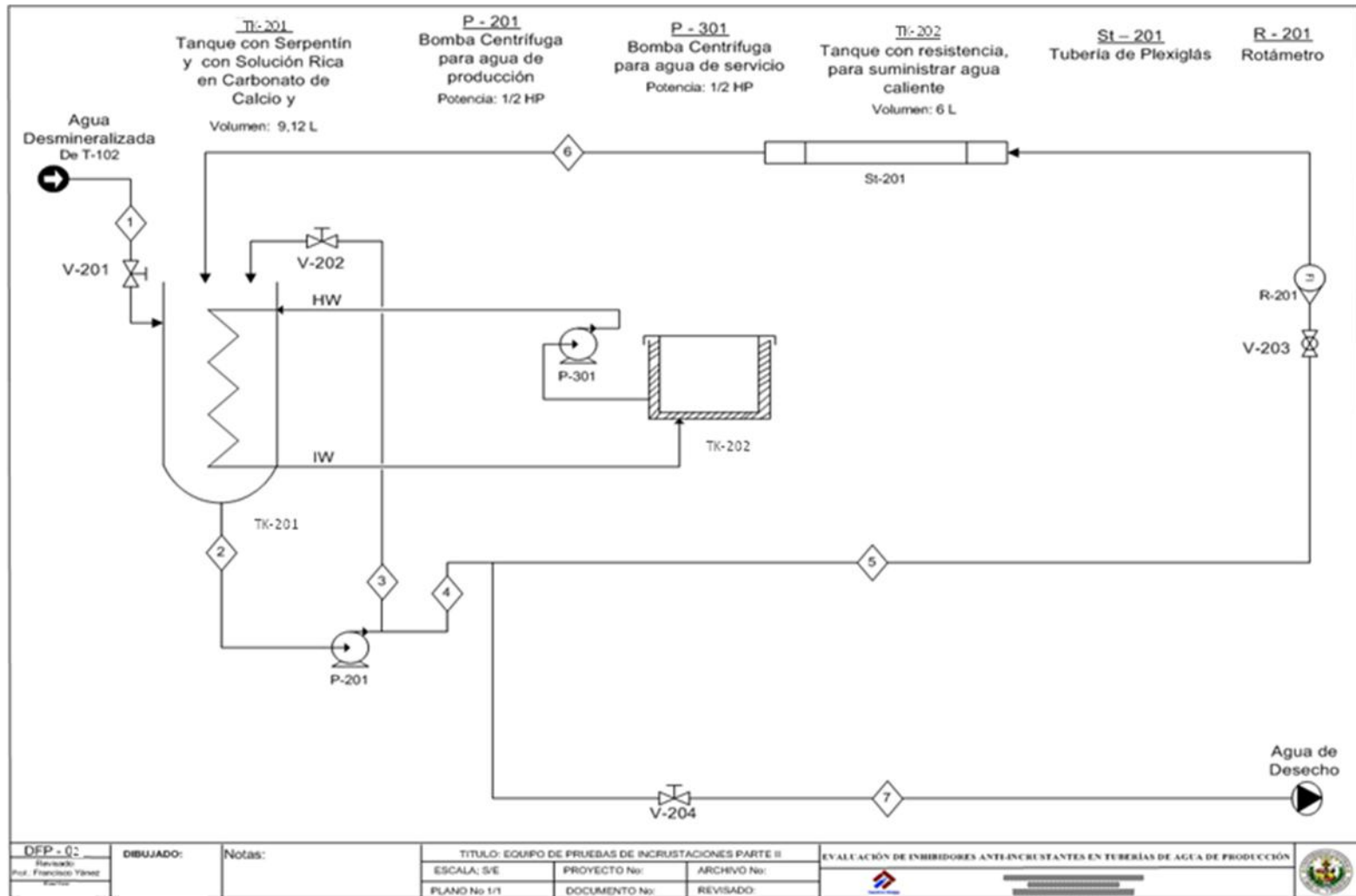


Figura 18. Diagrama de flujo de proceso del sistema a implementar para llevar a cabo la formación de incrustaciones.

3.3.2.- Procedimiento para las pruebas de incrustaciones en régimen dinámico.

1. Comprobar que todas las válvulas del sistema estén cerradas, excepto la válvula de retorno V-202, que fue manipulada previamente para calibrar el rotámetro R-201, y que siempre se mantendrá semi-abierta.
2. Verificar el nivel de agua desmineralizada en el tanque TK-102, el cual debe estar como mínimo lleno un 50%, si no se debe producir nueva agua.
3. Abrir la válvula V-201 para dar comienzo al llenado del tanque TK-201.
4. Al tener el tanque TK-201 lleno en un 20% se procede a cerrar la válvula V-201.
5. Se vierten las soluciones 1 y 2, que formarán en definitiva el agua sintética simuladora de las aguas de producción, preparadas con anterioridad según la Norma NACE TM-0374; se toma muestra de esta agua inicial para estudios posteriores.
6. Abrir la válvula V-201 para completar el 75% de agua sintética en el tanque TK-201.
7. Desprender la tubería de plexiglás para introducir los anillos Pall previamente lavados, removiendo la unión U-203, U-205, de esta forma se retira el tubo de prueba y se procede a desprender la unión U-204 para introducir los anillos.
8. Colocar la sección de tubería nuevamente en su lugar para comenzar la prueba.
9. Encender la bomba P-201 para hacer circular el agua sintética por todo el sistema en estudio.
10. Realizar el encendido de la resistencia y fijar el valor deseado de temperatura mediante la manipulación del termostato, finalmente encender la bomba P-202 que permite la circulación del agua de calentamiento.

11. Fijar el caudal de agua con el rotámetro R-201, manipulando la válvula V-203, garantizando un caudal acorde a la prueba a realizar, esto dependerá del flujo con el que se desea trabajar o el flujo óptimo previamente determinado.
12. El equipo se deja trabajando por un período de tiempo de 24 horas para cumplir con los objetivos planteados en dicha investigación, garantizando la deposición de minerales y por tanto un buen porcentaje de incrustación en los anillos.
13. Luego de transcurrido el tiempo de trabajo del equipo, se apagan las bombas P-201 y P-202, así como la resistencia y se toma muestra del agua para estudios posteriores.
14. Abrir la válvula V-204, para desechar el agua del tanque y de la tubería por diferencia de gravedad.
15. Desprender la tubería de plexiglás con sumo cuidado para extraer los anillos Pall ya incrustados, removiendo la unión U-203, U-205, de esta forma se retira el tubo de prueba y se procede a desprender la unión U-204 para obtener los anillos y realizar los análisis pertinentes.
16. Se coloca el tubo de prueba en su lugar.

Finalmente se realiza el lavado del equipo como se describe en el “Apéndice 1.D”, para dejarlo acondicionado para las pruebas siguientes. En la Figura 19 incorporada en los anexos del presente trabajo, se puede observar el diagrama de flujo de proceso (DFP-02), el cual muestra el sistema de incrustaciones a ser implementado para realizar los ensayos correspondientes.

3.3.3.- Determinar el punto favorable de inyección de CO₂ en el sistema dinámico que maximice la formación de incrustaciones mediante la modificación del equipo existente.

Para determinar dicho punto se tomaron tres sitios del sistema, como fueron la entrada al tanque TK-201, la salida de la bomba P-201 y la entrada al rotámetro R-201. Dichos puntos de inyección son determinantes debido a que son los sitios de

mayor turbulencia, lo cual es necesario para lograr que el CO₂ inyectado se mantenga mezclado con el agua sintética el mayor tiempo posible y que de esta manera promueva la formación y precipitación de carbonatos para su posterior estudio. De esta manera se efectuaron mediciones de pH en cada ensayo para un total de 6 horas, con la razón de identificar el punto de inyección en el que se obtuvieron los menores valores de pH para el tramo inicial de mediciones, lo que se traduce como el punto en que mayor cantidad de iones bicarbonato ($2(\text{HCO}_3^-)$) se tuvieron en solución, luego un aumento de pH para la etapa final de mediciones implicando una unión de dichos iones bicarbonato con los iones calcio presentes en solución.

El proceso de medición de pH se detalla en el “Apéndice 1.C”.

3.4.- Ensayos a Régimen Dinámico con Barrido de flujo de CO₂ a fin de Evaluar el Comportamiento de las Incrustaciones.

En estas pruebas se estipularon barridos de flujos de CO₂ manteniendo los parámetros de flujo de agua sintética y temperatura constantes. A continuación se muestra en la Tabla 9 el procedimiento empleado para llevar a cabo dicho barrido de flujo de gas.

➤ Es primordial acotar que se tomó un punto por debajo y uno por encima del valor de flujo especificado por la Norma Internacional NACE TM-0374 el cual es de 250 mL/min. De esta manera se establecieron a priori valores de 200 mL/min y 300 mL/min con un tiempo de inyección de 30 minutos y un tiempo total de cada ensayo de 24 horas.

Tabla 9. Ensayos de Incrustación a Régimen Dinámico con Barrido de Flujo de CO₂.

Nº de Ensayo	Cantidad de Anillos Pall 5/8"	Flujo de CO ₂ (mL/min)	Flujo de Agua Sintética (L/min)	Temperatura de operación (°C)	Tiempo de inyección de CO ₂ (h)
1	20	200	30	50 ± 1	Óptimo de las estáticas
2	20	250	30	50 ± 1	Óptimo de las estáticas
3	20	300	30	50 ± 1	Óptimo de las estáticas

➤ Se realizó cada una de las pruebas obteniendo resultados definitivos de incrustación, los cuales fueron analizados según la superficie que presentara mayor porcentaje de deposición de sales, determinando finalmente el flujo óptimo de inyección de CO₂.

3.5.- Ensayos a Régimen Dinámico con Barrido de Flujo de Agua Sintética a fin de Evaluar el Comportamiento de las Incrustaciones.

Para estas pruebas se estipularon barridos de flujos de agua sintética manteniendo los parámetros de temperatura y flujo óptimo de CO₂ constantes. A continuación se muestra en la Tabla 10 el procedimiento empleado para llevar a cabo dicho barrido de flujo agua.

➤ Se tomó el rango de flujo estipulado por *López y Rojas* en su Trabajo Especial de Grado estableciendo de esta manera valores de 15, 20, 30, 40 y 45 L/min con un tiempo total de cada ensayo de 24 horas.

Tabla 10. Ensayos de Incrustación a Régimen Dinámico con Barrido de Flujo de Agua Sintética.

Nº de Ensayo	Cantidad de Anillos Pall 5/8"	Flujo de CO ₂ (mL/min)	Flujo de Agua Sintética (L/min)	Temperatura de operación (°C)	Tiempo de inyección de CO ₂ (h)
1	20	Óptimo determinado	15	50 ± 1	Óptimo de las estáticas
2	20	Óptimo determinado	20	50 ± 1	Óptimo de las estáticas
3	20	Óptimo determinado	30	50 ± 1	Óptimo de las estáticas
4	20	Óptimo determinado	40	50 ± 1	Óptimo de las estáticas
5	20	Óptimo determinado	45	50 ± 1	Óptimo de las estáticas

➤ Se realizó cada una de las pruebas obteniendo resultados definitivos de incrustación, los cuales fueron analizados según la superficie que mayor porcentaje de deposición de sales presentó, para determinar finalmente el flujo óptimo de agua sintética.

3.6.- Ensayos a Régimen Dinámico con Barrido de Temperatura a fin de Evaluar el Comportamiento de las Incrustaciones.

De igual manera que en los dos puntos anteriores, en estas pruebas se estipularon barridos de temperatura manteniendo constantes los parámetros de flujo óptimo de CO₂ y flujo óptimo de agua sintética, previamente determinados.

A continuación se muestra en la Tabla 11 el procedimiento empleado para llevar a cabo dicho barrido de temperatura.

➤ Se tomaron puntos por debajo y por encima del valor de flujo especificado por López y Rojas en su Trabajo Especial de Grado el cual es de 50 ± 1°C. De esta

manera se establecieron a priori valores de 40, 45, 50, 55 y $60 \pm 1^\circ\text{C}$ con un tiempo total de cada ensayo de 24 horas.

Tabla 11. Ensayos de Incrustación a Régimen Dinámico con Barrido de Temperatura.

Nº de Ensayo	Cantidad de Anillos Pall 5/8"	Flujo de CO ₂ (mL/min)	Flujo de Agua Sintética (L/min)	Temperatura de operación (°C)	Tiempo de inyección de CO ₂ (h)
1	20	Óptimo determinado	Óptimo determinado	40 ± 1	Óptimo de las estáticas
2	20	Óptimo determinado	Óptimo determinado	45 ± 1	Óptimo de las estáticas
3	20	Óptimo determinado	Óptimo determinado	50 ± 1	Óptimo de las estáticas
4	20	Óptimo determinado	Óptimo determinado	55 ± 1	Óptimo de las estáticas
5	20	Óptimo determinado	Óptimo determinado	60 ± 1	Óptimo de las estáticas

➤ Se realizó cada una de las pruebas obteniendo resultados definitivos de incrustación, los cuales fueron analizados según la superficie que mayor porcentaje de deposición de sales presentó, para determinar finalmente temperatura óptima del sistema de incrustación.

Las pruebas se realizaron por duplicado con el objeto de verificar y garantizar la repetitividad de los parámetros físico-químicos que favorecen la formación de incrustaciones en superficies de hierro.

Lograda la optimización de los parámetros principales, quedaron establecidas las condiciones para comenzar el proceso de ensayos de inhibición con los anti-incrustantes seleccionados, los cuales serán mencionados a continuación.

3.7.- Evaluar los Distintos Inhibidores en Función de las Condiciones Obtenidas mediante Ensayos Estáticos y Dinámicos.

El tratamiento químico implementado como medida mitigante de la deposición de minerales, fue la inyección de inhibidores anti-incrustantes, evaluando su desenvolvimiento, mecanismo, eficiencia, en qué condiciones se favorece y como evitan o aminoran la deposición de minerales en los anillos Pall. Cumpliendo con lo descrito, se establecieron ensayos en estado estático y dinámico implementando las condiciones óptimas alcanzadas en las pruebas anteriores, tanto de flujo, como de la cantidad de anillos. Se emplearon cuatro (4) inhibidores, los cuales se adaptan teóricamente a las condiciones y propiedades fisicoquímicas en las cuales se generan las incrustaciones, dos (2) de estos inhibidores son inorgánicos y dos (2) son orgánicos. Cada uno de estos inhibidores fue agregado en una proporción (2000 ppm) bajo la cual se avaló, mediante trabajos preliminares, como concentración óptima a la cual actúan dichos agentes químicos. Los inhibidores aplicados se indican e identifican a continuación en la Tabla 12.

Tabla 12. Tipos de Inhibidores implementados para mitigar la Formación de Incrustaciones en los Ensayos Estáticos y Dinámicos.

Tipo de Inhibidor	Nombre
ORGÁNICO	Aloe Vera al 15% p/p (INTAV TM)
	Extracto de aceite de Mango.
SINTÉTICO	Bi-Fosfato.
	Tri-Fosfato.

3.7.1.- Ensayos estáticos y dinámicos con inclusión de los inhibidores en presencia de CO₂.

En la Tabla 13 se presentan los ensayos realizados con inclusión de CO₂.

Tabla 13. Ensayos con Inclusión de Inhibidores de Incrustación en presencia de CO₂ para cada Régimen Establecido.

Régimen	Inhibidor	Flujo de CO₂ (mL/min)	Flujo de Agua Sintética (L/min)	Temperatura de operación (°C)	Tiempo de inyección de CO₂ (h)
Estático	INTAV™	Óptimo determinado	---	Óptima determinado	Óptimo determinado
	Extracto de aceite de Mango	Óptimo determinado	---	Óptima determinado	Óptimo determinado
	Bi-Fosfato	Óptimo determinado	---	Óptima determinado	Óptimo determinado
	Tri-Fosfato	Óptimo determinado	---	Óptima determinado	Óptimo determinado
Dinámico	INTAV™	Óptimo determinado	Óptimo determinado	Óptima determinado	Óptimo determinado
	Extracto de aceite de Mango	Óptimo determinado	Óptimo determinado	Óptima determinado	Óptimo determinado
	Bi-Fosfato	Óptimo determinado	Óptimo determinado	Óptima determinado	Óptimo determinado
	Tri-Fosfato	Óptimo determinado	Óptimo determinado	Óptima determinado	Óptimo determinado

Todos los ensayos se realizaron bajo las condiciones óptimas alcanzadas en las experiencias previas, de esta manera solo se muestra en la Tabla 13, una enumeración breve de las pruebas.

3.8.- Caracterizar Física y Químicamente los Precipitados Adheridos a la Superficie de los Anillos Pall de 5/8” antes y después de realizados los Ensayos en presencia de Inhibidores.

Fue necesario estudiar las características de los depósitos formados en la superficie de los anillos Pall antes y después de implementar la inyección de inhibidores anti-incrustantes, para efectuar el análisis pertinente de las estructuras formadas y así

poder comprender la manera en que actuó cada inhibidor, determinando finalmente la eficiencia de los mismos. Para llevar a cabo dicha caracterización se realizaron estudios analíticos de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y cálculo de calcio por titulación con EDTA el cual es un método elemental para calcular la cantidad de minerales o elementos en una muestra.

3.9.- Comparar y Seleccionar en Base a los Resultados Obtenidos, el Inhibidor más Eficaz bajo la Presencia de CO₂ a las Condiciones Críticas Determinadas.

Una vez realizados los estudios analíticos mencionados anteriormente, fue necesario comparar los resultados arrojados por cada inhibidor en régimen estático y dinámico, seleccionando de esta manera el más eficiente.

3.10.- Realizar un Manual Instructivo que Establezca el Procedimiento Experimental a emplear junto con las Características del Sistema y que Fomente el Estudio del Uso de Inhibidores para Evitar el Fenómeno de Incrustación en Tuberías de Agua de Producción.

Como aporte de este trabajo especial de grado, se realizó un manual instructivo de fácil comprensión y aplicabilidad, donde se detalló el procedimiento experimental de cada uno de los ensayos realizados e incluso los métodos analíticos empleados para obtener los resultados pertinentes, de manera tal que el usuario este en la capacidad de realizar con éxito dichos ensayos.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos con la discusión de las experiencias realizadas bajo el esquema metodológico establecido, con la finalidad de cumplir con todos los objetivos y alcances propuestos en el presente Trabajo Especial de Grado.

En primer lugar se muestran los resultados de los ensayos realizados en régimen estático, seguido de los obtenidos en flujo continuo de operación o estado dinámico, posteriormente los resultados en presencia de tratamientos químicos empleados como inhibidores y luego como removedores de incrustaciones, bajo los mismos regímenes de trabajo. Finalmente se presenta el análisis de los resultados obtenidos por Microscopía Electrónica de Barrido y Espectroscopia de Energía Dispersiva, los cuales permiten soportar la discusión de resultados.

4.1.- Condición Óptima de Formación de Incrustaciones.

Con el propósito de estudiar las condiciones que favorecen la mayor deposición de las incrustaciones sobre la superficie de los anillos Pall, en presencia de agua sintética producida según la norma NACE TM-0374, se realizaron barridos de cada una de las variables tanto en régimen estático como en dinámico.

Los resultados serán presentados mediante dos gráficas características. La primera ilustra la relación de incrustación en función de cada variable estudiada, dicha relación establece la masa inicial de los anillos sin incrustación entre la masa final de los anillos incrustados, como lo muestra la Ecuación 12. La segunda muestra la concentración final de calcio presente en solución en función de cada variable estudiada.

4.1.1.- Condiciones favorables de formación de incrustaciones a régimen estático.

En estado estático y manteniendo la premisa de los resultados obtenidos por *López y Rojas*, se conservaron las condiciones determinadas de temperatura, cantidad de anillos, duración de cada ensayo y volumen de agua sintética. Además, se incorporó dióxido de carbono (CO_2) como innovación del presente Trabajo Especial de Grado, realizando pruebas bajo el presente régimen con inclusión de CO_2 en función del tiempo. En la Figura 19 se puede observar el montaje del ensayo en régimen estático con inclusión de CO_2 en el interior de la estufa.



Figura 19. Pruebas en Estado Estático con Inclusión de CO_2 .

4.1.1.1.- *Comportamiento de las incrustaciones en régimen estático.*

La condición de régimen estático favorece la formación de incrustaciones, debido a que medios poco turbulentos no generan perturbaciones significativas, facilitando así el proceso de nucleación y por ende el crecimiento de depósitos con características incrustantes (Castillo, 2008).

En la Figura 20 se muestran los resultados de relación de incrustación en función del tiempo de inclusión de CO_2 a régimen estático, manteniendo en todo momento el flujo de gas en 250 mL/min establecido por la Norma Internacional NACE TM-0374. Cabe acotar que dicha relación de incrustación es una correlación de la masa inicial de los anillos entre la masa final de los anillos incrustados, como lo ilustra la Ecuación 12.

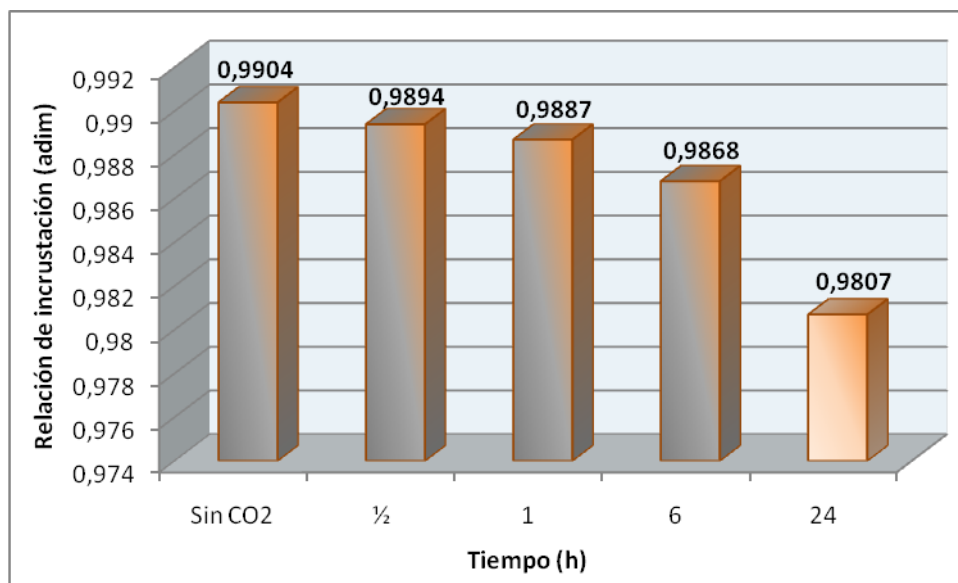


Figura 20. Relación de Incrustación en Función del Tiempo para Inclusión de CO₂ a Régimen Estático.

Se puede observar en la Figura 20, como la relación de incrustación es menor en presencia de CO₂, aseverando así lo expuesto por Oddo y Tomson, donde se plantea la promoción de depósitos incrustantes en una atmósfera de CO₂ y el cual será explicado más adelante. También se puede observar como a medida que aumenta el tiempo de inclusión de CO₂ la relación de incrustación disminuye, resultado esperado, por lo mencionado anteriormente.

Para un tiempo de 24 horas se obtiene la menor relación de incrustación, proporcionando un resultado de 0,9807; lo que indica una mayor cantidad de masa depositada, estableciendo dicho tiempo como el más favorable para la formación de carbonato de calcio sobre la superficie de los anillos Pall. De esta manera, se demuestra que el tiempo de permanencia del CO₂ en el sistema juega un papel fundamental en la formación de incrustaciones, debido a que señala que la mayoría del calcio presente en solución interactuó con los iones bicarbonatos y carbonatos aportados por el CO₂, asegurando de esta manera que gran parte del calcio se deposite en forma de carbonato de calcio.

La presencia de CO_2 incentiva la formación de carbonato de calcio conforme a la premisa teórica ilustrada mediante las ecuaciones 2, 3 y 4, ello, aunado a la condición de régimen estático mencionada anteriormente, establecen las condiciones favorables que promueven la aparición de incrustación sobre la superficie de los anillos Pall.

En la Figura 21 mostrada a continuación, se presenta la gráfica de concentración de calcio en función del tiempo de inclusión de CO_2 , para régimen estático. Dicha concentración fue obtenida para el agua resultante de cada ensayo a través de la titulación con EDTA, por lo tanto la cantidad depositada en la superficie de los anillos Pall es la diferencia entre la concentración inicial (1620 ppm) y la indicada gráficamente.

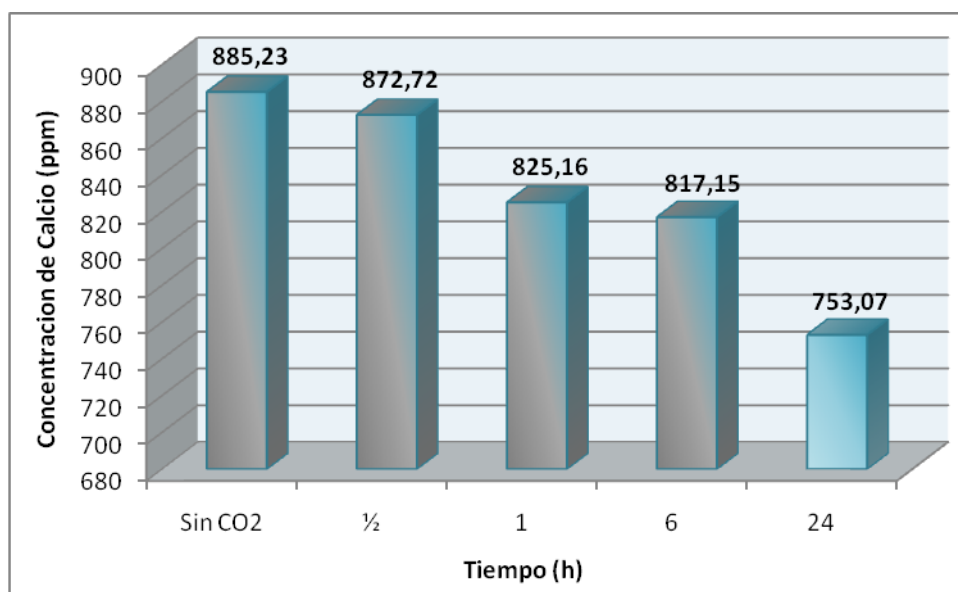


Figura 21. Concentración de Calcio en Función del Tiempo de Inclusión de CO_2 a Régimen Estático.

Se puede observar en la Figura 21, como la concentración de calcio en el agua sintética final es superior en ausencia de CO_2 , que en presencia del referido gas, corroborando los resultados presentados en la Figura 20. De igual manera se observa como a medida que aumenta el tiempo de inclusión de CO_2 , disminuye la concentración de calcio presente en el agua sintética, obteniendo como menor valor 753,07 ppm, derivado del ensayo de 24 horas. Con estos resultados se demuestra que

con un aumento en la concentración de CO_2 , promueve la formación y deposición de las sales de carbonato de calcio en el sistema.

Este fenómeno puede ser explicado mediante la Ecuación 13.

$$Pk_{s(\text{CaCO}_3)} = [\text{Ca}^{2+}][\text{HCO}_3^-]^2 \quad \text{Ecuación 13}$$

Donde:

$^{P}k_{s(\text{CaCO}_3)}$: Producto de Solubilidad del Carbonato de Calcio.

$[\text{Ca}^{2+}]$: Concentración de iones Calcio.

$[\text{HCO}_3^-]$: Concentración de iones Bicarbonato.

De tal manera, que al comparar el valor de $^{P}k_{s(\text{CaCO}_3)}$, con el valor de la constante de solubilidad ($^{k}p_{s(\text{CaCO}_3)} = 10^{-8}$ mol/L a 20°C), se originan tres posibles opciones:

Si $^{P}k_{s(\text{CaCO}_3)} < ^{k}p_{s(\text{CaCO}_3)}$ → En este caso no se formará ningún precipitado.

Si $^{P}k_{s(\text{CaCO}_3)} = ^{k}p_{s(\text{CaCO}_3)}$ → La disolución es saturada.

Si $^{P}k_{s(\text{CaCO}_3)} > ^{k}p_{s(\text{CaCO}_3)}$ → En este caso sí se formará un precipitado.

La saturación con CO_2 origina la presencia de gran cantidad de ácido carbónico (H_2CO_3), aportando así iones bicarbonato y carbonato al medio como consecuencia de su disociación, de esta manera, la alta concentración de dichos iones en un medio con presencia de calcio, origina un aumento significativo en el producto de solubilidades, superando de esta manera el valor de la constante de solubilidad, pudiendo ser esta la razón que ocasionó finalmente la precipitación de una mayor cantidad de carbonato de calcio.

De esta manera se sustentan los resultados observados en la Figura 20, donde se obtienen las condiciones favorables de formación de incrustaciones para un tiempo de 24 horas de inclusión de CO_2 , quedando así establecido dicho tiempo como el más

propicio para la obtención de la mayor deposición de carbonato de calcio, dando paso a los ensayos a régimen dinámico.

4.1.2.- Condiciones favorables de formación de incrustaciones a régimen dinámico.

Para el estudio de formación de incrustaciones en flujo continuo de operación, se determinó en primer lugar el punto favorable de inclusión del dióxido de carbono (CO_2) al sistema, estableciendo así tres (3) puntos bien definidos de inyección. Una vez determinado dicho punto favorable de inclusión, se procedió a realizar el barrido de cada una de las variables establecidas, como fueron el flujo de inyección de CO_2 , el caudal de agua sintética y la temperatura de operación.

4.1.2.1.- Punto favorable de inclusión de CO_2 .

Estos ensayos se establecieron para un período de tiempo total de seis (6) horas, tiempo que garantiza que el CO_2 presente en el sistema se mezcle con el agua para formar ácido carbónico (H_2CO_3), el cual se disocia reaccionando posteriormente con el calcio presente en solución; de esta manera se realizaron mediciones de pH cada cinco (5) minutos para la primera hora y luego por cada media hora para las siguientes cinco horas y media ($5 \frac{1}{2}$), obteniendo de esta manera las curvas características de pH para cada punto de inyección, realizando finalmente un gráfico común para todas las curvas características que sirviera de comparación y rápido análisis.

Las localidades escogidas para la inclusión de CO_2 fueron la salida de la bomba P-201, el tanque de vidrio Pyrex TK-201 y la entrada al rotámetro R-201, las cuales se pueden observar en la Figura 22. Estos puntos de inyección fueron seleccionados debido a que son los sitios de mayor turbulencia, lo cual es necesario para lograr que el CO_2 inyectado se mantenga mezclado con el agua sintética el mayor tiempo posible, promoviendo la formación y precipitación de carbonatos para su respectivo estudio.

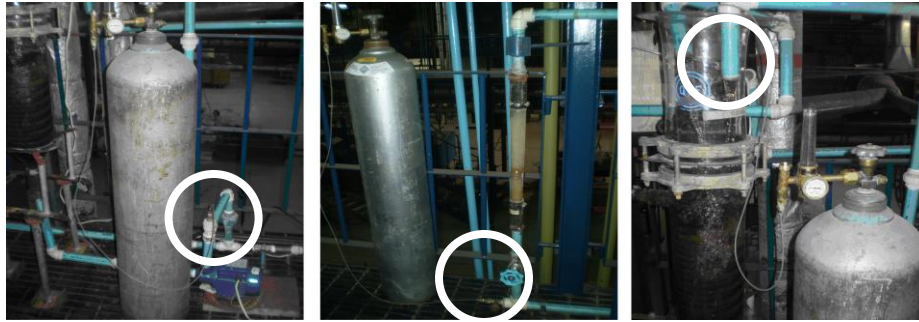


Figura 22. Localidades Escogidas para la Inclusión de CO₂, de Izquierda a Derecha, Salida de la Bomba P-201, Interior del Tanque de Vidrio Pyrex TK-201 y Entrada al Rotámetro R-201.

Logrando obtener el mayor tiempo posible la mezcla agua-CO₂, se consigue la formación del ácido carbónico como lo muestra la Ecuación 2, el cual, al disociarse da lugar a los iones bicarbonato (HCO₃⁻) y carbonato (CO₃⁻²), que al unirse con los iones calcio (Ca²⁺) disueltos en solución permiten la formación del carbonato de calcio (CaCO₃), protagonista y responsable principal del fenómeno de incrustación como se puede apreciar según las Ecuaciones 3 y 4.

A continuación se presenta en la Figura 23, las curvas de pH vs. Tiempo para los puntos de inclusión pH-1, pH-2 y pH-3 correspondientes a la salida de la bomba P-201, la entrada al rotámetro R-201 y el interior del tanque T-201 respectivamente.

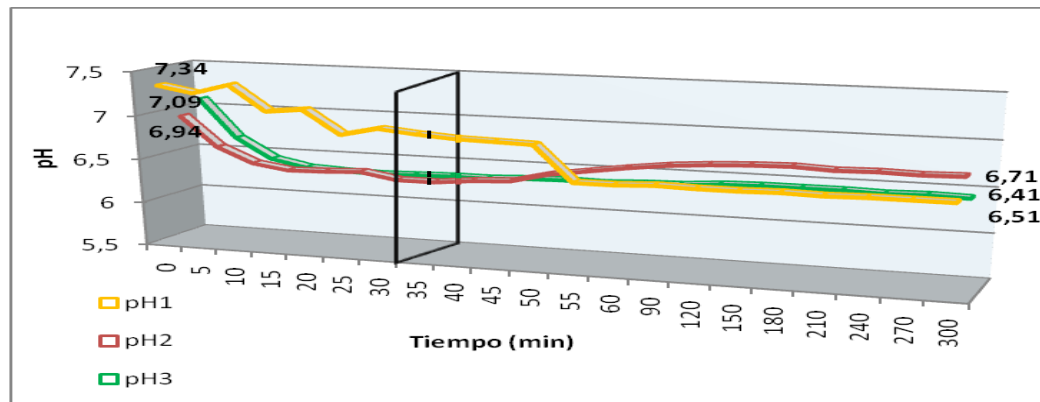


Figura 23. Curvas de pH en función de Tiempo para los Puntos de Inclusión pH-1, pH-2 y pH-3.

En la Figura 23 se puede observar el comportamiento de cada una de las curvas, las cuales arrojan resultados satisfactorios debido a que, en la primera etapa de medición (primeros 30 minutos) de pH, el CO₂ interactúa con el agua formando rápidamente el

ácido carbónico (H_2CO_3), tornándose así más ácido el medio, por lo cual se verifica la disminución de dichos valores de pH.

Para la segunda etapa de mediciones, se observa un incremento en los valores de pH, esto es debido a que el ácido carbónico formado inicialmente se habría disociado en iones bicarbonato y carbonato, como se mencionó con anterioridad, uniéndose definitivamente con los iones calcio disueltos en solución para dar lugar a los precipitados de carbonato de calcio. Finalmente se observa una última etapa donde el pH tiende a mantenerse casi constante, asumiendo que dicho comportamiento es debido a que la mayoría del calcio presente en solución reaccionó para entonces. De esta manera se verifica que la tendencia óptima es aquella que genere valores bajos de pH para la primera etapa (primeros 30 minutos) y un incremento en dichos valores para el segundo tramo.

Se aprecia como la curva de pH-2 perteneciente al punto de entrada al rotámetro R-201 fue la que mejor tendencia tuvo según lo anteriormente descrito, obteniendo como menor valor de pH 6,33 en el primer tramo de mediciones y de 6,71 para el tramo final. Se puede mencionar además, que la curva de pH-1 correspondiente al punto de salida de la bomba P-201 muestra una tendencia menos pronunciada, esto se debe a que era el punto más alejado de inclusión con respecto al punto de medición de pH (interior del tanque TK-201), traducándose así en un mayor tiempo de respuesta; además se observa que el pH no muestra un aumento significativo para el segundo tramo de mediciones, como consecuencia de una baja interacción entre los iones bicarbonato y calcio presentes en solución.

Para la curva de pH-3 correspondiente al interior del tanque TK-201 se observa un comportamiento similar al de la curva pH-1 para el segundo tramo, debido a que dichas mediciones fueron realizadas en el mismo punto en que se efectuaba la inclusión de CO_2 , localidad donde existió una presencia constante de ácido carbónico, el cual mantuvo la acidez del medio.

La selección del punto favorable de inclusión fue soportada además, por la determinación de la relación de incrustación obtenida para cada ensayo, la cual se ilustra a continuación en la Figura 24.

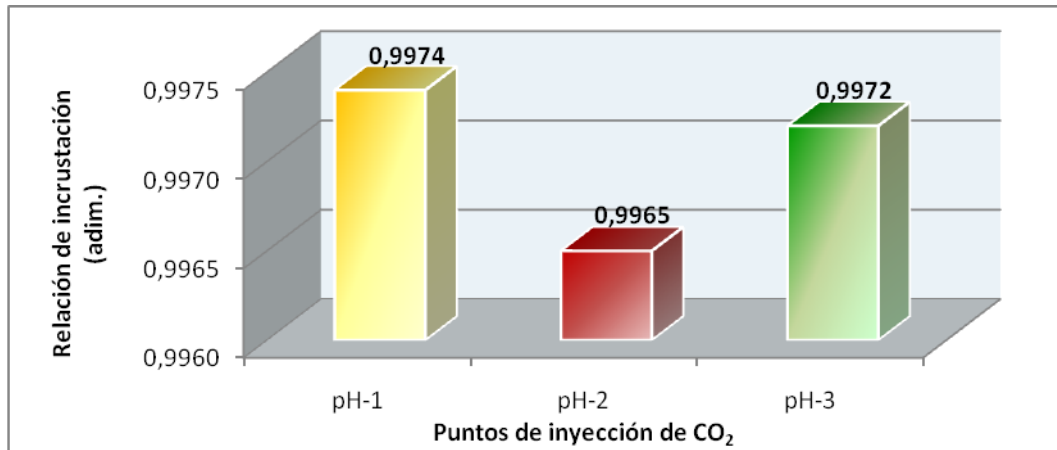


Figura 24. Relación de Incrustación en Función de los Puntos de Inclusión pH-1, pH-2 y pH-3 correspondientes a la Salida de la Bomba P-201 (pH-1), la Entrada al Rotámetro R-201 (pH-2) y el Interior del Tanque T-201 (pH-3) respectivamente.

En la Figura 24 se puede observar como la mínima relación de incrustación se obtuvo para el punto de inclusión a la entrada del rotámetro R-201 (pH-2), registrando un valor de 0,9965; lo que se traduce en una máxima deposición de sales para dicho punto de inyección corroborando así los resultados de medición de pH anteriormente expuestos. De esta manera se determinó el punto a la entrada al rotámetro R-201 como favorable de inclusión de CO₂ al sistema dinámico, para dar paso a los ensayos de barrido de las variables que a continuación se presentan.

4.1.2.2.- Flujo favorable de CO₂.

Evaluando la influencia del flujo de CO₂ en la formación de incrustaciones, se realizó un barrido del mismo, estableciendo como punto de partida el flujo estipulado por la Norma Internacional NACE TM-0374 para la preparación del agua sintética, el cual es de 250 mL/min, tomando un valor por encima y por debajo del valor mencionado, para determinar las condiciones de formación favorables de depósitos de carbonato de

calcio. Dichos resultados se pueden observar en la Figura 23, para flujos de 200 mL/min, 250 mL/min y 300 mL/min.

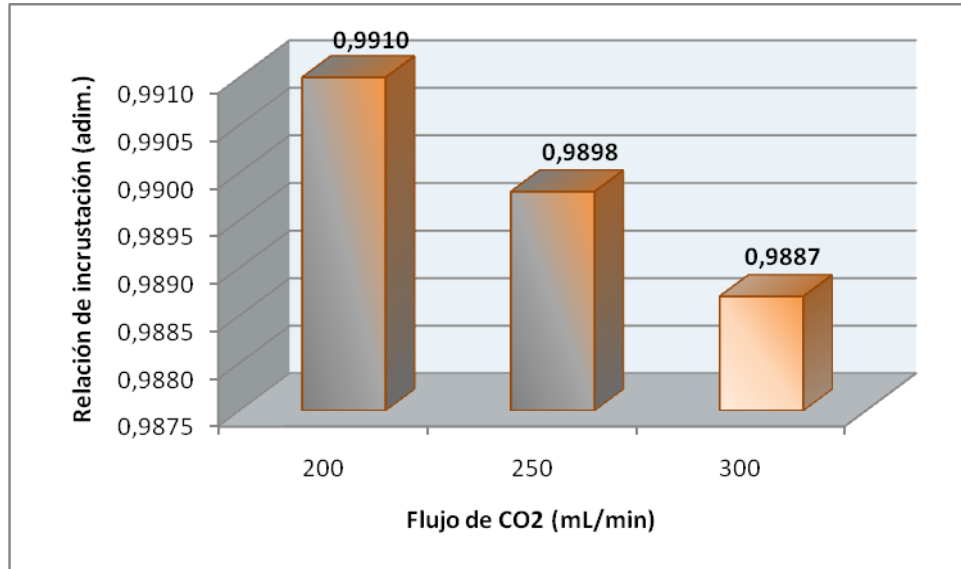


Figura 25. Relación de Incrustación en función del Flujo de CO₂ a Régimen Dinámico.

En la Figura 25 se puede observar como a medida que aumenta el Flujo de CO₂, la relación de incrustación disminuye, siendo este último parámetro inversamente proporcional a la masa de incrustación. Por tal motivo, un mayor flujo de CO₂ en el sistema, produce una mayor deposición de carbonato de calcio y por ende de incrustación, cumpliendo a cabalidad lo expresado en las Ecuaciones 2, 3 y 4.

A pesar de tener como punto base el flujo especificado por la norma NACE TM-0374 estipulado para régimen estático, se realizaron barridos a régimen dinámico, dando como resultado que el flujo que presentó las condiciones favorables de formación de incrustación es a 300 mL/min, reportando un valor de relación de incrustación 0,9887.

Para corroborar los resultados anteriores se realizó un análisis al agua sintética luego de haber transcurrido las 24 horas, para evaluar la concentración de calcio presente en dicha solución. Los resultados obtenidos se pueden observar en la Figura 26, la cual

muestra para régimen dinámico la concentración de calcio en función del flujo de CO_2 .

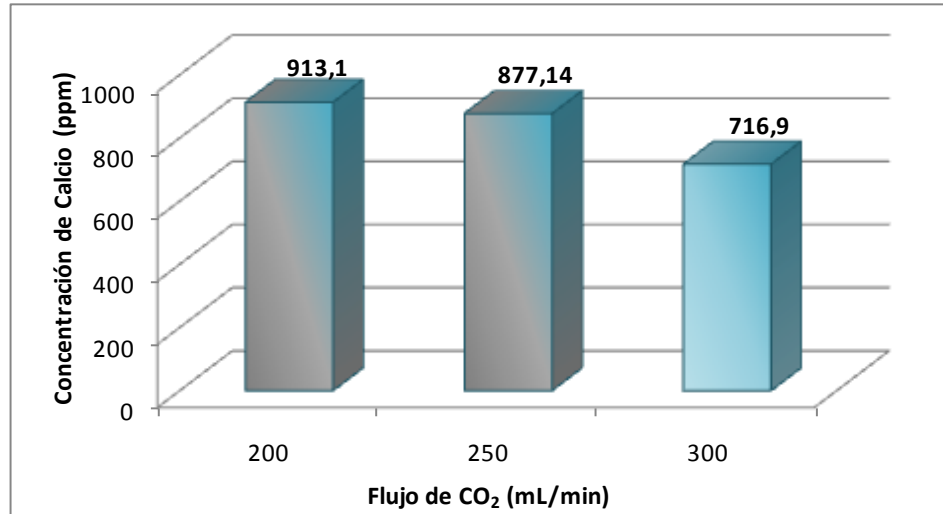


Figura 26. Concentración de Calcio en Función del Flujo de CO_2 a Régimen Dinámico.

Como se puede observar en la Figura 26, a medida que aumenta el flujo de CO_2 , la concentración de calcio en solución es menor, por lo tanto para un flujo de 300 mL/min se obtuvo una cantidad en solución de 716,9 ppm de calcio, indicando que el resto del calcio se depositó en la superficie de los anillos Pall en forma de carbonato de calcio.

Por tal motivo se fijó 300 mL/min como flujo favorable de CO_2 para la formación de las incrustaciones en las subsiguientes pruebas dinámicas, para dar paso a los ensayos de barrido de flujo de agua sintética que se presentan a continuación.

4.1.2.3.- Flujo favorable de agua sintética.

Una vez determinado y fijado el flujo favorable de CO_2 , se procedió a realizar el barrido de flujo de agua sintética, fijando como valor de partida del caudal establecido en el Trabajo Especial de Grado de *López y Rojas*, el cual fue de 30 L/min. Se establecieron caudales de agua sintética por encima y por debajo del valor mencionado, mediante la manipulación de la válvula V-203 ubicada a la entrada del

rotámetro R-201, permitiendo establecer el barrido de agua sintética que finalmente proporcionó los resultados necesarios para los análisis de incrustación.

Los valores adicionales seleccionados fueron 15 L/min, 20 L/min, 40 L/min y 45 L/min para los cuales se obtuvieron los resultados de relación de incrustación que a continuación se presentan en la Figura 27.

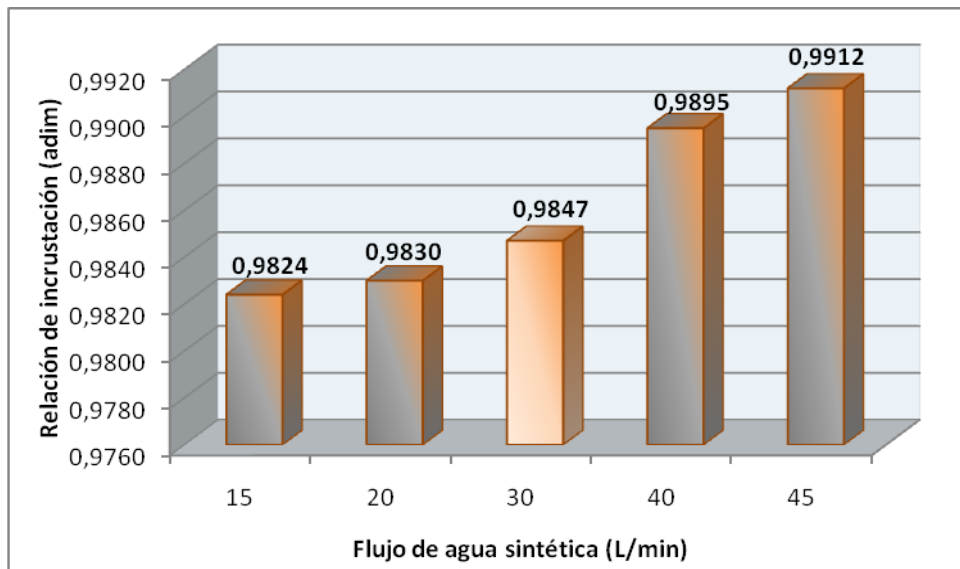


Figura 27. Relación de Incrustación en Función del Flujo de Agua Sintética.

En la Figura 27 se puede apreciar un aumento en la relación de incrustación a medida que aumenta el flujo de agua sintética, lo cual resulta esperado, debido a que a menor flujo (poca turbulencia) mayor es la deposición de sales en la superficie (*Medina y Zea, 2008*). De esta manera, resulta evidente que el flujo favorable que permite la máxima deposición de CaCO_3 es el menor (15 L/min), pero es necesario recalcar que el flujo favorable estipulado fue el de 30 L/min por un factor determinante, fundamentado en que el flujo promedio de operación en tuberías de agua de producción es cercano al mencionado flujo.

Corroborando los valores de proporción de incrustación anteriormente presentados, se ilustran a continuación, en la Figura 28, los resultados de concentración de calcio presentes en solución para cada uno de los ensayos de barrido de flujo de agua sintética.

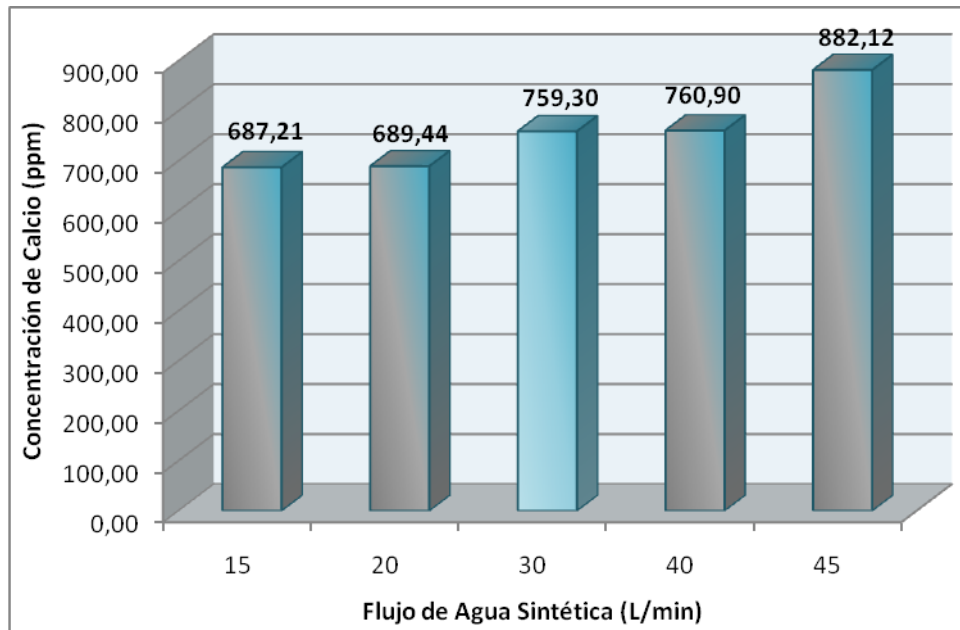


Figura 28. Concentración de Calcio presente en Solución en Función del Flujo de Agua Sintética.

Como se puede apreciar en la Figura 28, a medida que aumenta el flujo de agua sintética a través del sistema, se genera un aumento en la concentración de calcio presente en solución, lo que se traduce en una disminución de la cantidad de carbonato de calcio precipitado. De esta manera se ratifica el hecho de que a caudales más bajos (flujos menos turbulentos) la deposición de sales es mayor (*Medina y Zea, 2008*).

Para esta etapa de ensayos se habría cumplido con las condiciones favorables de incrustación, obteniendo así valores de tiempo de inclusión de 24 horas, flujo de CO_2 de 300 mL/min, caudales de agua sintética de 30 L/min y localidad óptima de inclusión de CO_2 a la entrada del rotámetro R-201. De esta manera se da lugar al barrido de temperatura, obteniendo como resultados los que se presentan a continuación.

4.1.2.4.- Temperatura favorable del sistema.

Con los parámetros fijados anteriormente se desarrolló el barrido de temperatura, con la finalidad de obtener el valor de temperatura que permita la mayor deposición de

carbonato de calcio en la superficie de los anillos Pall. Tomando como punto de partida la temperatura estimada en el Trabajo Especial de Grado realizado por *López y Rojas* (50 ± 1 °C), y temperaturas superiores e inferiores al mencionado valor, obtenidas a través de la manipulación del termóstato del sistema de calentamiento. En la Figura 29 se pueden observar los distintos grupos de anillos incrustados tratados a las distintas temperaturas, comenzando con temperaturas de 40 ± 1 °C y finalizando con temperaturas de 60 ± 1 °C.

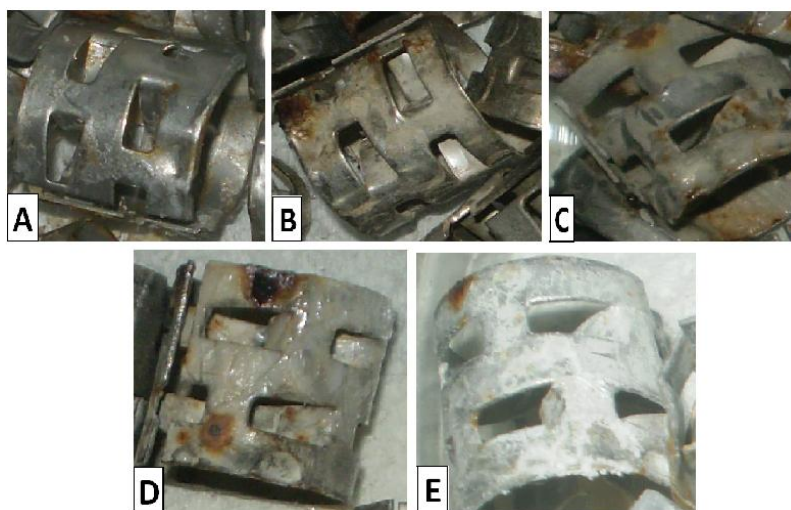


Figura 29. Anillos Pall Tratados a distintas Temperaturas (A) 40 ± 1 °C, (B) 45 ± 1 °C, (C) 50 ± 1 °C, (D) 55 ± 1 °C y (E) 60 ± 1 °C.

En la Figura 29 se puede visualizar la formación de incrustaciones sobre las superficies de los anillos Pall. En principio, en la Figura 29-A, se observa el anillo con la menor cantidad de incrustaciones y a medida que aumenta la temperatura, incrementa la presencia de partículas, finalizando con la Figura 29-E, la cual presenta la mayor cantidad de incrustaciones a una temperatura de 60 °C.

A continuación, se puede observar en la Figura 30 la relación de incrustación en función de las distintas temperaturas a las que fueron tratados los anillos.

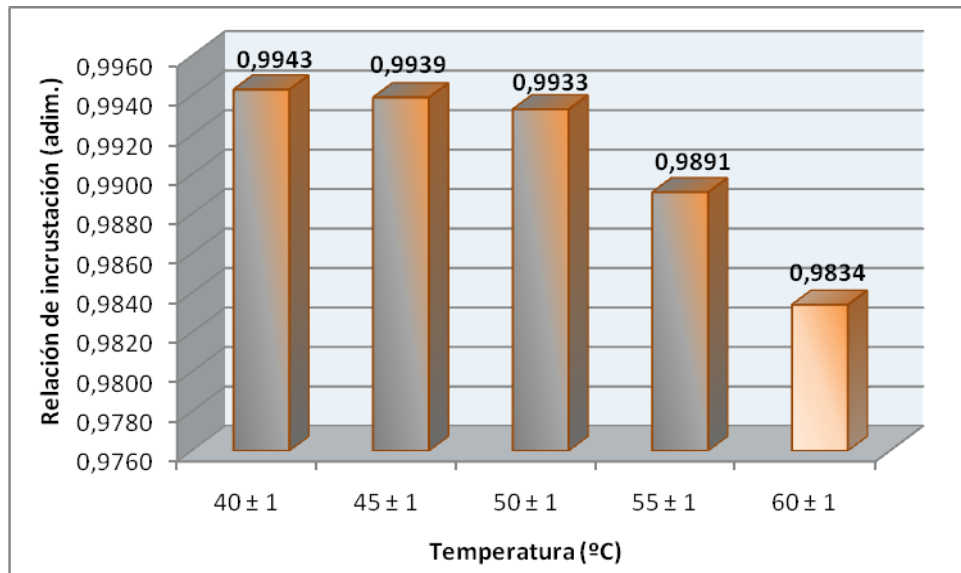


Figura 30. Relación de Incrustación en Función de la Temperatura del Sistema a Régimen Dinámico.

De acuerdo a la Figura 30, se puede observar como a medida que aumenta la temperatura, disminuye la relación de incrustación. Dando como resultado que a mayores temperaturas se obtengan valores proporcionales de masa incrustada.

Esto se debe a que el incremento de la temperatura en el sistema, ocasiona lo descrito en la teoría, la cual indica que la solubilidad del carbonato de calcio es inversa al incremento de la temperatura, es decir, al aumentar la temperatura disminuye la solubilidad del carbonato de calcio como se indica en la Figura 5, logrando una mayor deposición y adherencia en la superficie (Pérez, 2005).

Al igual que en las pruebas anteriores, se determinó la concentración de calcio presente en el agua sintética restante como se observa en la Figura 31.

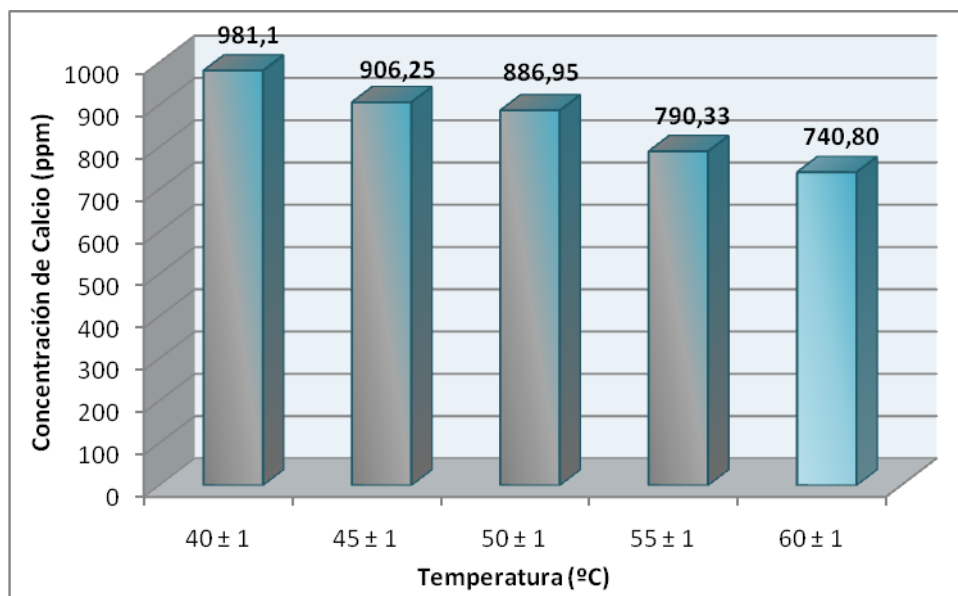


Figura 31. Concentración de Calcio en Función de la Temperatura del Sistema a Régimen Dinámico.

En la Figura 31 se puede observar como a medida que aumenta la temperatura, la concentración de calcio presente en el agua sintética es menor, corroborando de esta forma los resultados anteriores y cumpliendo con la premisa teórica mencionada anteriormente. Por tal motivo, queda establecida como temperatura favorable de formación de incrustación 60 ± 1 °C, y con esto culmina la determinación de las variables que permiten la mayor formación de incrustaciones.

Estableciendo una comparación en base a las condiciones favorables que promueven la formación de incrustaciones en régimen estático y dinámico, se logra visualizar de forma gráfica tales resultados en función de la relación de incrustación, mediante la Figura 32.

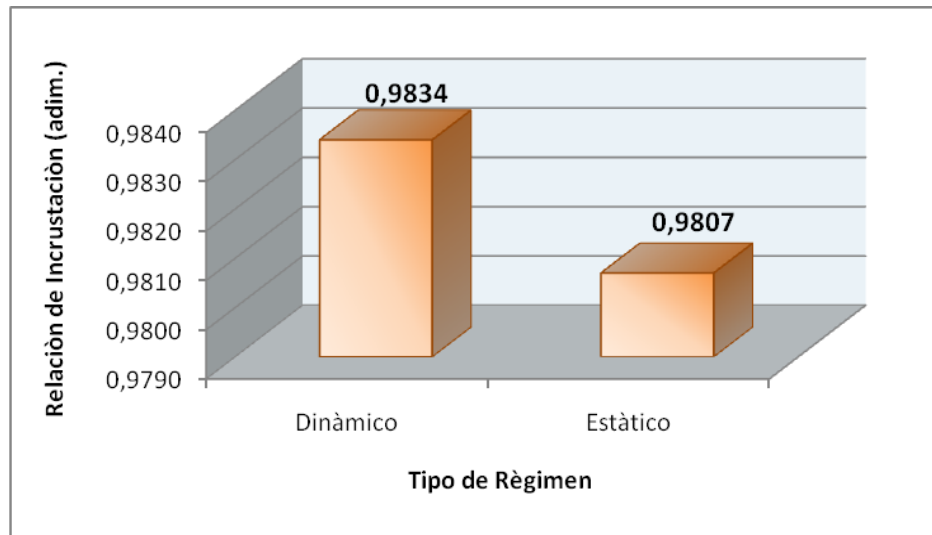


Figura 32. Relación de Incrustación en Función al Tipo de Régimen para las Condiciones Favorables de Formación de Incrustación.

Como se observa en la Figura 32, en régimen estático se obtiene la menor relación de incrustación, lo cual se traduce en la mayor formación de depósitos de carbonato de calcio y por ende de incrustación, de esta manera se cumple a cabalidad lo explicado en la teoría, la cual define que en aguas agitadas por medios mecánicos o naturales, se disminuye la precipitación de carbonato de calcio, hecho comprobado en régimen dinámico. En contraposición a lo mencionado, queda evidenciado que aguas poco turbulentas incentivan la deposición de carbonato de calcio, ya que el proceso de nucleación se lleva a cabo plenamente al no verse afectado por perturbaciones e inestabilidades que originen la redisolución de los microcristales formados inicialmente.

De igual modo se representa gráficamente, mediante la Figura 33, la concentración de calcio presente en solución a las máximas condiciones de incrustación, en función de cada régimen establecido.

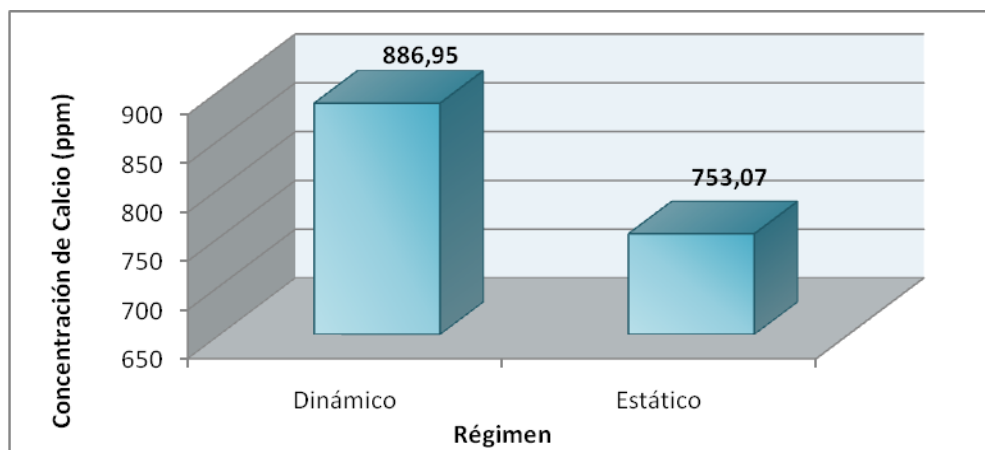


Figura 33. Concentración de Calcio en Función del Tipo de Régimen para las Condiciones Favorables de Formación de Incrustación.

Como se observa en la Figura 33, en régimen estático se obtuvo una concentración de 753,07 ppm de calcio, mientras que para el dinámico fue de 886,95 ppm, con una desviación estándar de $\pm 96,81$ ppm y un porcentaje de diferencia del 15,09%. Dichas concentraciones de calcio son las presentes en solución a las condiciones favorables de formación de incrustaciones, quedando demostrado que para régimen estático se alcanzó la mayor deposición de carbonato de calcio, corroborando lo explicado teóricamente, sobre el hecho de que aguas poco turbulentas fomentan el proceso de nucleación para la posterior formación de incrustación (*Medina y Zea, 2008*).

Obtenida las condiciones favorables de formación de incrustación para ambos regímenes, se muestran a continuación los resultados obtenidos de la evaluación de los agentes químicos como inhibidores de incrustación.

4.2.- Evaluación de los Inhibidores en Función de las Condiciones Obtenidas mediante Ensayos Estáticos y Dinámicos.

Parte fundamental en el desarrollo de los objetivos del presente trabajo, se basó en la implementación de diversos agentes químicos como inhibidores de formación de sales de carbonato de calcio, bajo las condiciones mencionadas y discutidas con

anterioridad. En esta etapa se muestran los resultados referentes a la implementación de dichos agentes químicos como inhibidores.

Entre los agentes químicos utilizados se emplearon dos (2) orgánicos, el INTAVTM (*Aloe vera* al 15 % p/p) y la proteína de Extracto de Aceite de Mango, y dos (2) sintéticos, como fueron el Bi-Fosfato de Sodio y el Tri-Fosfato de Sodio. Estas pruebas se realizaron tanto para régimen estático como para régimen dinámico, a las condiciones favorables anteriormente descritas, verificando si existe o no efectividad en el tratamiento y comparando entre sí los mecanismos de inhibición.

Para cada ensayo se implementaron 2000 ppm de cada agente químico (dosis recomendada) ya que esta concentración permitió alcanzar mayores eficiencias en estudios anteriores (*Mata, 2007*), además de poder tener puntos de comparación directa con el estudio antecesor de *López y Rojas*. Los cálculos realizados para obtener éstos resultados se encuentran en el Apéndice 1.E.

4.1.- Evaluación de los inhibidores a las condiciones obtenidas mediante ensayos estáticos.

A manera de iniciar la evaluación de los inhibidores, se realizó en principio una gráfica en función de la relación de incrustación obtenida a máximas condiciones de deposición de carbonato de calcio para régimen estático como se muestra en la Figura 34, presentando los resultados de los distintos agentes químicos empleados como inhibidores, para realizar posteriormente la comparación de dichos valores con los obtenidos por *López y Rojas* en su Trabajo Especial de Grado.

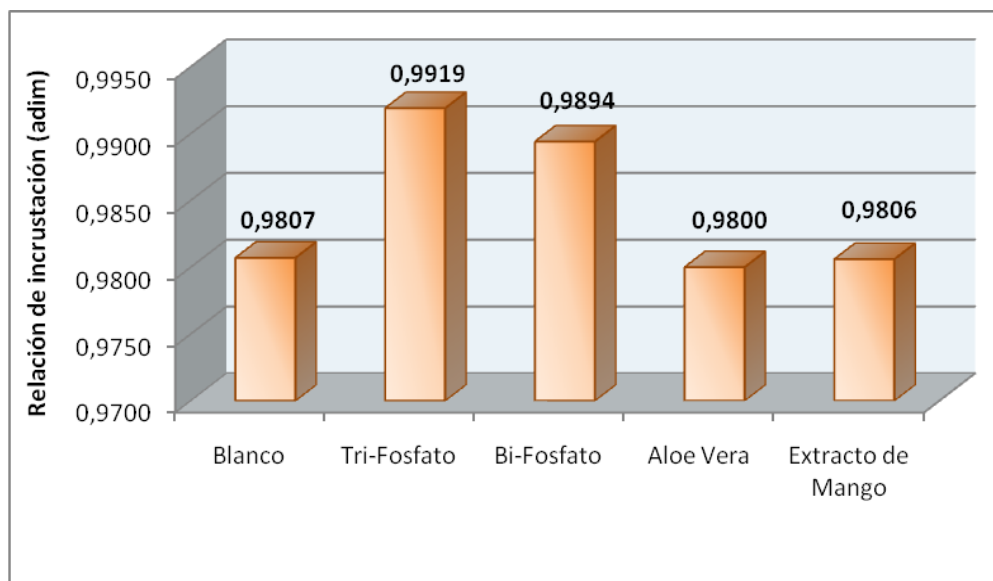


Figura 34. Relación de Incrustación en función al Agente Químico Empleado a Máximas Condiciones de Incrustación para Régimen Estático.

En la Figura 34, se observa que los agentes químicos sintéticos presentaron mayor valor de relación de incrustación en comparación con el blanco, siendo éste último la cantidad obtenida para las condiciones favorables de incrustación en ausencia de tratamientos químicos, mientras que los inhibidores orgánicos presentaron valores de relación de incrustación por debajo del blanco.

Es importante mencionar que mientras más se acerquen los valores de relación de incrustación a la unidad, menor es la masa de incrustación en la superficie de los anillos Pall. Por lo tanto, se denota que el agente químico que presentó la mayor eficiencia en régimen estático como inhibidor de incrustación fue el Tri-Fosfato de Sodio, reportando una relación de incrustación de 0,9919. Por otra parte, el Bi-Fosfato muestra un comportamiento similar al Tri-Fosfato, presentando una relación de incrustación por encima del blanco, posicionándose como el segundo agente químico con una mayor eficiencia como inhibidor de incrustación, validando de esta forma la acción positiva de los agentes químicos sintéticos como inhibidores de incrustación a las condiciones favorables de formación de carbonato de calcio.

Los agentes químicos orgánicos, INTAV™ (*Aloe vera* al 15 % p/p) y la proteína de Extracto de Aceite de Mango, presentaron menores valores de relación de incrustación con respecto al blanco, traduciéndose en el aumento de deposición de partículas sobre los anillos Pall.

A continuación se presenta de forma gráfica en la Figura 35 los resultados obtenidos de concentración de calcio presente en solución, en función de los agentes químicos empleados como inhibidores de incrustación por 24 horas.

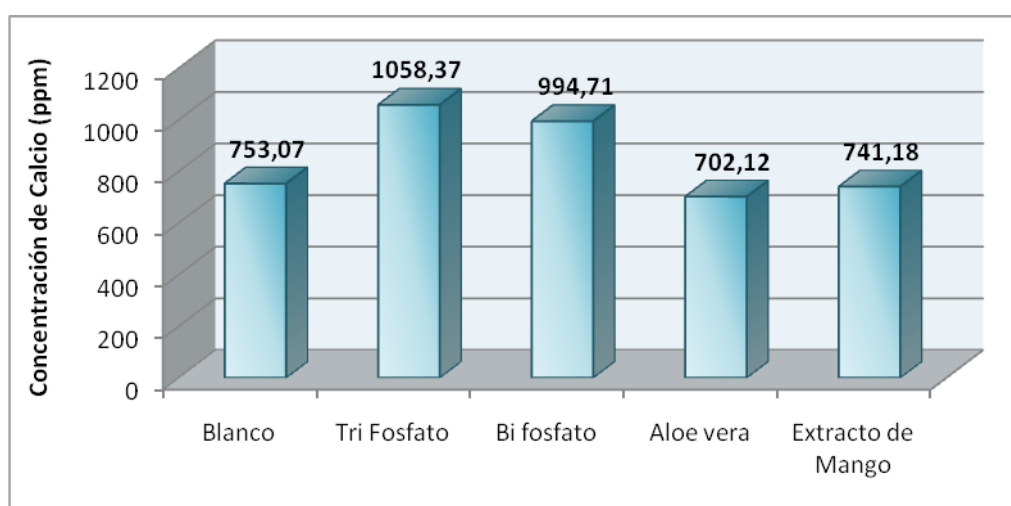


Figura 35. Concentración de Calcio en Función al Agente Químico Empleado a Máximas Condiciones de Incrustación para Régimen Estático.

En la Figura 35 se observa el valor de la concentración de calcio presente en el agua sintética luego de haber finalizado cada ensayo en presencia del agente químico correspondiente. Es importante mencionar, que a medida que exista mayor cantidad de calcio en solución indica que el agente químico logró inhibir la formación del carbonato de calcio.

Por tal motivo el agente químico que obtuvo el mayor valor de concentración de calcio en solución fue el Tri-Fosfato de Sodio, obteniendo este un valor de 1058,37 ppm. Por esta razón se corrobora que el Tri-Fosfato fue el agente químico con mayor eficiencia como inhibidor de incrustación, mientras que el Bi-Fosfato presentó de

igual modo un valor por encima del blanco, lo cual lo ratifica como el segundo agente químico en orden de eficiencia como inhibidor.

Mientras que los agentes químicos orgánicos INTAV™ (*Aloe vera* al 15 % p/p) y la proteína de Extracto de Aceite de Mango, presentaron nuevamente resultados fuera de los parámetros esperados, debido a que presentan cantidades de concentración de calcio por debajo del blanco, lo cual demuestra su baja eficiencia como inhibidor de incrustación.

Continuando con el orden metodológico se presentan los resultados y análisis de la evaluación de los distintos agentes químicos empleados como inhibidores de incrustación a régimen dinámico.

4.2.- Evaluación de los inhibidores a las condiciones obtenidas mediante ensayos dinámicos.

De igual modo se realizó el análisis de los resultados en régimen dinámico para los distintos agentes químicos empleados como inhibidores a las condiciones favorables de formación de incrustación. De esta manera se pueden visualizar los resultados de la relación de incrustación obtenida para cada uno de los inhibidores implementados mediante la Figura 36.

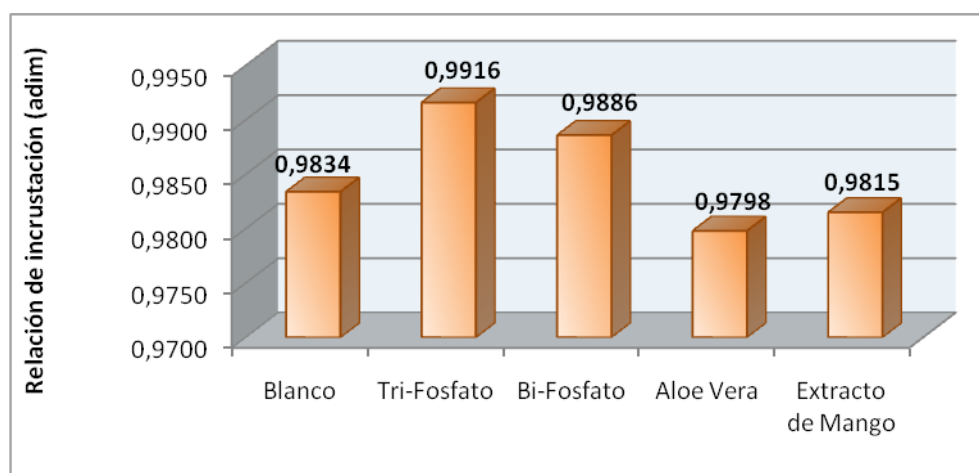


Figura 36. Relación de Incrustación en Función al Tipo de Inhibidor empleado a las Condiciones Favorables de Formación de Incrustación a Régimen Dinámico.

En la Figura 36 se pueden observar los resultados obtenidos para cada uno de los inhibidores empleados y el blanco, el cual describe las condiciones favorables de formación de incrustación sin el empleo de inhibidor.

El agente químico que mejor desempeño obtuvo como inhibidor de incrustación fue una vez más el Tri-Fosfato de Sodio, obteniendo una relación de incrustación de 0,9916; lo cual representa una menor cantidad de carbonato de calcio depositado sobre la superficie de los anillos Pall, y por consiguiente la presencia de una mayor cantidad de calcio en solución.

El Bi-Fosfato de Sodio proporcionó un resultado de relación de incrustación menor al del Tri-Fosfato de Sodio, pero de igual manera se mantuvo por encima del blanco, evidenciando igualmente su eficiencia como inhibidor de incrustaciones.

Por su parte, el INTAVTM (*Aloe vera* al 15 % p/p) y la proteína de Extracto de Aceite de Mango, presentaron una menor relación de incrustación en comparación con el blanco, lo que se traduce en una mayor deposición de partículas sobre la superficie de los anillos Pall, de esta manera se ratifica la tendencia presentada en los ensayos de régimen estático, donde los agentes químicos orgánicos no presentaron el comportamiento deseado.

De igual modo, en la Figura 37 se presenta los resultados obtenidos de concentración de calcio en función del agente químico empleado a régimen dinámico.

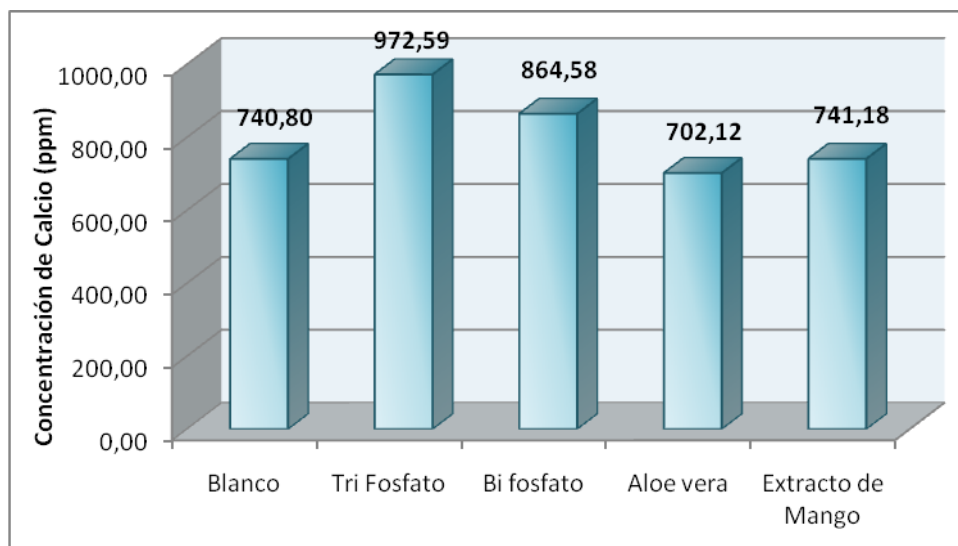


Figura 37. Concentración de Calcio en Función al Agente Químico Empleado a Régimen Dinámico.

En la Figura 37 se puede observar un comportamiento similar al presentado a régimen estático, el cual confirma los resultados obtenidos anteriormente para dicho régimen, donde el Tri-Fosfato de Sodio presentó el mayor valor de concentración de calcio, y por tal motivo demostró ser el agente químico más eficiente como inhibidor de incrustación a las máximas condiciones de formación.

Finalmente se establece que los agentes químicos sintéticos (Tri-Fosfato de Sodio y Bi-Fosfato de Sodio) fueron los inhibidores de incrustación que ostentaron una mayor eficiencia, ya que presentaron los mayores valores de concentración de calcio, indicando de este modo que gran parte del calcio inicial no se depositó en la superficie de los anillos Pall, manteniéndose en solución. Mientras que los agentes químicos orgánicos presentaron comportamientos no deseados como inhibidores de incrustación, ya que promovieron la precipitación de mayor cantidad de partículas sobre la superficie de los anillos.

4.3.- Caracterización Físicoquímica de los Precipitados Adheridos a la Superficie de los Anillos Pall de 5/8" antes y después de realizados los Ensayos en presencia de CO₂ e Inhibidores.

Se realizó un estudio de las características de los depósitos formados en la superficie de los anillos Pall antes y después de implementar la inyección de inhibidores anti-incrustantes, para efectuar el análisis comparativo entre las estructuras formadas y así poder comprender la manera en que actuó cada inhibidor, evaluando finalmente el desempeño de los mismos.

En la Figura 38, se presenta la morfología característica de cada uno de los cristales no hidratados del carbonato de calcio obtenidas por Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) en estudios anteriores.

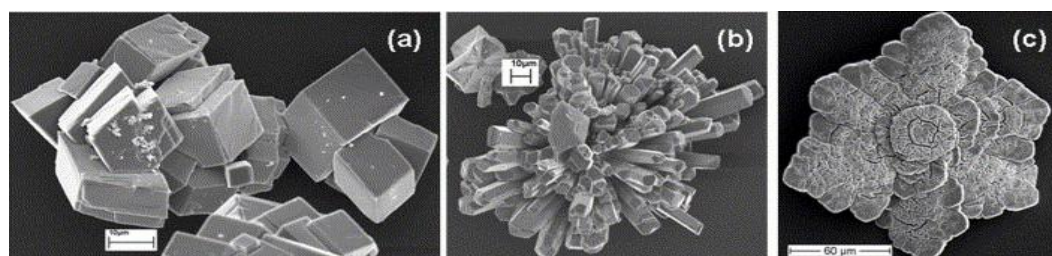


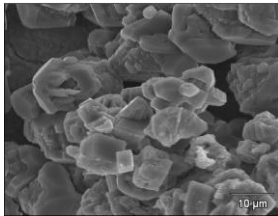
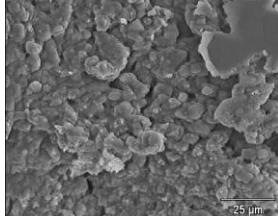
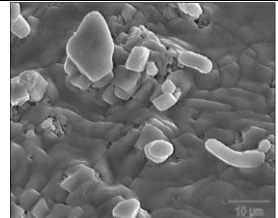
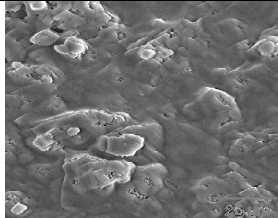
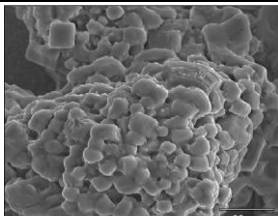
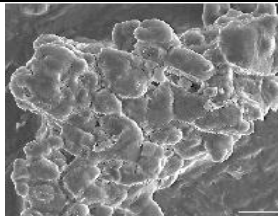
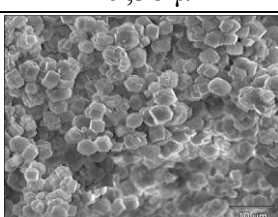
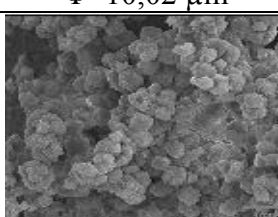
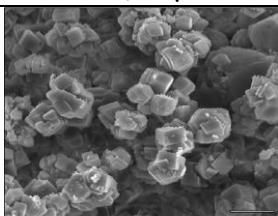
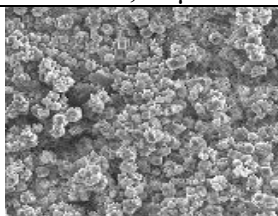
Figura 38. Morfología de los cristales no hidratados del CaCO₃ obtenidas por Microscopía Electrónica de Barrido (MEB): (a) Calcita, (b) Aragonita y (c) Vaterita
Referencia: Mata, 2009.

En la Figura 38 se pueden observar las diferentes estructuras del carbonato de calcio, desde la más estable termodinámicamente (Calcita) hasta la menos estable (Vaterita). La solubilidad y la estabilidad de estos precipitados varían según su estructura cristalina; de esta manera, a medida que el precipitado sea más estable, su solubilidad será menor (Mata, 2009). La variación de estas propiedades se presenta en la Figura 3, en la cual se puede observar que las especies de CaCO₃ hidratadas son las más solubles y por consiguiente las menos estables termodinámicamente. Las imágenes mostradas anteriormente, en adición a las imágenes que se presentarán a continuación obtenidas por MEB para los ensayos del presente trabajo, permitieron identificar los

tipos de cristales formados, corroborando así los análisis realizados a lo largo de este capítulo en cuanto al desempeño de cada agente químico como inhibidor.

A continuación se presentan los resultados obtenidos de la Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), realizada a los precipitados adheridos a la superficie de los anillos Pall antes y después de emplear agentes químicos como inhibidores de incrustación. En la Tabla 14, permitió comparar de manera directa cada uno de los precipitados, estableciendo así las estructuras formadas en las pruebas con implementación de cada agente químico.

Tabla 14. Resultados obtenidos por MEB de los Precipitados Adheridos a la Superficie de los Anillos Pall de 5/8” antes y después de realizados los Ensayos en presencia de CO₂ e Inhibidores.

Inhibidor	Régimen Estático	Régimen Dinámico	Observaciones
Blanco	 $\Phi \approx 7,37 \mu\text{m}$	 $\Phi \approx 5,55 \mu\text{m}$	Crecimiento uniforme de cristales en la superficie con sus aristas bien formadas.
Tri-Fosfato de Sodio	 $\Phi \approx 6,52 \mu\text{m}$	 $\Phi \approx 6,23 \mu\text{m}$	Depósitos cristalinos en la superficie, con sus aristas modificadas para dar una estructura amorfa.
Bi-Fosfato de Sodio	 $\Phi \approx 9,38 \mu\text{m}$	 $\Phi \approx 10,02 \mu\text{m}$	Depósitos cristalinos en la superficie, con sus aristas modificadas para dar una estructura amorfa.
INTAV™ Aloe vera 15% p/p	 $\Phi \approx 4,21 \mu\text{m}$	 $\Phi \approx 4,03 \mu\text{m}$	Crecimiento uniforme de cristales en la superficie con sus aristas bien formadas.
Proteína de Extracto de Mango	 $\Phi \approx 5,26 \mu\text{m}$	 $\Phi \approx 5,01 \mu\text{m}$	Crecimiento uniforme de cristales en la superficie con sus aristas bien formadas.

En primer lugar se puede observar en la Tabla 14, los depósitos formados para el ensayo en blanco a condiciones favorables de incrustación en ambos regímenes de

trabajo, de esta manera se logra percibir la conformación de cristales con aristas bien constituidas, evidenciando la formación de Calcita, debido a que las estructuras se ajustan perfectamente a la de dicho cristal como lo muestra la Figura 38. Este mismo comportamiento se evidencia en las imágenes obtenidas en la implementación de los agentes químicos orgánicos, donde la formación de cristales del tipo Calcita se hizo notar, comprobando una vez más que la implementación de los mismos a las condiciones establecidas en el presente Trabajo no fue satisfactoria. Por otra parte, se pueden apreciar las imágenes obtenidas con la implementación de los agentes químicos sintéticos, donde se observan depósitos cristalinos con sus aristas modificadas, dando estructuras amorfas que podrían semejarse al cristal de la Vaterita, sin embargo no es posible asegurar dicho comportamiento ya que estas estructuras pueden ser una transición entre diferentes tipos de cristales, además que sería necesario determinar el valor del Potencial Químico de las estructuras que permitan identificarla. Estas últimas estructuras mencionadas difieren de las obtenidas en el blanco y en los ensayos con agentes orgánicos, lo que corrobora que los agentes sintéticos si actuaron sobre los depósitos de carbonato de calcio. Seguidamente se muestran en la Figura 39 los Espectros de Energía Dispersiva (EDS) derivados del análisis de MEB para cada uno de los agentes químicos implementados y el blanco, solo se presentan los espectros obtenidos para régimen dinámico debido a que el comportamiento se mantuvo invariable para ambos estados.

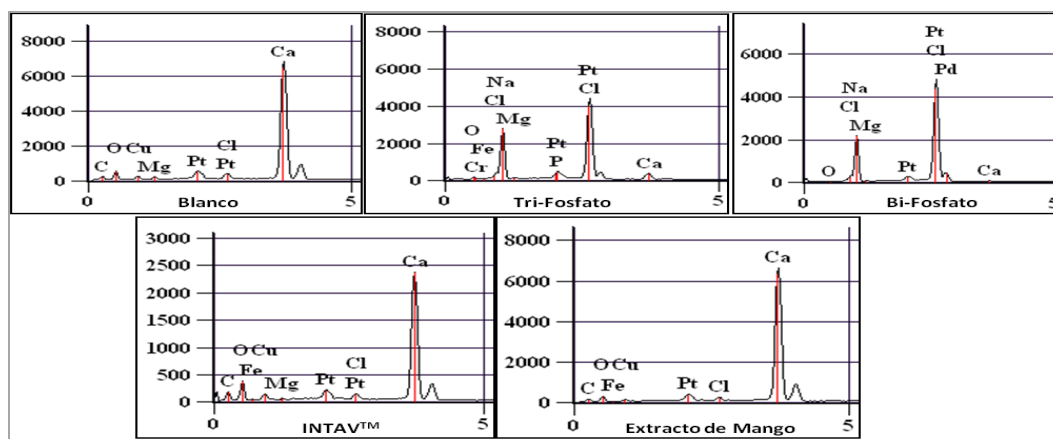


Figura 39. Espectros de Energía Dispersiva (EDS) derivados del Análisis de MEB para cada uno de los Agentes Químicos implementados y el Blanco en Régimen Dinámico.

Mediante la Figura 39 se evidencia la presencia significativa de calcio para el blanco y para los ensayos en presencia de agentes químicos orgánicos, lo que corrobora la deposición de carbonato de calcio sobre la superficie de los anillos, confirmando una vez más el bajo desempeño de dichos agentes químicos orgánicos como inhibidores. En los EDS de los ensayos en presencia de agentes químicos sintéticos, se observan altos niveles de cloro y sodio, y bajos niveles de calcio, esto se debe a la función que establecen el Tri-Fosfato y el Bi-Fosfato como intercambiadores de iones con el medio, retirando gran porcentaje del calcio presente en solución y aportando sodio en su lugar, el cual, queda saturado en solución para luego precipitar como cloruro de sodio en pequeñas cantidades; de esta manera se verifica el buen desempeño mostrado por los agentes inorgánicos.

Con los resultados expuestos a lo largo de este capítulo se dan por alcanzados los objetivos planteados en el presente trabajo, consiguiendo de esta manera valores favorables de máxima incrustación para sistemas estáticos y dinámicos, además de obtener los resultados del funcionamiento de cada agente químico empleado como inhibidor de incrustación. Alcanzando resultados satisfactorios en el caso de los agentes sintéticos (Tri-Fosfato de Sodio y Bi-Fosfato de Sodio) como se mencionó en reiteradas ocasiones, mientras que los inhibidores orgánicos (INTAVTM *Aloe vera* 15% p/p y Proteína de Extracto de Mango) no arrojaron resultados esperados, a diferencia de los resultados conseguidos por *López y Rojas*; por este motivo surgió la necesidad de encontrar los posibles factores que permitieran explicar el bajo desempeño de los mencionados agentes como inhibidores de incrustación. Analizando que el presente trabajo tuvo como innovación y diferencia principal la incorporación de CO₂ al sistema, se realizó una comparación directa de los resultados obtenidos con la implementación de los agentes orgánicos, entre el presente trabajo y el realizado por *López y Rojas*, debido a que estos fueron los resultados que presentaron discrepancias.

En la Figura 40, se presentan los valores de relación de incrustación en función de los agentes químicos orgánicos empleados como inhibidores bajo condiciones de

régimen estático, en contraste con los resultados obtenidos en el Trabajo Especial de Grado de *López y Rojas, 2010*.

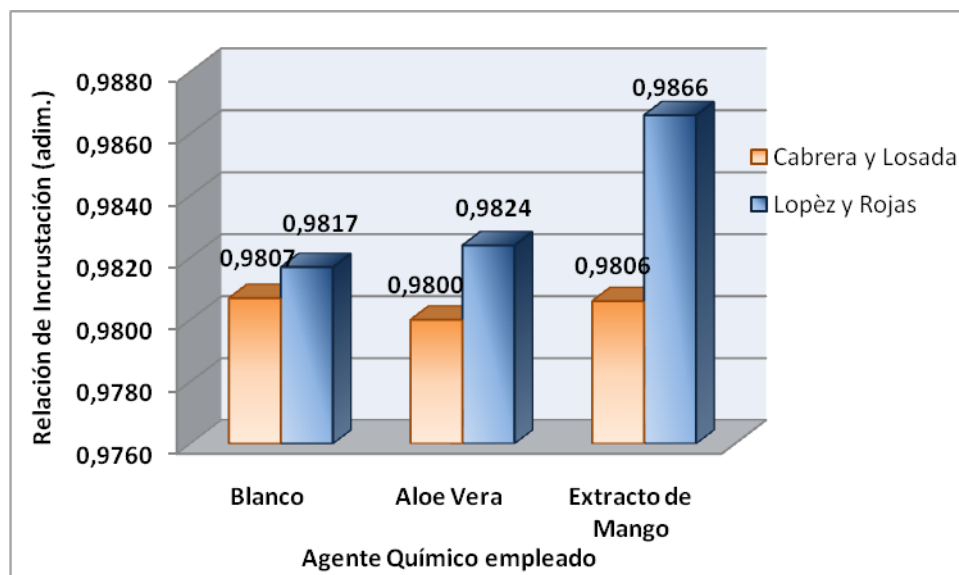


Figura 40. Relación de incrustación en función de los agentes químicos empleados como inhibidores de incrustación bajo condiciones de régimen estático

Como se puede observar en la Figura 40, los resultados obtenidos por *López y Rojas*, mostraron un comportamiento similar en cuanto a la capacidad de inhibición de los agentes químicos orgánicos, debido a que la relación de incrustación obtenida por cada uno de ellos fue mayor que la obtenida para el ensayo en blanco (máximas condiciones de incrustación sin adición de agentes químicos), indicando que la cantidad de depósitos formados en la superficie de los anillos fue menor en presencia de inhibidores, demostrando así el buen desempeño de los mismos. En contraposición a lo descrito, se puede observar el comportamiento obtenido en los resultados del presente Trabajo de Grado, donde la relación de incrustación obtenida para los ensayos en presencia de inhibidores fue menor que la relación de incrustación obtenida para el blanco, demostrando así que los inhibidores no actuaron de forma óptima, al contrario, promovieron la deposición de partículas sobre la superficie de los anillos Pall.

Adicionalmente se presenta en la Figura 41 los valores a régimen dinámico de relación de incrustación para los agentes químicos orgánicos empleados en el presente Trabajo de Grado y los obtenidos por *López y Rojas*, 2010.

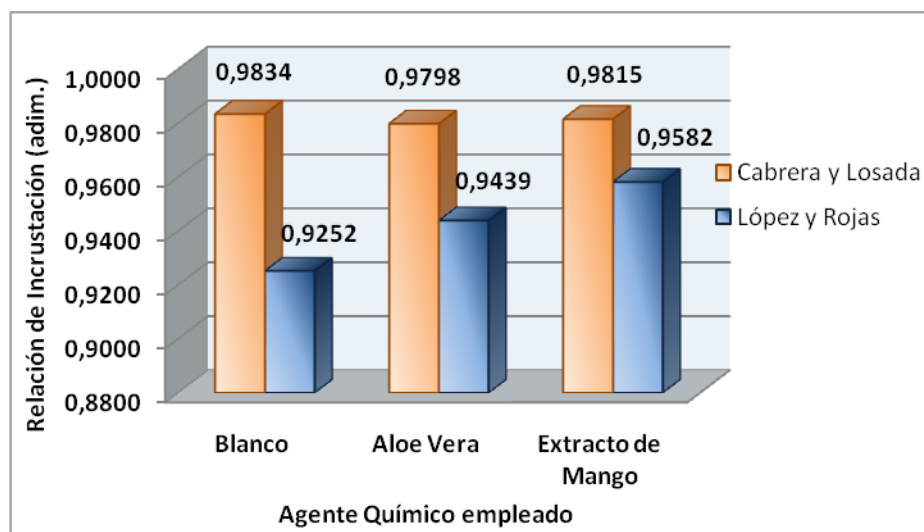


Figura 41. Relación de incrustación en función de los agentes químicos empleados como inhibidores de incrustación bajo condiciones de régimen dinámico.

De igual modo, en la Figura 41, se observa el mismo comportamiento de los resultados a régimen estático, en el cual, *López y Rojas* obtuvieron relaciones de incrustación para los agentes químicos orgánicos superiores a los del blanco, mientras que para el presente Trabajo de Grado se obtuvo un comportamiento inverso, lo cual corrobora el bajo desempeño del *Aloe vera* y el Extracto de Mango como inhibidores de incrustación en presencia de CO_2 .

Es por estos resultados que surge la teoría de que la presencia de CO_2 a altas concentraciones en el sistema afectó de manera significativa el funcionamiento y por ende la eficiencia de los inhibidores orgánicos. Derivándose dos (2) hipótesis considerables, las cuales tuvieron como fundamento, en primer lugar, el efecto de la saturación del sistema con CO_2 y en segundo lugar, como consecuencia de dicha saturación, un cambio brusco en el pH que pudiera afectar el desempeño de cada agente químico orgánico.

Es por ello que se evaluaron los agentes químicos orgánicos en ensayos a favorables condiciones de incrustación en presencia de CO₂ y luego en ausencia del mismo, para determinar si la saturación del sistema con dicho gas, afectó de manera significativa la función de los agentes orgánicos como inhibidores de incrustación. Seguidamente se realizaron ensayos para evaluar el efecto del pH sobre cada inhibidor, para ello se sometieron dichos inhibidores a la presencia de un medio altamente ácido y otro altamente básico, con la finalidad de observar un cambio de color, que pudiera explicar una modificación en la estructura del inhibidor debido a la interacción del mismo con el medio.

A continuación se detallan los resultados obtenidos con el análisis respectivo para cada uno de los ensayos mencionados.

4.4.- Evaluación del Comportamiento de los Agentes Químicos Orgánicos en Presencia de CO₂ y en Ausencia del mismo.

Bajo las condiciones establecidas como las favorables para la formación de incrustación, se evaluó el comportamiento de los agentes químicos orgánicos en régimen estático, con saturación de CO₂ en el sistema y con ausencia del referido gas. Dichos ensayos se realizaron bajo los mismos parámetros de medición final, como son la relación de incrustación y la concentración de calcio presentes en solución.

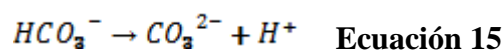
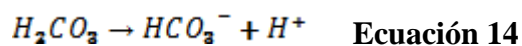
En la Tabla 15, se muestran los resultados del ensayo con saturación de CO₂ y en ausencia del mismo, empleando los agentes químicos orgánicos.

Tabla 15. Resultados de la Evaluación de los Agentes Químicos Orgánicos con Saturación de CO₂ y en Ausencia del mismo.

Agente Químico empleado	Ensayo	pH Inicial	pH con inclusión de Agente Químico	pH Final	Conc. inicial de Ca (ppm)	Conc. final de Ca (ppm)	Relación de Incrustación (adim.)
INTAV™ Aloe vera 15%p/p	Sin CO ₂	7,05	6,87	7,80	1620	1055,65	0,9925
	Con CO ₂	7,10	6,41	6,03	1620	696,66	0,9897
Proteína de Extracto de Mango	Sin CO ₂	7,07	7,29	8,05	1620	1097,34	0,9931
	Con CO ₂	7,10	7,87	6,90	1620	736,76	0,9901

Con los resultados de la Tabla 15, se corrobora el hecho de que la saturación del medio con CO₂ influyó de manera negativa el desempeño de los agentes químicos orgánicos como inhibidores de incrustación, ya que en presencia del mismo se puede observar menor concentración de calcio en solución, lo que se traduce en una mayor deposición de sales, quedando demostrado que ambos inhibidores fueron ineficientes en presencia del referido gas. De igual manera, esto se puede evidenciar con las relaciones de incrustación, las cuales fueron mejores en ausencia de CO₂.

Al observar que los agentes químicos orgánicos fueron ineficientes en presencia de CO₂, surge la hipótesis de que existió un cambio en la estructura del inhibidor, hecho que pudo ser generado por la acidez del medio originado por la presencia del ácido carbónico (H₂CO₃), el cual aporta gran cantidad de protones (H⁺) al medio, como consecuencia de su disociación como lo indican las Ecuación 14 y 15 mostradas a continuación.



Los polisacáridos presentes en los agentes orgánicos presentan una alta densidad negativa como se ilustra mediante las Figuras 14 y 15, lo que permite la interacción del mismo con los cationes (Ca²⁺) presentes en solución, cumpliendo así su función

como inhibidor; pero en este caso, el aumento de la concentración de protones (H^+) en el medio, pudo haber causado el desplazamiento del calcio evitando así la interacción del mismo con los polisacáridos, originando además un cambio en la estructura del polisacárido al formar puentes de hidrógeno mediante la ruptura del enlace simple de los grupos OH.

Motivado a lo expuesto anteriormente se realizó la evaluación de los agentes químicos orgánicos en presencia de soluciones altamente ácidas y básicas a manera de corroborar si hubo alguna reacción del inhibidor con el medio, lo cual se deberá ver reflejado por un cambio de color de dichas soluciones.







En el Trabajo Especial de Grado de *López y Rojas*, se puede observar cuando realizan los ensayos en dinámico, en ausencia de CO_2 y al agregar el agente químico orgánico a evaluar la solución presentó un cambio de color aparente, esto pudo haber ocurrido por el encapsulamiento iónico para inhibir la formación de carbonato de calcio en el sistema.

4.5.- Evaluación del comportamiento de los Agentes Químicos Orgánicos bajo condiciones extremas de pH.

Se procedió a evaluar el pH de cada agente químico orgánico en medios altamente ácidos y básicos para corroborar lo discutido anteriormente, para ello se empleó ácido clorhídrico e hidróxido de sodio respectivamente, para alcanzar las condiciones necesarias del medio.

A continuación se presenta en la Tabla 16, los valores de pH obtenidos para cada uno de los ensayos y las imágenes respectivas que permitieron observar los cambios de coloración.

Tabla 16. Resultados de pH y Coloración de los Agentes Orgánicos en presencia de Medios Altamente Ácidos y Altamente Básicos.

Agente Químico empleado	Ensayo	pH Inicial	pH Final	Coloración	Observación
INTAV™ Aloe vera 15%p/p 	HCl	0,94	1,04		Hubo cambio de coloración
	NaOH	12,74	12,81		No hubo cambio de coloración notable
Proteína de Extracto de Mango 	HCl	1,08	1,09		Hubo cambio de coloración
	NaOH	12,77	12,87		No hubo cambio de coloración notable

En la Tabla 16, se puede observar a través de los valores de pH, las condiciones altamente ácidas y básicas del medio, en el mismo se puede apreciar un notable cambio de coloración de la solución, inducido por la adición de los agentes químicos orgánicos a un sistema altamente ácido, corroborando que existe una modificación de la estructura química del inhibidor, motivado por la reacción del mismo con los protones presentes en el medio. Mientras que en medios altamente básicos la adición de los agentes químicos orgánicos no causó ninguna variación en la coloración de la solución.

Con lo descrito anteriormente, se puede suponer que el cambio de la estructura química de los agentes orgánicos (INTAV™ Aloe vera 15% p/p y Proteína de Extracto de Mango), es el responsable de que sus desempeños como inhibidores de

incrustación fueran muy bajos, ya que la presencia de una alta concentración de protones (H^+) en el medio acuoso, pudo producir la formación puentes de hidrógeno logrando modificar sus estructuras.

De esta manera concluye la evaluación de los agentes químicos orgánicos y sintéticos como inhibidores de incrustación, para dar lugar a la evaluación de los mismos como agentes removedores de incrustación.

4.6.- Evaluación de los Agentes Químicos como Removedores de Incrustación.

De acuerdo a los resultados obtenidos, se realizaron ensayos que permitieran evaluar la capacidad de todos los agentes químicos empleados como removedores de incrustación, a las mismas condiciones de operación y a régimen dinámico.

Para evaluar la capacidad de los agentes químicos como removedores de incrustación en presencia de CO_2 y en ausencia del mismo, se formaron previamente, a las condiciones favorables de incrustación, los depósitos de carbonato de calcio sobre la superficie de los anillos Pall. Posteriormente, a las mismas condiciones de trabajo, se agregaron 2000 ppm del agente químico a evaluar (*Mata, 2007*), en una solución de agua desmineralizada, para así estudiar su funcionamiento como removedor; al igual que en los ensayos anteriores se empleo el tiempo favorable (24 horas). Luego se realizaron gráficos de porcentaje de incrustación retirado, el cual se define como la relación entre la diferencia de la masa inicial y final de los anillos, entre la masa inicial de incrustación, para así evaluar la eficacia de los mismos como agentes removedores.

4.6.1.- Evaluación de los agentes químicos como removedores, en presencia de CO_2 .

En la Figura 42, se presentan los resultados del porcentaje de incrustación retirada en función a los agentes químicos empleados.

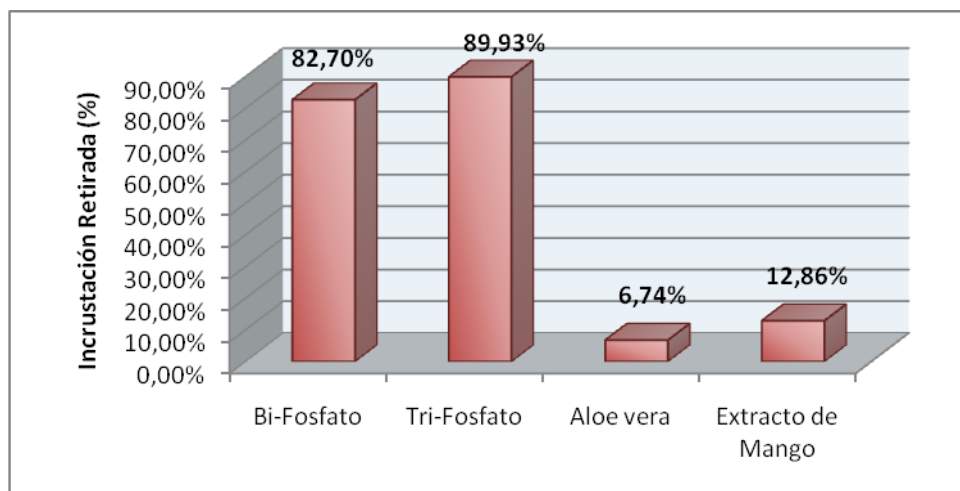


Figura 42. Porcentaje de Incrustación Retirada para cada Agente Químico en presencia de CO₂ a Régimen Dinámico.

En la Figura 42, se puede observar que en presencia de CO₂, la mayor eficiencia como removedor de incrustación se le adjudicó al Tri-Fosfato de Sodio con un 89,93% de la masa retirada sobre la superficie de los anillos Pall. De esta forma, se corrobora el potencial de los agentes químicos sintéticos como inhibidores y removedores de incrustación, además de validar el bajo desempeño de los orgánicos (INTAVTM *Aloe vera* 15% p/p y Proteína de Extracto de Mango), como removedores de incrustación, pudiéndose cumplir nuevamente, la premisa mencionada con anterioridad, la cual dicta que la presencia de una gran cantidad de protones (H⁺), genera un cambio de estructura en los agentes orgánicos, impidiendo de esta manera que cumplan con sus funciones.

De igual forma se realizaron los ensayos de remoción de incrustaciones en ausencia de CO₂, para validar los resultados obtenidos por *López y Rojas*.

4.6.2.- Evaluación de los Agentes Químicos como Removedores, en Ausencia de CO₂.

Los siguientes ensayos se realizaron bajo el mismo esquema anterior, con la diferencia de no incluir CO₂ en el sistema, de este modo se puede comparar directamente con los resultados obtenidos por *López y Rojas*; pretendiéndose

confirmar, además, que la presencia de CO₂ en el sistema afecta el funcionamiento de los agentes orgánicos empleados.

En la Figura 43, se pueden observar los resultados del porcentaje de incrustación retirada en función al agente químico empleado.

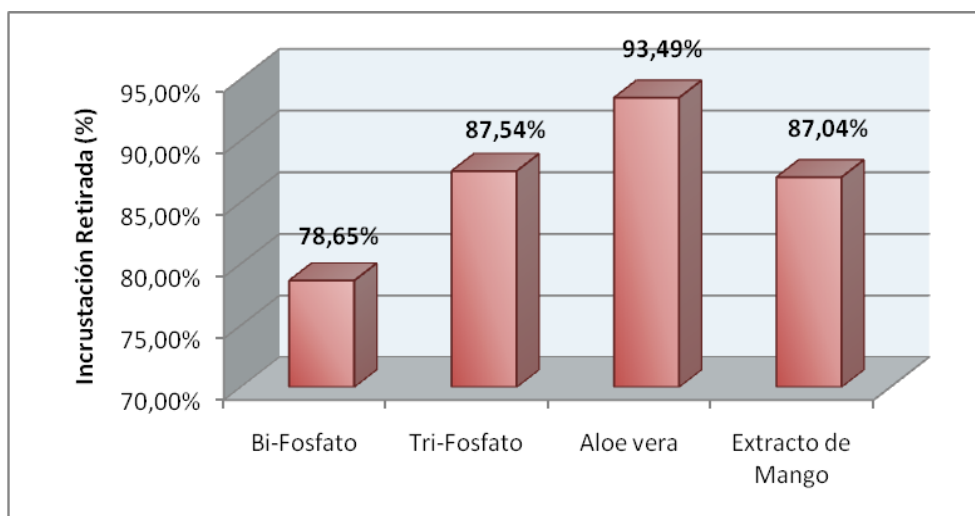


Figura 43. Porcentaje de Incrustación Retirada para cada Agente Químico en ausencia de CO₂ a Régimen Dinámico.

En la Figura 43, se puede observar que en ausencia de CO₂, el agente químico más eficiente es el INTAVTM *Aloe vera* 15% p/p, con un 93,49% de la masa incrustada retirada, mientras que el Tri-Fosfato y la Proteína de Extracto de Mango presentaron una eficiencia similares entre sí, ocupando el segundo lugar. Con esto se demuestra que la presencia de una alta cantidad de protones (H⁺), provenientes del ácido carbónico, son los responsables del bajo desempeño de los agentes químicos orgánicos como inhibidores y removedores de incrustación.

En el trabajo de *López y Rojas*, se realizaron estos mismos ensayos pero sólo evaluaron al Tri-Fosfato de Sodio y a la Proteína de Extracto de Mango, logrando resultados satisfactorios y similares a los presentados anteriormente, donde ambos agentes químicos mostraron comportamientos análogos de remoción. Comprobándose de esta manera que los agentes químicos sintéticos (Tri-Fosfatos de

Sodio y Bi-Fosfato de Sodio) tienen un alto desempeño como removedores de incrustación en presencia y ausencia de CO₂, mientras que los orgánicos solo presentan eficiencia en ausencia del mencionado gas.

CONCLUSIONES

Luego de presentados y analizados los resultados del presente Trabajo Especial de Grado, se plantean las siguientes conclusiones:

- La formación de depósitos con características incrustantes se ve promovida en presencia de CO_2 para mayores períodos de exposición en sistemas semi-cerrados.
- Para un tiempo de 24 horas de inyección de CO_2 se obtiene la mayor cantidad de incrustaciones a régimen estático, tiempo que garantiza la interacción entre los iones bicarbonato y los iones calcio presentes en solución.
- La inclusión del CO_2 en el punto favorable del sistema, genera una rápida disminución en los valores de pH para los primeros 30 minutos de inyección de gas, y un aumento posterior que indica la formación de carbonato de calcio.
- El punto favorable de inclusión de CO_2 al sistema dinámico es la entrada al rotámetro R-201 debido a que garantizó el mayor mezclado con el agua sintética.
- A mayor flujo de CO_2 , se obtiene mayor cantidad de carbonato de calcio en régimen dinámico.
- A menor flujo de agua, se incrementa la deposición de carbonato de calcio sobre la superficie de los anillos Pall.
- A régimen estático se favorece la formación de incrustaciones, debido a que medios poco turbulentos no generan perturbaciones significativas, facilitando así el proceso de nucleación y por ende el crecimiento de depósitos con características incrustantes.

- A mayores temperaturas se obtiene mayor cantidad de incrustaciones, debido a la disminución de la solubilidad de los sólidos presentes en el sistema.
- Los agentes químicos sintéticos presentaron un mejor desempeño como inhibidores de incrustación, en comparación con los Orgánicos.
- Los resultados de los análisis de MEB para los ensayos en blanco y con implementación de agentes químicos orgánicos, evidencian la presencia de Calcita, siendo esta la morfología más estable.
- Los resultados de los análisis de MEB para los ensayos con implementación de agentes químicos sintéticos, mostraron depósitos cristalinos con aristas modificadas, dando estructuras amorfas que podrían semejarse al cristal de la Vaterita.
- En los EDS de los ensayos en presencia de agentes químicos sintéticos, se observan altos niveles de cloro y sodio, y bajos niveles de calcio, lo que evidencia el buen funcionamiento y desempeño de dichos inhibidores.
- Los EDS evidencian la presencia significativa de calcio para el blanco y para los ensayos con implementación de agentes químicos orgánicos, corroborando la deposición de carbonato de calcio sobre la superficie de los anillos.
- La presencia de CO_2 a altas concentraciones en el sistema afectó de manera significativa el funcionamiento y por ende la eficiencia de los inhibidores orgánicos.
- La adición de los agentes químicos orgánicos a un medio ácido, originó un cambio en la coloración de la solución, evidenciando una interacción entre dichos agentes y el medio, lo que pudo generar un cambio en la estructura de los mismos.

- La presencia de una alta concentración de protones (H^+) en el medio acuoso, pudo producir la formación puentes de hidrógeno logrando modificar las estructuras de los agentes químicos orgánicos.
- En presencia de CO_2 , la mayor eficiencia como removedor de incrustación se le adjudicó al Tri-Fosfato de Sodio con un 89,93% de la masa retirada sobre la superficie de los anillos, mientras que los orgánicos mantuvieron un bajo desempeño.
- En ausencia de CO_2 , la mayor eficiencia como removedor de incrustación se le adjudicó al INTAVTM, con un 93,49% de la masa incrustada retirada, mientras que el Tri-Fosfato y la Proteína de Extracto de Mango presentaron eficiencias similares entre sí, ocupando el segundo lugar.

RECOMENDACIONES

- 1) Realizar un estudio químico y/o analítico del efecto que causa la saturación de CO_2 a los agentes químicos orgánicos.
- 2) Determinar la concentración crítica de dióxido de carbono que afecta el funcionamiento de los inhibidores orgánicos.
- 3) Estudiar la cinética de las reacciones involucradas en el proceso de formación del carbonato de calcio en presencia de CO_2 e inhibidores.
- 4) Realizar un estudio detallado del empleo de los Agentes químicos como removedores de incrustaciones a distintas condiciones del sistema, y comparar el funcionamiento de los Sintéticos vs. Orgánicos.
- 5) Realizar adaptaciones al equipo dinámico que permitan evaluar el desempeño de los diferentes agentes químicos a temperaturas superiores de los $60\text{ }^\circ\text{C}$.
- 6) Realizar el aislamiento de todo el sistema dinámico para evitar pérdidas de calor al ambiente.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- Agüero, S. (2000). Estudio técnico-económico sobre las estimulaciones matriciales en la formación escandalosa miembro “O” de los campos pertenecientes a la unidad de explotación Barinas. Trabajo Especial de Grado. Ingeniería de Petróleo. Universidad Central de Venezuela, Caracas.
- Arce, O. (2007). Química del agua. Obtenido el 12 de Diciembre de 2009 de <http://www.fcyt.umss.edu.bo/docentes/29/documentos/quimicadelagua.pdf>.
- Arnold, R., Burnelt, D., Elphick, J., Feeley, T., & Galbrun, M. (2004). Manejo de la producción de agua: De residuo a recurso. Obtenido el 10 de Enero de 2010 http://www.slb.com/media/services/resources/oilfieldreview/spanish04/aut04/04_managing_water.pdf.
- Becker, J. B. (1998). Corrosion and Scale Handbook, Penn Well Publishing Company, Tulsa: Oklahoma. 376 p.
- Bedrikovetsky, P. y otros. (2006). Laboratory and field production of sulfate scaling damage. Aberdeen: UK, SPE 100611 (112): 1-18.
- Bin, A., Mohd, A. (2008). Low-sulfate Seawater Injection into Oil Reservoir to avoid Scaling Problem. Obtenido el 16 de Febrero de 2010 de <http://scialert.net/pdfs/jas/2008/1169-1178.pdf>
- Castillo, L. (2008). Escalamiento tecnológico de un inhibidor de incrustaciones a base de Aloe Vera para el aseguramiento de flujo en la industria del crudo y gas natural. Trabajo de grado de magíster no publicado. Universidad Central de Venezuela, Caracas.

- Ceci, N. (2003). Caracterización de las aguas de producción petroleras del occidente Venezolano. Trabajo especial de grado. Universidad Central de Venezuela, Caracas.
- Champion Technologies. (2010). Combinación de Inhibidores de Incrustación y de Corrosión. Obtenido el 16 de Febrero de 2010 de http://www.champ-tech.com/onec_prod_comb_es.asp
- Champion Technologies. (2010). Control de Incrustaciones. Obtenido el 16 de Febrero de 2010 de http://www.champ-tech.com/infi_appl_scal_es.asp
- Crabtree, M. y otros. (1999). Lucha contra las incrustaciones. Remoción y Prevención. Revista Oilfield Review. (62): 30-49.
- Días, J. (2006). Aguas duras y aguas blandas. Obtenido el 12 de Diciembre de 2009 de <http://www.iquimica.blogspot.com/2006/05/aguas-duras-y-aguas-blandas.htm/>.
- Gampel, R. (2002). Geminis papeles de salud. Aloe Vera o Sábila. Obtenido el 16 de Febrero de 2010 de www.herbogeminis.com/propiedades_y.html.
- Iain C. M. Dea (1989). Industrial polysaccharides. Pure & App. Chem., Vol. 61, No. 7. (1522): 1315-1322.
- IONIS. (2003). Incrustación: Proceso Natural aunque evitable. Obtenido el 10 de Enero de 2010 de <http://www.ionis.com.ar/agua/incrustacion.htm>
- López, X., Rojas, J. (2010). Evaluación de Inhibidores Anti-incrustantes en tuberías de Aguas de Producción. Trabajo Especial de Grado. Ingeniería Química. Universidad Central de Venezuela, Caracas.
- Mata, C. (2007). Polisacáridos naturales como agentes anti-incrustantes. Tesis de grado, Licenciatura Química. Universidad Simón Bolívar. Sartanejas.

Medina, L.; Zea, L. (2008). Determinación de los parámetros físico-químicos que favorecen la formación de incrustaciones en superficies de hierro, simulando el comportamiento de aguas de producción. Trabajo especial de grado. Ingeniería Química. Universidad Central de Venezuela, Caracas.

Megaozono. (2007). La Dureza del Agua. Obtenido el 12 de Diciembre de 2009 de <http://www.megaozono.com/dureza.htm>

Miliarium. (2004). Incrustaciones en las captaciones de agua. Obtenido el 16 de Febrero de 2010 http://www.miliarium.com/proyectos/estudioshidrogeologicos/anejos/corrosion_incrustaciones/Incrustaciones.htm

NACE INTERNATIONAL THE CORROSION SOCIETY (2001). Standard Test Method Laboratory Screening Tests to Determine the Ability of Scale Inhibitors to Prevent the Precipitation of Calcium Sulfate and Calcium Carbonate from Solution (for Oil and Gas Production Systems) en NACE Standard TM0374.

Nalco. (2004). Trends and Advances in Scale Control. Bulletin B-346.

Neville, A., y Morizot, A. (2000). A combined bulk chemistry/electrochemical approach to study the precipitation, deposition and inhibition of CaCO₃. Chemical Engineering Science 55. USA. pp. 4737-4743.

Oddo, J. E. y Tomson, M. B. (1989). A discussion of Calcium Carbonate Scaling Problems and Solutions With Respect to Produced Brines. Paper SPE 19763.

Oftroff A.G. (1979). Introduction to oilfield water technology. National Association of Corrosion Engineers. 476 p.

Patton C. (1995). Incrustations and Solubility. Applied Water Technology, 2nd Edition, USA. 384 p.

Perozo E., y Rodríguez, V. (1995). Inhibición de precipitación de asfáltenos, parafinas y escamas. INT-TETM-0111,95, USA.

Perry, R.; Green, D. (2008). Perry's Chemical Engineers Handbook.. Nueva York, USA.

Schlumberger. (2007). Manejo de la Producción de agua: De residuo a recurso. Obtenido el 29 de Noviembre de 2009 de http://www.slb.com/media/services/resources/oilfieldreview/spanish04/aut04/04_managing_water.pdf

Scribd. (2010). Producción y Manejo del Agua en Yacimientos de Crudos Extra Pesado. Obtenido el 21 de Enero de 2010 de <http://www.scribd.com/doc/25444842/Produccion-y-Manejo-del-Agua-en-Yacimientos-de-Crudos-Extra-Pesados>

Tripod. (2007). Análisis de Dureza Total por Titulación con EDTA. Obtenido el 12 de Diciembre de 2009 de <http://arturobola.tripod.com/dureza.htm>

Tu Patrocinio. (2009). Remoción de contaminantes de Agua de Producción a través de humedales. Obtenido el 10 de Enero de 2010 de <http://www.tupatrocinio.com/patrocinio.cfm/proyecto/62308040092750535069546652664566.html>

Varsavsky, A.I. (2009). Química verde y prevención de la contaminación. Obtenido el 16 de Febrero de 2010 de <http://www.aqa.org>

Zhang, Y.; Dawe, R. (1997). The kinetics of calcite precipitation from a high salinity water. Revista Applied Geochemistry. Vol.13, pp 177-184

APÉNDICES

APÉNDICE 1.A- Manual de Lavado y Acondicionamiento de los Anillos Pall de 5/8” de Acero Inoxidable.

1. Determinar y seleccionar el número de anillos totales necesarios para la realización de todas las pruebas tanto estáticas como dinámicas, con la finalidad de optimizar el tiempo de trabajo y realizar este acondicionamiento la menor cantidad posible de veces.
2. Sumergir los anillos en un beaker con suficiente propanol, por un período de cinco (5) minutos con el fin de retirar la grasa e impurezas que puedan contener.
3. Retirar los anillos cuidadosamente del propanol y ser colocados sobre una superficie absorbente que permita el secado de los mismos.
4. Introducir los anillos a la estufa a una temperatura de 60 °C, por un periodo de un día (24 horas), para ser secados completamente y evitar remanentes de propanol.
5. Concluido el período de secado, son retirados de la estufa para continuar con el acondicionamiento, los anillos no deben ser manipulados para evitar su contaminación por la grasa corporal.
6. Sumergirlos en una solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4) al 30% p/p, durante un (1) minuto; con el fin de generar porosidad y rugosidad en las paredes del material y así tener un mayor número de sitios de nucleación.
7. Retirar los anillos de la solución de H_2SO_4 y lavarlos con agua destilada para evitar que el ácido sulfúrico siga actuando sobre su superficie. Repetir el paso N° 4.
8. Finalmente los anillos son retirados de la estufa y estarán aptos para las pruebas de incrustaciones, cumpliendo con los requerimientos experimentales. Deben ser almacenados en recipientes limpios y sellados de modo que no sean

contaminados ni expuestos a alteraciones que puedan afectar el acondicionamiento previo.

APÉNDICE 1.B_ Manual de Operación y puesta en marcha de la Planta Desmineralizadora de Agua, ubicada en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU), perteneciente a la Escuela de Ingeniería Química de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Central de Venezuela.

En la Figura 17 se muestra una fotografía del sistema y seguidamente se detalla la manera como está conformada tanto por los equipos como por accesorios:



Figura 42. Planta Desmineralizadora de Agua.

- ✓ Dos (2) filtros, el primero de cartucho para agua (FIL-101) y el segundo de arena (FIL-102) colocados en secuencia para depurar el agua de alimentación al sistema.
- ✓ Tanque de almacenamiento de agua (TK-101) con capacidad de 140 L.
- ✓ Una (1) Bomba centrífuga de dos (2) HP de potencia (P-101), la cual alimenta las columnas de intercambio iónico.

- ✓ Un (1) Rotámetro (R-101) para líquido, el cual está graduado en un rango comprendido entre cero (0) a cien (100) %, el cual regula el flujo de agua de alimentación al sistema.
 - ✓ Dos (2) columnas de intercambio iónico, una de intercambio catiónico (C-101) y una de intercambio aniónico (C-102), para capturar por medio de resinas los iones presentes en el agua y reducir su dureza.
1. Verificar primordialmente que todas las válvulas del sistema se encuentren totalmente cerradas.
 2. Abrir las válvulas V-101, V-102, V-103, V-104, V-105 y V-128, para dar inicio al llenado del tanque T-101.
 3. Cuando el nivel del tanque T-101 alcance el 70% de su capacidad, realizar el encendido de la bomba P-101 y abrir parcialmente las válvulas V-107, V-108, V-109, V-110, V-117 y V-118.
 4. Manipulando la válvula V-106, fijar en el rotámetro R-101 el flujo de agua cruda en 3 L/min., este será el caudal de agua que circulará hacia las columnas de intercambio iónico.
 5. Permitir el paso de agua por 10 minutos, y al cabo de este tiempo tomar en un beaker una muestra del agua tratada y medir su conductividad.
 6. Si la conductividad es mayor a 10 μS , dejar circular el agua y tomar muestras cada 5 minutos, hasta que la conductividad reportada se encuentre por debajo de los 10 μS . Una vez alcanzado el valor deseado de conductividad, abrir la válvula V-111 y cerrar las válvulas V-117 y V-118.
 7. Verificar la lectura en el analizador de conductividad en línea CI.
 8. Finalizado el llenado del tanque T-202, apagar la bomba P-101 y cerrar todas las válvulas. En Figura 18 incorporada en los anexos del presente trabajo, se puede observar el diagrama de flujo de proceso (DFP-01), el cual muestra el sistema a utilizar para producir el agua base o agua desionizada.

APÉNDICE 1.C_ Determinación del Punto Fácible de Inyección de CO₂ y Medición de pH.

1. Han sido establecidos tres (3) puntos de inyección bien definidos en el sistema, estos son, como han sido mencionados con anterioridad, la entrada al tanque TK-202, la salida de la bomba P-201 y la entrada al rotámetro R-201.
2. Se constituye alguno de los puntos de inyección y se procede a iniciar la introducción del CO₂ a un flujo de 250 ml/min., previamente el sistema de formación de incrustaciones debe estar en operación como se detalla en la metodología. todas las mediciones de pH se realizarán en el tanque TK-202.
3. Realizar mediciones de pH cada 5 minutos por los primeros 30 minutos, luego tomar lecturas cada 30 minutos por 4 horas y media.
4. Se realiza el mismo procedimiento (Pasos N° 2 y N° 3) para los dos (2) puntos de inyección restantes.
5. Se efectúan las curvas características de pH en función del tiempo y se observan y analizan las tendencias, la curva con menor inclinación (menores valores de pH) establece el punto óptimo de inyección.

APÉNDICE 1.D_ Manual de Operación de Lavado y Acondicionamiento del Equipo Dinámico de Incrustaciones, ubicado en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Central de Venezuela.

1. Comprobar que todas las válvulas del sistema estén cerradas, excepto la válvula de retorno V-202, que fue manipulada previamente para calibrar el rotámetro R-201, y que siempre se mantendrá semi-abierta.
2. Abrir la válvula V-101 para dar inicio al llenado del tanque TK-201 con agua cruda hasta completar el 75% del nivel del mismo. Adicionalmente se le da apertura a la válvula V-203 que permitirá la circulación plena del flujo. Encender la bomba P-201, para realizar la primera corrida de lavado en el sistema.

3. Mantener la circulación de agua en todo el sistema por quince (15) minutos.
4. Transcurridos los 15 minutos se procede a apagar la bomba P-202.
5. Abrir la válvula V-204 que permite el drenaje del agua usada en el lavado.
6. Se repite el paso N° 2.
7. Se agregan al tanque TK-201, 26,1 mL. de ácido clorhídrico (HCl) al 30,61%, para realizar la depuración; es importante destacar que este compuesto ha sido usado con anterioridad como método químico para la remoción de incrustaciones, con la finalidad de disminuir el pH del agua y promover su disolución, pero no resulta una técnica realmente efectiva dado a que hay que aplicarlo con especial atención para prevenir problemas como la corrosión (Larson y Skold, 1958), por lo que se utiliza la cantidad requerida para solo el lavado y depurado de los depósitos y/u obstrucciones que puedan contener o estar adheridas en las paredes internas de la tubería
8. Repetir del paso N° 3 al N° 6.
9. Se agregan al tanque TK-202 16,3 mL. de Soda Cáustica (NaOH) al 49%.
10. Repetir del paso N° 3 al N° 5.

APÉNDICE 1.E_Cálculos Tipos

1.- Determinación de la cantidad de Reactivos Químicos para la preparación de 15 litros de Agua Sintética.

$$C_{REACTIVO} = C_{NORMA} * V_{SOLUCIÓN} \quad \text{Ecuación 16}$$

Donde:

$C_{REACTIVO}$: Cantidad de Reactivo para la preparación de Agua Sintética (g).

C_{NORMA} : Cantidad de Reactivo que dicta la Norma NACE TM-0374 (g/L).

$V_{SOLUCIÓN}$: Volumen de la Solución a preparar de cada reactivo (L).

Para la Solución 1 (7,5 L):

$$C_{\text{REACTIVO}}(\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 12,15 \frac{\text{g}}{\text{L}} * 7,5\text{L}$$

$$C_{\text{REACTIVO}}(\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 91,25 \text{g}$$

$$C_{\text{REACTIVO}}(\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 3,68 \frac{\text{g}}{\text{L}} * 7,5\text{L}$$

$$C_{\text{REACTIVO}}(\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 27,60 \text{g}$$

$$C_{\text{REACTIVO}}(\text{NaCl}) = 33,00 \frac{\text{g}}{\text{L}} * 7,5\text{L}$$

$$C_{\text{REACTIVO}}(\text{NaCl}) = 247,50 \text{g}$$

Para la Solución 2 (7,5 L):

$$C_{\text{REACTIVO}}(\text{NaHCO}_3) = 7,36 \frac{\text{g}}{\text{L}} * 7,5\text{L}$$

$$C_{\text{REACTIVO}}(\text{NaHCO}_3) = 55,20 \text{g}$$

$$C_{\text{REACTIVO}}(\text{NaCl}) = 33,00 \frac{\text{g}}{\text{L}} * 7,5\text{L}$$

$$C_{\text{REACTIVO}}(\text{NaCl}) = 247,50 \text{g}$$

2.- Determinación de la Masa Incrustada.

$$M_{\text{INC}} = M_{\text{FINAL}} - M_{\text{INICIAL}} \quad \text{Ecuación 17}$$

Donde:

M_{INC} : Masa incrustada de Carbonato de Calcio (g).

M_{INICIAL} : Masa inicial de los anillos Pall (g).

M_{FINAL} : Masa final de los anillos Pall incrustados (g).

$$M_{\text{INC}} = 55,0493 \text{g} - 54,4651 \text{g}$$

$$M_{\text{INC}} = 0,5842 \text{g}$$

Este cálculo se realizó para todas las pruebas tanto en régimen dinámico como en estático.

3.- Determinación de la Relación de Incrustación.

$$R_{INC} = \frac{M_{INICIAL}}{M_{FINAL}} \quad \text{Ecuación 18}$$

Donde:

R_{INC} : Relación de Incrustación (Adimensional).

$$R_{INC} = \frac{54,4651g}{55,0493g}$$

$$R_{INC} = 0,9894$$

Este cálculo se realizó para todas las pruebas tanto en régimen dinámico como en estático.

4.- Determinación de la Densidad del Agua Sintética.

$$D_{AS} = \frac{M_{FINAL.PICNÓMETRO} - M_{PICNÓMETRO}}{V_{PICNÓMETRO}} \quad \text{Ecuación 19}$$

Donde:

D_{AS} : Densidad del Agua Sintética (g/mL).

$M_{FINAL.PICNÓMETRO}$: Masa Final del Picnómetro con el Agua Sintética (g).

$M_{PICNÓMETRO}$: Masa Inicial del Picnómetro (g).

$V_{PICNÓMETRO}$: Volumen del Picnómetro (mL).

$$D_{AS} = \frac{25,8900g - 15,9043g}{10mL}$$

$$D_{AS} = 0,9986 \frac{g}{mL} \approx 1 \frac{g}{mL}$$

5.- Determinación de la Masa de Bi-Fosfato de Sodio y Tri-Fosfato de Sodio a emplear.

$$M_{INHIBIDOR} = C_{INHIBIDOR} * V_{SOLUCIÓN} \quad \text{Ecuación 20}$$

Donde:

$M_{INHIBIDOR}$: Masa del Inhibidor (Bi-Fosfato o Tri-Fosfato de Sodio) empleado (g).

$C_{INHIBIDOR}$: Concentración de Inhibidor en el Sistema (ppm).

$$M_{INHIBIDOR} = 2000 \frac{mgInhidor}{L} * 15L * 1 \frac{g}{1000mg}$$

$$M_{INHIBIDOR} = 30g$$

6.- Determinación de la Densidad de los Agentes Químicos Orgánicos.

$$D_{AQO} = \frac{M_{FINALPICNÓMETRO} - M_{PICNÓMETRO}}{V_{PICNÓMETRO}} \quad \text{Ecuación 21}$$

Donde:

D_{AQO} : Densidad del Agente Químico Orgánico (g/mL).

Para el INTAV™ (Aloe vera al 15 % p/p):

$$D_{AQO} = \frac{26,3155g - 15,8873g}{10mL}$$

$$D_{AQO} = 1,0428 \frac{g}{mL}$$

Para la proteína de Extracto de Aceite de Mango:

$$D_{AQO} = \frac{24,0322g - 15,8870g}{10mL}$$

$$D_{AQO} = 0,8145 \frac{g}{mL}$$

7.- Determinación del Volumen de *Aloe vera* y Extracto de Mango a emplear como Inhibidor.

$$V_{AQO} = \frac{M_{AQO}}{D_{AQO}} \quad \text{Ecuación 22}$$

Donde:

V_{AQO} : volumen del agente Químico Orgánico empleado (mL).

M_{AQO} : Masa del Agente Químico Orgánico empleado (g).

Para el INTAVTM (*Aloe vera* al 15 % p/p):

$$V_{AQO} = \frac{30g}{1,0428 \frac{g}{mL}}$$

$$V_{AQO} = 28,8mL$$

Para la proteína de Extracto de Aceite de Mango:

$$V_{AQO} = \frac{30g}{0,8145 \frac{g}{mL}}$$

$$V_{AQO} = 36,83mL$$

8.- Determinación del Número de Reynolds (Re).

$$Re = \frac{\rho * V * D}{\mu} \quad \text{Ecuación 23}$$

Donde:

Re: Número de Reynolds (Adimensional).

ρ : Densidad (g/mL).

V: Velocidad (cm/min).

D: Diámetro de Tubería (cm).

μ : Viscosidad (Pa.s)

$$\text{Re} = \frac{2,54\text{cm} * 5920,5\text{cm}/\text{min} * 1\text{g}/\text{cm}^3}{1,019\text{g}/\text{cm} * \text{s} * 60\text{s}/\text{min} * 0,01}$$

$$\text{Re} = 24596,37$$

Este cálculo se realizó para todas las pruebas en régimen dinámico.

9.- Determinación de la Dureza Cálcica.

$$D_{Ca} = \frac{V_{EDTA} * M_{EDTA} * PA_{Ca} * 10^3}{V_{SOL}} \quad \text{Ecuación 24}$$

Donde:

D_{Ca} : Dureza Cálcica (ppm).

V_{EDTA} : Volumen gastado de EDTA (mL).

M_{EDTA} : Molaridad de EDTA (M).

PA_{Ca} : Peso Atómico del Calcio (mol/g).

V_{SOL} : Volumen de la Solución (L).

$$D_{Ca} = \frac{15,3mL * 0,0107M * 40,05 \frac{g}{mol} * 1000 \frac{mg}{g}}{10mL}$$

$$D_{Ca} = 655,65 ppm$$

10.- Determinación del Porcentaje de Diferencia entre Concentraciones de Calcio.

$$(\%)DIFERENCIA : \frac{V_1 - V_2}{V_1} * 100 \quad \text{Ecuación 25}$$

Donde:

(%) DIFERENCIA: Porcentaje de Diferencia entre Concentraciones de Calcio (%).

V₁: Valor de Concentración de Calcio 1 (ppm).

V₂: Valor de Concentración de Calcio 2 (ppm).

$$(\%)DIFERENCIA : \frac{886,95 ppm - 753,07 ppm}{886,95 ppm} * 100$$

$$(\%)DIFERENCIA : 15,09\%$$

11.- Determinación de la Desviación Estándar.

$$s^2 = \pm \sqrt{\sum (V_x - \bar{V})^2} \quad \text{Ecuación 26}$$

Donde:

s²: Desviación Estandar (Unidad de Medida).

\bar{V} : Promedio de Concentración de Calcio (ppm).

$$s^2 = \pm \sqrt{(886,95 ppm - 820,01 ppm)^2 + (753,07 ppm - 820,01 ppm)^2}$$

$$s^2 = \pm 96,8120 ppm$$

12.- Determinación del Porcentaje de Incrustaciones Retirado.

$$\%_{\text{RETIRO}} = \frac{M_{\text{FINAL}} - M_{\text{FINALII}}}{M_{\text{INC}}} * 100 \quad \text{Ecuación 27}$$

Donde:

$\%_{\text{RETIRO}}$: Porcentaje de Incrustaciones Retirado (%).

$M_{\text{FINAL.II}}$: Masa de los Anillos con las incrustaciones restantes (g).

$$\%_{\text{RETIRO}} = \frac{54,9251\text{g} - 54,3666\text{g}}{0,6753\text{g}} * 100$$

$$\%_{\text{RETIRO}} = 82,70\%$$

APÉNDICE 1.F Tablas de Resultados

Tabla 17. Resultados obtenidos para los Ensayos de Incrustación a Régimen Estático.

Tiempo de inyección de CO ₂ (h)	Masa Inicial de los Anillos (g)	Masa Final de los Anillos. (g)	Relación de Incrustación (adim.)	Masa de Incrustación. (g)
0	54,2559	54,7803	0,9904	0,4471
½	54,4651	55,0468	0,9894	0,5817
1	54,3458	54,9671	0,9887	0,6214
6	54,4834	55,2124	0,9868	0,7290
24	54,3359	55,4042	0,9807	1,0683

Tabla 18. Resultados obtenidos para los Ensayos de Incrustación a Régimen Dinámico con Barrido de Flujo de CO₂

Flujo de CO₂ (mL/min)	Masa Inicial de los Anillos (g)	Masa Final de los Anillos. (g)	Relación de Incrustación (adim.)	Masa de Incrustación. (g)
200	54,4556	54,9493	0,9910	0,4937
250	54,4651	55,0283	0,9898	0,5632
300	54,3458	54,9664	0,9887	0,6206

Tabla 19. Resultados obtenidos para los Ensayos de Incrustación a Régimen Dinámico con Barrido de Flujo de Agua Sintética.

Flujo de Agua Sintética (L/min)	Masa Inicial de los Anillos (g)	Masa Final de los Anillos. (g)	Relación de Incrustación (adim.)	Masa de Incrustación. (g)
15	54,4537	55,4278	0,9824	0,9741
20	54,3986	55,3385	0,9830	0,9489
30	54,4004	55,2464	0,9847	0,8460
40	54,4323	55,0638	0,9885	0,6315
45	54,4267	54,9099	0,9912	0,4832

Tabla 20. Resultados obtenidos para los Ensayos de Incrustación a Régimen Dinámico con Barrido de Temperatura.

Temperatura de operación (°C)	Masa Inicial de los Anillos (g)	Masa Final de los Anillos. (g)	Relación de Incrustación (adim.)	Masa de Incrustación. (g)
40 ± 1	54,2448	54,5546	0,9943	0,3098
45 ± 1	53,9553	54,2866	0,9939	0,3313
50 ± 1	54,4115	54,7760	0,9933	0,3645
55 ± 1	54,2987	54,8957	0,9891	0,5970
60 ± 1	54,2874	55,2038	0,9834	0,9163

Tabla 21. Resultados obtenidos en los Ensayos con Inclusión de Inhibidores de Incrustación en presencia de CO₂ para cada Régimen Establecido.

Régimen	Inhibidor	Masa Inicial de los Anillos (g)	Masa Final de los Anillos. (g)	Relación de Incrustación (adim.)	Masa de Incrustación. (g)
Estático	INTAV™	54,4978	55,6098	0,9800	1,1120
	Extracto de aceite de Mango	54,3817	55,4556	0,9806	1,0739
	Bi-Fosfato	54,1949	54,7755	0,9894	0,5806
	Tri-Fosfato	54,2134	54,6561	0,9919	0,4427
Dinámico	INTAV™	54,4853	55,6080	0,9798	1,1228
	Extracto de aceite de Mango	54,0709	55,0884	0,9815	1,0175
	Bi-Fosfato	53,9550	54,5779	0,9886	0,6229
	Tri-Fosfato	54,0041	54,4593	0,9916	0,4551

Tabla 22. Resultados obtenidos de la Evaluación de los Agentes Químicos Orgánicos con Saturación de CO₂ y en Ausencia del mismo.

Agente Químico empleado	Ensayo	Masa Inicial de los Anillos (g)	Masa Final de los Anillos. (g)	Relación de Incrustación (adim.)	Masa de Incrustación. (g)
INTAV™ Aloe vera 15%p/p	Sin CO₂	54,1123	54,5204	0,9925	0,4081
	Con CO₂	54,3976	54,9656	0,9897	0,5680
Proteína de Extracto de Mango	Sin CO₂	53,9897	54,3640	0,9931	0,3743
	Con CO₂	54,4021	54,9461	0,9901	0,5440

ANEXO

NACE INTERNATIONAL STANDARD TEST METHOD

**NACE International
Standard
Test Method**

**Laboratory Screening Tests to Determine the Ability
of Scale Inhibitors to Prevent the Precipitation of Calcium
Sulfate and Calcium Carbonate from Solution
(for Oil and Gas Production Systems)**

Contents

1. General.....	1
2. Calcium Sulfate Precipitation Test.....	1
3. Calcium Carbonate Precipitation Test.....	2
4. Percent Inhibition Calculation.....	4
References.....	4

TM0374-2001

Section 1: General

1.1 The test methods described in this standard are static laboratory screening tests designed to give a measure of the ability of scale inhibitors to prevent the precipitation of calcium carbonate and calcium sulfate from solution at 71°C (160°F).

1.2 These test methods are recommended only for ranking the performance of different scale inhibitors under laboratory conditions set by these methods. They are not intended to provide actual field treating rates.

1.3 Many factors, such as reaction kinetics, fluid velocity and composition, variable temperatures and pressures, scale adherence, and solids dispersion can significantly affect actual scale deposition under field conditions. Detailed consideration of these parameters is deemed to be

outside the scope of this standard. However, field conditions, field brine composition, and other variables noted above should be considered at some point in scale inhibitor evaluation prior to final scale inhibitor selection for field use.

1.4 Tests should be conducted at various scale inhibitor concentrations in order to obtain a better understanding of performance under laboratory conditions set by these methods. The scale inhibitor concentration required for a field application is likely to be different from that determined under these laboratory conditions.

1.5 This standard lists the necessary apparatus, reagents, and procedures for conducting these laboratory screening tests.

Section 2: Calcium Sulfate Precipitation Test

2.1 This section lists the apparatus, solutions, and procedure for conducting the calcium sulfate precipitation screening test.

2.2 Apparatus and Solutions

2.2.1 Constant-temperature water bath or forced-draft oven with the capability of maintaining the specified temperature within $\pm 1^\circ\text{C}$ ($\pm 2^\circ\text{F}$).

2.2.2 Clean and dust-free glass test cells (approximately 125-mL [4-oz] bottles with positive seals).

2.2.3 Synthetic brines prepared with distilled or deionized water, as follows:

2.2.3.1 Calcium-containing brine: 7.50 g/L NaCl (ACS⁽¹⁾ reagent grade); 11.10 g/L $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (ACS reagent grade).

2.2.3.2 Sulfate-containing brine: 7.50 g/L NaCl (ACS reagent grade); 10.66 g/L Na_2SO_4 (ACS reagent grade).

2.2.3.3 Note: Very small quantities of insoluble materials may remain after the specified reagents have completely dissolved. For consistency of results, solutions shall be filtered through a 0.45- μm filter.

2.2.4 Apparatus for reproducibly delivering 50 \pm 0.5 mL, e.g., graduated cylinders or volumetric pipets.

2.2.5 One percent by weight (1 wt%) and 0.1 wt% dilutions of the as-received scale inhibitors to be tested, prepared with deionized water.

2.2.6 Graduated measuring pipets in the following sizes: 0.1, 0.5, and 1.0 mL.

2.2.7 Standard reagents and apparatus for determination of calcium concentration in accordance with ASTM⁽²⁾ D 511,¹ ASTM D 1126,² APHA⁽³⁾ *Standard Test Methods for the Examination of Water and Wastewater* (Part 300),⁴ or another accepted test method.

2.3 Test Procedure

2.3.1 Pipet the desired amount of scale inhibitor into each test cell using the 1 wt% and 0.1 wt% dilutions. The 0.1 wt% dilution shall be used for tests in which scale inhibitor loadings are less than 10 mg/L. Run duplicates of each concentration.

⁽¹⁾ American Chemical Society (ACS), 1155 16th St. NW, Washington, DC 20003.

⁽²⁾ American Society for Testing and Materials (ASTM), 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428.

⁽³⁾ American Public Health Association (APHA), 1015 St. NW, Washington, DC 20005.

TM0374-2001

2.3.2 Prepare duplicate blanks as follows:

2.3.2.1 Set aside two samples of the calcium-containing brine (50 mL each). Determine the calcium ion concentration of the blanks before precipitation in accordance with Paragraph 2.3.8 and divide each value by 2.

2.3.2.2 Prepare and handle the blanks after precipitation as described in Paragraphs 2.3.3 through 2.3.8, but do not include a scale inhibitor.

2.3.3 Add 50 mL of sulfate-containing brine to the test cell and mix well. Add 50 mL of calcium-containing brine to the test cell.

2.3.4 Cap the test cell immediately and agitate to mix the brines and the scale inhibitor thoroughly.

2.3.5 Place all test cells and blanks in a forced-draft oven or immerse to 75% of their lengths in a water bath at $71 \pm 1^\circ\text{C}$ ($160 \pm 2^\circ\text{F}$) for 24 hours.

2.3.6 Remove the test cells after the 24-hour exposure and avoid agitation. Allow the test cells to cool to $25 \pm 5^\circ\text{C}$ ($77 \pm 9^\circ\text{F}$) for a time not to exceed two hours.

2.3.7 Pipet 1 mL of the test brine to a suitable vessel, avoiding the transfer of calcium sulfate crystals, and dilute with distilled water, deionized water, or as otherwise specified in the calcium determination method to be used.

2.3.8 Determine the calcium ion concentration by procedures given in ASTM D 511, ASTM D 1126, APHA *Standard Test Methods for the Examination of Water and Wastewater* (Part 300), or another accepted test method. NOTE: Calcium ion concentration values for duplicate test samples often differ by 2% or more. A 5% difference is considered unacceptable and shall be cause for rerunning the test.

2.3.9 Report the average of the duplicate calcium ion concentration values as mg/L calcium sulfate retained in solution for each inhibitor test concentration and the blank.

2.3.10 Percent inhibition may be calculated in accordance with Paragraph 4.1 and reported.

2.3.11 Representative data from the evaluation of three scale inhibitors are given in Table 1. These data are examples only and do not reflect experimental precision. These data indicate that scale inhibitor A is most effective. Note: Costs of the scale inhibitors have not been considered.

TABLE 1—Calcium Sulfate Retained in Solution (as Calcium Sulfate, mg/L)

Scale Inhibitor	1 mg/L	3 mg/L	5 mg/L	10 mg/L	20 mg/L
A	5,140	5,140	5,140	5,140	5,140
B	4,080	4,352	4,896	5,068	5,140
C	4,896	5,103	5,140	5,140	5,140

Blank (after precipitation): 3,808 mg/L

Blank (before precipitation): 5,140 mg/L

Section 3: Calcium Carbonate Precipitation Test

3.1 This section lists the apparatus, solutions and procedure for conducting the calcium carbonate precipitation screening test.

3.2 Apparatus and Solutions

3.2.1 A regulated source of carbon dioxide (CO_2). All recognized grades of CO_2 are suitable for this test.

3.2.2 Constant-temperature water bath or forced-draft oven with the capability of maintaining the specified temperature within $\pm 1^\circ\text{C}$ ($\pm 2^\circ\text{F}$).

3.2.3 Clean and dust-free glass test cells (approximately 125-mL [4-oz] bottles with positive seals). Caution: The amount of vapor space above the test solutions in Paragraph 3.3.5 will affect the test results. To maximize the validity and reproducibility of test results, choose test cells that vary in capacity (volume) when sealed by 5% or less; that is, $V_r = V \pm 0.025 V$, where V_r equals the desired range of test cell capacities and V equals the mean test capacity.

TM0374-2001

- 3.2.4 Fritted-glass gas dispersion tube(s) (medium or coarse porosity rating).
- 3.2.5 Synthetic brines prepared with distilled or deionized water, as follows:
- 3.2.5.1 Calcium-containing brine: 12.15 g/L $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (ACS reagent grade); 3.68 g/L $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (ACS reagent grade); 33.0 g/L NaCl (ACS reagent grade).
- 3.2.5.2 Bicarbonate-containing brine: 7.36 g/L NaHCO_3 (ACS reagent grade); 33.0 g/L NaCl (ACS reagent grade).
- 3.2.5.3 Note: Very small quantities of insoluble materials may remain after the specified reagents have completely dissolved. For consistency of results, the solutions shall be filtered through a 0.45- μm filter.
- 3.2.6 Apparatus for reproducibly delivering 50 \pm 0.5 mL, e.g., graduated cylinders or volumetric pipets.
- 3.2.7 One percent by weight (1 wt%) and 0.1 wt% dilutions of the as-received scale inhibitors to be tested, prepared with deionized water.
- 3.2.8 Graduated measuring pipets in the following sizes: 0.1, 0.5, and 1.0 mL.
- 3.2.9 Standard reagents and apparatus for determination of calcium concentration in accordance with ASTM D 511, ASTM D 1126, *APHA Standard Test Methods for the Examination of Water and Wastewater* (Part 300), or another accepted test method.
- 3.3 Test Procedure
- 3.3.1 Pipet the desired amount of inhibitor into each test cell using the 1 wt% and 0.1 wt% dilutions. The 0.1 wt% dilution shall be used for tests in which scale inhibitor loadings are less than 10 mg/L. Run duplicates of each concentration.
- 3.3.2 Prepare duplicate blanks as follows:
- 3.3.2.1 Set aside two samples of the calcium-containing brine (50 mL each). Determine the calcium ion concentration of the blanks before precipitation in accordance with Paragraph 3.3.9 and divide each value by 2.
- 3.3.2.2 Prepare and handle the blanks after precipitation according to Paragraphs 3.3.3 through 3.3.9, but do not include a scale inhibitor.
- 3.3.3 Saturate both the calcium- and bicarbonate-containing brines with CO_2 immediately before using. Accomplish saturation at room temperature by bubbling CO_2 through a fritted-glass gas dispersion tube immersed to the bottom of the container. A rate of 250 mL/min of CO_2 for 30 minutes will be sufficient to saturate up to 1 L of each brine simultaneously. A tee may be used to split the gas flow for this purpose.
- 3.3.4 Add 50 mL of bicarbonate-containing brine to the test cell and mix well. Add 50 mL of calcium-containing brine to the test cell.
- 3.3.5 Cap the test cell immediately and agitate to mix the brines and the scale inhibitor thoroughly. The test cells must be capped tightly to avoid loss of CO_2 . Note: Pressure will build in the test cells as the CO_2 -saturated test brine approaches and reaches the test temperature. Rupture of the test cells has not been reported, yet it is a potential hazard associated with this test procedure. Safety precautions must be employed to address this potential hazard. Also, an improperly sealed test cell may lead to pressure release, a resulting test brine compositional change, and an invalid test result.
- 3.3.6 Place all test cells and blanks in a forced-draft oven or immerse to 75% of their lengths in a water bath at 71 \pm 1°C (160 \pm 2°F) for 24 hours.
- 3.3.7 Remove the test cells after the 24-hour exposure and avoid agitation. Allow the test cells to cool to 25 \pm 5°C (77 \pm 9°F) for a time not to exceed two hours.
- 3.3.8 Pipet 1 mL of the test brine to a suitable vessel, avoiding the transfer of calcium carbonate crystals, and dilute with distilled water, deionized water, or as otherwise specified in the calcium determination method to be used.
- 3.3.9 Determine the calcium ion concentration by procedures given in ASTM D 511, ASTM D 1126, *APHA Standard Test Methods for the Examination of Water and Wastewater* (Part 300), or another accepted test method. NOTE: Calcium ion concentration values for duplicate test samples often differ by 2% or more. A 5% difference is considered unacceptable and shall be cause for rerunning the test.
- 3.3.10 Report the average of the duplicate calcium concentration values as mg/L calcium carbonate retained in solution for each inhibitor test concentration and the blank.
- 3.3.11 Percent inhibition may be calculated in accordance with Paragraph 4.1 and reported.
- 3.3.12 Representative data from the evaluation of three scale inhibitors are given in Table 2. These data are examples only and do not reflect experimental precision. These data indicate that scale inhibitor C is most effective. Note: Costs of the scale inhibitors have not been considered.

TM0374-2001

TABLE 2—Calcium Carbonate Retained in Solution (as Calcium Carbonate, mg/L)

Scale Inhibitor	1 mg/L	3 mg/L	5 mg/L	10 mg/L	20 mg/L
A	3,000	3,400	3,800	4,000	4,140
B	3,500	4,000	4,100	4,100	4,100
C	3,600	4,140	4,140	4,140	4,140

Blank (after precipitation): 2,600 mg/L

Blank (before precipitation): 4,140 mg/L

Section 4: Percent Inhibition Calculation

4.1 Percent inhibition values may be calculated as shown in Equation (1):

$$\% \text{ Inhibition} = \frac{C_a - C_b}{C_c - C_b} \times 100 \quad (1)$$

Where:

C_a = Ca^{2+} concentration in the treated sample after precipitation

C_b = Ca^{2+} concentration in the blank after precipitation

C_c = Ca^{2+} concentration in the blank before precipitation

4.2 Caution: The percent inhibition calculation is for comparative purposes only. It is not intended to reflect the ability of a particular scale inhibitor to prevent scaling in a field application.

References

1. ASTM D 511 (latest revision), "Standard Test Methods for Calcium and Magnesium in Water" (West Conshohocken, PA: ASTM).
2. ASTM D 1126 (latest revision), "Standard Test Method for Hardness in Water" (West Conshohocken, PA: ASTM).
3. APHA, *Standard Test Methods for the Examination of Water and Wastewater* (Part 300) (Washington, DC: APHA).

**MANUAL INSTRUCTIVO DEL PROCEDIMIENTO
EXPERIMENTAL A EMPLEAR JUNTO CON LAS
CARACTERÍSTICAS DEL SISTEMA Y QUE FOMENTE EL
ESTUDIO DEL USO DE INHIBIDORES PARA EVITAR EL
FENÓMENO DE INCRUSTACIÓN EN TUBERÍAS DE AGUA DE
PRODUCCIÓN.**

El estudio del fenómeno de incrustación en tuberías de producción, permite realizar un estudio de la formación e inhibición de los mismos en presencia de CO₂, acercando estos ensayos a la realidad de los pozos a régimen dinámico.

Para llevar a cabo los siguientes ensayos se emplearán 20 anillos Pall de 5/8'' y siguiendo especificaciones dictadas en la Norma Internacional NACE TM-0374, como premisa para la realización de los siguientes ensayos.

1.- Equipo a Emplear para llevar a cabo los Ensayos en Régimen Dinámico.

El equipo empleado para llevar a cabo los ensayos en estado dinámico, está constituido por materiales que no representan riesgos de alteración a las pruebas, además de hacer más factible, en términos económicos, los ensayos de incrustación. A continuación se presentan los elementos presentes en dicho equipo.

- Tanque de vidrio Pirex® (TK-201) con capacidad de 15 L.
- Dos (2) bombas centrífugas modelo Pedrollo (P-201 y P-202) de 1/2 HP de potencia.
- Todo el sistema está constituido por líneas de tubería de PVC de 1 pulgada de diámetro nominal, cedula 80, y con una longitud total de 16 m.
- Un (1) Rotámetro (R-201) para líquido, el cual está graduado en un rango comprendido entre cero (0) a cien (100) L/min.

- Una (1) válvula de globo de acero inoxidable (V-202), a la entrada del rotámetro (R-201).
- Dos (2) válvulas tipo esfera de acero inoxidable distribuidas en el equipo, una para abrir y/o cerrar el paso a la recirculación (empleada junto con la válvula de globo para calibrar el rotámetro) y la otra para la purga o drenaje del sistema (V-201 y V-203).
- El espacio destinado para introducir los anillos Pall donde se generará el fenómeno de incrustación consta de un tramo de tubería de plexiglás transparente de dos (2) pulgadas de diámetro (St-201). Dicha tubería consta además, de dos (2) rejillas o mallas de acero inoxidable de 200 Mesh ubicadas en la salida.
- Un (1) Tanque de aluminio (TK-102) con capacidad de 75 L, donde se almacena el agua desmineralizada.
- Un (1) Tanque de calentamiento de aluminio (TK-202) recubierto con lona aislante y provisto con una (1) resistencia para calentar el fluido, un (1) termostato para regular la temperatura del agua y un (1) termómetro para realizar las mediciones necesarias de temperatura.
- Se empleará un pHmetro de campo marca METTLER TOLEDO modelo MP 220, para realizar las mediciones correspondientes.
- Se cuenta con una planta de agua desmineralizada, en la cual se tratará el agua cruda o agua natural (provista de iones y minerales), para la producción del agua desionizada.

2.- Preparación del Agua Sintética con Propiedades similares a las Aguas de Producción según la Norma NACE TM-0374

El agua sintética se realiza para cumplir con las condiciones de dureza, conductividad, alcalinidad y pH que permite simular las aguas formadas en los pozos de producción.

Para la preparación del agua sintética, se preparan en dos recipientes independientes las siguientes soluciones con las cantidades indicadas para un litro de cada una y obtener 2 litros de solución.

Solución N° 1	12, 15 g/L $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ * 3,68 g/L $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 33,00 g/L NaCl
Solución N° 2	7,36 g/L NaHCO_3 33,00 g/L NaCl

3.- Procedimiento para las Pruebas de Incrustaciones en Régimen Dinámico.

- Comprobar que todas las válvulas del sistema estén cerradas, excepto la válvula de retorno V-202, que fue manipulada previamente para calibrar el rotámetro R-201, y que siempre se mantendrá semi-abierta.
 - Verificar el nivel de agua desmineralizada en el tanque TK-102, el cual debe estar como mínimo lleno un 50%, si no se debe producir nueva agua.
 - Abrir la válvula V-201 para dar comienzo al llenado del tanque TK-201.
 - Al tener el tanque TK-201 lleno en un 20% se procede a cerrar la válvula V-201.
 - Se vierten las soluciones 1 y 2, que formarán en definitiva el agua sintética simuladora de las aguas de producción, preparadas con anterioridad.
 - Abrir la válvula V-201 para completar el 75% de agua sintética en el tanque TK-201.
 - Desprender la tubería de plexiglás para introducir los anillos Pall previamente lavados, removiendo la unión U-203, U-205, de esta forma se retira el tubo de prueba y se procede a desprender la unión U-204 para introducir los anillos.
 - Colocar la sección de tubería nuevamente en su lugar para comenzar la prueba.

-
- Encender la bomba P-201 para hacer circular el agua sintética por todo el sistema en estudio.
 - Realizar el encendido de la resistencia y fijar el valor de temperatura a 60 ± 1 °C mediante la manipulación del termostato, finalmente encender la bomba P-202 que permite la circulación del agua de calentamiento.
 - Fijar el caudal de agua con el rotámetro R-201 a 30 L/min, manipulando la válvula V-203.
 - Abrir la válvula de salida de la bombona de CO₂ que se encuentra en la entrada del Rotámetro (R-201), manipulando el manómetro hasta alcanzar un flujo de 300 mL/min.
 - Agregar 2000 ppm del Agente Químico a emplear como inhibidor en el tanque TK-201.
 - El equipo se deja trabajando por un período de tiempo de 24 horas.
 - Luego de transcurrido el tiempo de trabajo del equipo, se apagan las bombas P-201 y P-202, así como la resistencia.
 - Abrir la válvula V-204, para desechar el agua del tanque y de la tubería por diferencia de gravedad.
 - Desprender la tubería de plexiglás con sumo cuidado para extraer los anillos Pall ya incrustados, removiendo la unión U-203, U-205, de esta forma se retira el tubo de prueba y se procede a desprender la unión U-204 para obtener los anillos y realizar los análisis pertinentes.
 - Se coloca el tubo de prueba en su lugar.

4.- Procedimiento para el Lavado del Equipo en Régimen Dinámico.

- Comprobar que todas las válvulas del sistema estén cerradas, excepto la válvula de retorno V-202, que fue manipulada previamente para calibrar el rotámetro R-201, y que siempre se mantendrá semi-abierta.

- Abrir la válvula V-101 para dar inicio al llenado del tanque TK-201 con agua cruda hasta completar el 75% del nivel del mismo. Adicionalmente se le da apertura a la válvula V-203 que permitirá la circulación plena del flujo. Encender la bomba P-201, para realizar la primera corrida de lavado en el sistema.
- Mantener la circulación de agua en todo el sistema por quince (15) minutos.
- Transcurridos los 15 minutos se procede a apagar la bomba P-202.
- Abrir la válvula V-204 que permite el drenaje del agua usada en el lavado.
- Se repite el paso N° 2.
- Se agregan al tanque TK-201, 26,1 mL. de Ácido Clorhídrico (HCl) al 30,61%, para realizar la depuración;
- Repetir del paso N° 3 al N° 6.
- Se agregan al tanque TK-202 16,3 mL. de Soda Cáustica (NaOH) al 49%.
- Repetir del paso N° 3 al N° 5.

APÉNDICES

APÉNDICE 1.A- Manual de Lavado y Acondicionamiento de los Anillos Pall de 5/8” de Acero Inoxidable.

- 1.* Determinar y seleccionar el número de anillos totales necesarios para la realización de todas las pruebas tanto estáticas como dinámicas, con la finalidad de optimizar el tiempo de trabajo y realizar este acondicionamiento la menor cantidad posible de veces.
- 2.* Sumergir los anillos en un beaker con suficiente propanol, por un período de cinco (5) minutos con el fin de retirar la grasa e impurezas que puedan contener.
- 3.* Retirar los anillos cuidadosamente del propanol y ser colocados sobre una superficie absorbente que permita el secado de los mismos.
- 4.* Introducir los anillos a la estufa a una temperatura de 60 °C, por un periodo de un día (24 horas), para ser secados completamente y evitar remanentes de propanol.
- 5.* Concluido el período de secado, son retirados de la estufa para continuar con el acondicionamiento, los anillos no deben ser manipulados para evitar su contaminación por la grasa corporal.
- 6.* Sumergirlos en una solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4) al 30% p/p, durante un (1) minuto; con el fin de generar porosidad y rugosidad en las paredes del material y así tener un mayor número de sitios de nucleación.
- 7.* Retirar los anillos de la solución de H_2SO_4 y lavarlos con agua destilada para evitar que el ácido sulfúrico siga actuando sobre su superficie. Repetir el paso N° 4.
- 8.* Finalmente los anillos son retirados de la estufa y estarán aptos para las pruebas de incrustaciones, cumpliendo con los requerimientos experimentales. Deben ser almacenados en recipientes limpios y sellados de modo que no sean

contaminados ni expuestos a alteraciones que puedan afectar el acondicionamiento previo.

APÉNDICE 1.B_ Manual de Operación y puesta en marcha de la Planta Desmineralizadora de Agua, ubicada en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU), perteneciente a la Escuela de Ingeniería Química de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Central de Venezuela.

En la Figura 17 se muestra una fotografía del sistema y seguidamente se detalla la manera como está conformada tanto por los equipos como por accesorios:



Figura 42. Planta Desmineralizadora de Agua.

- ✓ Dos (2) filtros, el primero de cartucho para agua (FIL-101) y el segundo de arena (FIL-102) colocados en secuencia para depurar el agua de alimentación al sistema.
- ✓ Tanque de almacenamiento de agua (TK-101) con capacidad de 140 L.
- ✓ Una (1) Bomba centrífuga de dos (2) HP de potencia (P-101), la cual alimenta las columnas de intercambio iónico.

✓ Un (1) Rotámetro (R-101) para líquido, el cual está graduado en un rango comprendido entre cero (0) a cien (100) %, el cual regula el flujo de agua de alimentación al sistema.

✓ Dos (2) columnas de intercambio iónico, una de intercambio catiónico (C-101) y una de intercambio aniónico (C-102), para capturar por medio de resinas los iones presentes en el agua y reducir su dureza.

1. Verificar primordialmente que todas las válvulas del sistema se encuentren totalmente cerradas.

2. Abrir las válvulas V-101, V-102, V-103, V-104, V-105 y V-128, para dar inicio al llenado del tanque T-101.

3. Cuando el nivel del tanque T-101 alcance el 70% de su capacidad, realizar el encendido de la bomba P-101 y abrir parcialmente las válvulas V-107, V-108, V-109, V-110, V-117 y V-118.

4. Manipulando la válvula V-106, fijar en el rotámetro R-101 el flujo de agua cruda en 3 L/min., este será el caudal de agua que circulará hacia las columnas de intercambio iónico.

5. Permitir el paso de agua por 10 minutos, y al cabo de este tiempo tomar en un beaker una muestra del agua tratada y medir su conductividad.

6. Si la conductividad es mayor a 10 μS , dejar circular el agua y tomar muestras cada 5 minutos, hasta que la conductividad reportada se encuentre por debajo de los 10 μS . Una vez alcanzado el valor deseado de conductividad, abrir la válvula V-111 y cerrar las válvulas V-117 y V-118.

7. Verificar la lectura en el analizador de conductividad en línea CI.

8. Finalizado el llenado del tanque T-202, apagar la bomba P-101 y cerrar todas las válvulas. En Figura 18 incorporada en los anexos del presente trabajo, se puede observar el diagrama de flujo de proceso (DFP-01), el cual muestra el sistema a utilizar para producir el agua base o agua desionizada.

APÉNDICE 1.C_ Determinación del Punto Fácible de Inyección de CO₂ y Medición de pH.

- 1.* Han sido establecidos tres (3) puntos de inyección bien definidos en el sistema, estos son, como han sido mencionados con anterioridad, la entrada al tanque TK-202, la salida de la bomba P-201 y la entrada al rotámetro R-201.
- 2.* Se constituye alguno de los puntos de inyección y se procede a iniciar la introducción del CO₂ a un flujo de 250 ml/min., previamente el sistema de formación de incrustaciones debe estar en operación como se detalla en la metodología. todas las mediciones de pH se realizarán en el tanque TK-202.
- 3.* Realizar mediciones de pH cada 5 minutos por los primeros 30 minutos, luego tomar lecturas cada 30 minutos por 4 horas y media.
- 4.* Se realiza el mismo procedimiento (Pasos N° 2 y N° 3) para los dos (2) puntos de inyección restantes.
- 5.* Se efectúan las curvas características de pH en función del tiempo y se observan y analizan las tendencias, la curva con menor inclinación (menores valores de pH) establece el punto óptimo de inyección.

APÉNDICE 1.D_ Manual de Operación de Lavado y Acondicionamiento del Equipo Dinámico de Incrustaciones, ubicado en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Central de Venezuela.

- 1.* Comprobar que todas las válvulas del sistema estén cerradas, excepto la válvula de retorno V-202, que fue manipulada previamente para calibrar el rotámetro R-201, y que siempre se mantendrá semi-abierta.
- 2.* Abrir la válvula V-101 para dar inicio al llenado del tanque TK-201 con agua cruda hasta completar el 75% del nivel del mismo. Adicionalmente se le da apertura a la válvula V-203 que permitirá la circulación plena del flujo. Encender la bomba P-201, para realizar la primera corrida de lavado en el sistema.

3. Mantener la circulación de agua en todo el sistema por quince (15) minutos.
4. Transcurridos los 15 minutos se procede a apagar la bomba P-202.
5. Abrir la válvula V-204 que permite el drenaje del agua usada en el lavado.
6. Se repite el paso N° 2.
7. Se agregan al tanque TK-201, 26,1 mL. de ácido clorhídrico (HCl) al 30,61%, para realizar la depuración; es importante destacar que este compuesto ha sido usado con anterioridad como método químico para la remoción de incrustaciones, con la finalidad de disminuir el pH del agua y promover su disolución, pero no resulta una técnica realmente efectiva dado a que hay que aplicarlo con especial atención para prevenir problemas como la corrosión (Larson y Skold, 1958), por lo que se utiliza la cantidad requerida para solo el lavado y depurado de los depósitos y/u obstrucciones que puedan contener o estar adheridas en las paredes internas de la tubería
8. Repetir del paso N° 3 al N° 6.
9. Se agregan al tanque TK-202 16,3 mL. de Soda Cáustica (NaOH) al 49%.
10. Repetir del paso N° 3 al N° 5.

APÉNDICE 1.E_ Cálculos Tipos

1.- Determinación de la cantidad de Reactivos Químicos para la preparación de 15 litros de Agua Sintética.

$$C_{REACTIVO} = C_{NORMA} * V_{SOLUCIÓN} \quad \text{Ecuación 16}$$

Donde:

$C_{REACTIVO}$: Cantidad de Reactivo para la preparación de Agua Sintética (g).

C_{NORMA} : Cantidad de Reactivo que dicta la Norma NACE TM-0374 (g/L).

$V_{SOLUCIÓN}$: Volumen de la Solución a preparar de cada reactivo (L).

Para la Solución 1 (7,5 L):

$$C_{\text{REACTIVO}}(\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 12,15 \frac{\text{g}}{\text{L}} * 7,5\text{L}$$

$$C_{\text{REACTIVO}}(\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 91,25 \text{g}$$

$$C_{\text{REACTIVO}}(\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 3,68 \frac{\text{g}}{\text{L}} * 7,5\text{L}$$

$$C_{\text{REACTIVO}}(\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 27,60 \text{g}$$

$$C_{\text{REACTIVO}}(\text{NaCl}) = 33,00 \frac{\text{g}}{\text{L}} * 7,5\text{L}$$

$$C_{\text{REACTIVO}}(\text{NaCl}) = 247,50 \text{g}$$

Para la Solución 2 (7,5 L):

$$C_{\text{REACTIVO}}(\text{NaHCO}_3) = 7,36 \frac{\text{g}}{\text{L}} * 7,5\text{L}$$

$$C_{\text{REACTIVO}}(\text{NaHCO}_3) = 55,20 \text{g}$$

$$C_{\text{REACTIVO}}(\text{NaCl}) = 33,00 \frac{\text{g}}{\text{L}} * 7,5\text{L}$$

$$C_{\text{REACTIVO}}(\text{NaCl}) = 247,50 \text{g}$$

2.- Determinación de la Masa Incrustada.

$$M_{\text{INC}} = M_{\text{FINAL}} - M_{\text{INICIAL}} \quad \text{Ecuación 17}$$

Donde:

M_{INC} : Masa incrustada de Carbonato de Calcio (g).

M_{INICIAL} : Masa inicial de los anillos Pall (g).

M_{FINAL} : Masa final de los anillos Pall incrustados (g).

$$M_{\text{INC}} = 55,0493 \text{g} - 54,4651 \text{g}$$

$$M_{\text{INC}} = 0,5842 \text{g}$$

Este cálculo se realizó para todas las pruebas tanto en régimen dinámico como en estático.

3.- Determinación de la Relación de Incrustación.

$$R_{INC} = \frac{M_{INICIAL}}{M_{FINAL}} \quad \text{Ecuación 18}$$

Donde:

R_{INC} : Relación de Incrustación (Adimensional).

$$R_{INC} = \frac{54,4651g}{55,0493g}$$
$$R_{INC} = 0,9894$$

Este cálculo se realizó para todas las pruebas tanto en régimen dinámico como en estático.

4.- Determinación de la Densidad del Agua Sintética.

$$D_{AS} = \frac{M_{FINAL.PICNÓMETRO} - M_{PICNÓMETRO}}{V_{PICNÓMETRO}} \quad \text{Ecuación 19}$$

Donde:

D_{AS} : Densidad del Agua Sintética (g/mL).

$M_{FINAL.PICNÓMETRO}$: Masa Final del Picnómetro con el Agua Sintética (g).

$M_{PICNÓMETRO}$: Masa Inicial del Picnómetro (g).

$V_{PICNÓMETRO}$: Volumen del Picnómetro (mL).

$$D_{AS} = \frac{25,8900g - 15,9043g}{10mL}$$

$$D_{AS} = 0,9986 \frac{g}{mL} \approx 1 \frac{g}{mL}$$

5.- Determinación de la Masa de Bi-Fosfato de Sodio y Tri-Fosfato de Sodio a emplear.

$$M_{INHIBIDOR} = C_{INHIBIDOR} * V_{SOLUCIÓN} \quad \text{Ecuación 20}$$

Donde:

$M_{INHIBIDOR}$: Masa del Inhibidor (Bi-Fosfato o Tri-Fosfato de Sodio) empleado (g).

$C_{INHIBIDOR}$: Concentración de Inhibidor en el Sistema (ppm).

$$M_{INHIBIDOR} = 2000 \frac{mgInhidor}{L} * 15L * 1 \frac{g}{1000mg}$$

$$M_{INHIBIDOR} = 30g$$

6.- Determinación de la Densidad de los Agentes Químicos Orgánicos.

$$D_{AQO} = \frac{M_{FINALPICNÓMETRO} - M_{PICNÓMETRO}}{V_{PICNÓMETRO}} \quad \text{Ecuación 21}$$

Donde:

D_{AQO} : Densidad del Agente Químico Orgánico (g/mL).

Para el INTAV™ (Aloe vera al 15 % p/p):

$$D_{AQO} = \frac{26,3155g - 15,8873g}{10mL}$$

$$D_{AQO} = 1,0428 \frac{g}{mL}$$

Para la proteína de Extracto de Aceite de Mango:

$$D_{AQO} = \frac{24,0322g - 15,8870g}{10mL}$$

$$D_{AQO} = 0,8145 \frac{g}{mL}$$

7.- Determinación del Volumen de *Aloe vera* y Extracto de Mango a emplear como Inhibidor.

$$V_{AQO} = \frac{M_{AQO}}{D_{AQO}} \quad \text{Ecuación 22}$$

Donde:

V_{AQO} : volumen del agente Químico Orgánico empleado (mL).

M_{AQO} : Masa del Agente Químico Orgánico empleado (g).

Para el INTAV™ (*Aloe vera* al 15 % p/p):

$$V_{AQO} = \frac{30g}{1,0428 \frac{g}{mL}}$$

$$V_{AQO} = 28,8mL$$

Para la proteína de Extracto de Aceite de Mango:

$$V_{AQO} = \frac{30g}{0,8145 \frac{g}{mL}}$$

$$V_{AQO} = 36,83mL$$

8.- Determinación del Número de Reynolds (Re).

$$Re = \frac{\rho * V * D}{\mu} \quad \text{Ecuación 23}$$

Donde:

Re: Número de Reynolds (Adimensional).

ρ : Densidad (g/mL).

V: Velocidad (cm/min).

D: Diámetro de Tubería (cm).

μ : Viscosidad (Pa.s)

$$\text{Re} = \frac{2,54\text{cm} * 5920,5 \text{cm}/\text{min} * 1 \text{g}/\text{cm}^3}{1,019 \text{g}/\text{cm} * \text{s} * 60 \text{s}/\text{min} * 0,01}$$
$$\text{Re} = 24596,37$$

Este cálculo se realizó para todas las pruebas en régimen dinámico.

9.- Determinación de la Dureza Cálcica.

$$D_{Ca} = \frac{V_{EDTA} * M_{EDTA} * PA_{Ca} * 10^3}{V_{SOL}} \quad \text{Ecuación 24}$$

Donde:

D_{Ca} : Dureza Cálcica (ppm).

V_{EDTA} : Volumen gastado de EDTA (mL).

M_{EDTA} : Molaridad de EDTA (M).

PA_{Ca} : Peso Atómico del Calcio (mol/g).

V_{SOL} : Volumen de la Solución (L).

$$D_{Ca} = \frac{15,3mL * 0,0107M * 40,05 \frac{g}{mol} * 1000 \frac{mg}{g}}{10mL}$$

$$D_{Ca} = 655,65 ppm$$

10.- Determinación del Porcentaje de Diferencia entre Concentraciones de Calcio.

$$(\%)DIFERENCIA: \frac{V_1 - V_2}{V_1} * 100 \quad \text{Ecuación 25}$$

Donde:

(%) DIFERENCIA: Porcentaje de Diferencia entre Concentraciones de Calcio (%).

V₁: Valor de Concentración de Calcio 1 (ppm).

V₂: Valor de Concentración de Calcio 2 (ppm).

$$(\%)DIFERENCIA: \frac{886,95 ppm - 753,07 ppm}{886,95 ppm} * 100$$

$$(\%)DIFERENCIA: 15,09\%$$

11.- Determinación de la Desviación Estándar.

$$s^2 = \pm \sqrt{\sum (V_x - \bar{V})^2} \quad \text{Ecuación 26}$$

Donde:

s²: Desviación Estándar (Unidad de Medida).

\bar{V} : Promedio de Concentración de Calcio (ppm).

$$s^2 = \pm \sqrt{(886,95 ppm - 820,01 ppm)^2 + (753,07 ppm - 820,01 ppm)^2}$$

$$s^2 = \pm 96,8120 ppm$$

12.- Determinación del Porcentaje de Incrustaciones Retirado.

$$\%_{\text{RETIRO}} = \frac{M_{\text{FINAL}} - M_{\text{FINALII}}}{M_{\text{INC}}} * 100 \quad \text{Ecuación 27}$$

Donde:

$\%_{\text{RETIRO}}$: Porcentaje de Incrustaciones Retirado (%).

M_{FINALII} : Masa de los Anillos con las incrustaciones restantes (g).

$$\%_{\text{RETIRO}} = \frac{54,9251\text{g} - 54,3666\text{g}}{0,6753\text{g}} * 100$$

$$\%_{\text{RETIRO}} = 82,70\%$$

APÉNDICE 1.F Tablas de Resultados

Tabla 17. Resultados obtenidos para los Ensayos de Incrustación a Régimen Estático.

Tiempo de inyección de CO ₂ (h)	Masa Inicial de los Anillos (g)	Masa Final de los Anillos. (g)	Relación de Incrustación (adim.)	Masa de Incrustación. (g)
0	54,2559	54,7803	0,9904	0,4471
½	54,4651	55,0468	0,9894	0,5817
1	54,3458	54,9671	0,9887	0,6214
6	54,4834	55,2124	0,9868	0,7290
24	54,3359	55,4042	0,9807	1,0683

Tabla 18. Resultados obtenidos para los Ensayos de Incrustación a Régimen Dinámico con Barrido de Flujo de CO₂

Flujo de CO₂ (mL/min)	Masa Inicial de los Anillos (g)	Masa Final de los Anillos. (g)	Relación de Incrustación (adim.)	Masa de Incrustación. (g)
200	54,4556	54,9493	0,9910	0,4937
250	54,4651	55,0283	0,9898	0,5632
300	54,3458	54,9664	0,9887	0,6206

Tabla 19. Resultados obtenidos para los Ensayos de Incrustación a Régimen Dinámico con Barrido de Flujo de Agua Sintética.

Flujo de Agua Sintética (L/min)	Masa Inicial de los Anillos (g)	Masa Final de los Anillos. (g)	Relación de Incrustación (adim.)	Masa de Incrustación. (g)
15	54,4537	55,4278	0,9824	0,9741
20	54,3986	55,3385	0,9830	0,9489
30	54,4004	55,2464	0,9847	0,8460
40	54,4323	55,0638	0,9885	0,6315
45	54,4267	54,9099	0,9912	0,4832

Tabla 20. Resultados obtenidos para los Ensayos de Incrustación a Régimen Dinámico con Barrido de Temperatura.

Temperatura de operación (°C)	Masa Inicial de los Anillos (g)	Masa Final de los Anillos. (g)	Relación de Incrustación (adim.)	Masa de Incrustación. (g)
40 ± 1	54,2448	54,5546	0,9943	0,3098
45 ± 1	53,9553	54,2866	0,9939	0,3313
50 ± 1	54,4115	54,7760	0,9933	0,3645
55 ± 1	54,2987	54,8957	0,9891	0,5970
60 ± 1	54,2874	55,2038	0,9834	0,9163

Tabla 21. Resultados obtenidos en los Ensayos con Inclusión de Inhibidores de Incrustación en presencia de CO₂ para cada Régimen Establecido.

Régimen	Inhibidor	Masa Inicial de los Anillos (g)	Masa Final de los Anillos. (g)	Relación de Incrustación (adim.)	Masa de Incrustación. (g)
Estático	INTAV™	54,4978	55,6098	0,9800	1,1120
	Extracto de aceite de Mango	54,3817	55,4556	0,9806	1,0739
	Bi-Fosfato	54,1949	54,7755	0,9894	0,5806
	Tri-Fosfato	54,2134	54,6561	0,9919	0,4427
Dinámico	INTAV™	54,4853	55,6080	0,9798	1,1228
	Extracto de aceite de Mango	54,0709	55,0884	0,9815	1,0175
	Bi-Fosfato	53,9550	54,5779	0,9886	0,6229
	Tri-Fosfato	54,0041	54,4593	0,9916	0,4551

Tabla 22. Resultados obtenidos de la Evaluación de los Agentes Químicos Orgánicos con Saturación de CO₂ y en Ausencia del mismo.

Agente Químico empleado	Ensayo	Masa Inicial de los Anillos (g)	Masa Final de los Anillos. (g)	Relación de Incrustación (adim.)	Masa de Incrustación. (g)
INTAV™ Aloe vera 15%p/p	Sin CO₂	54,1123	54,5204	0,9925	0,4081
	Con CO₂	54,3976	54,9656	0,9897	0,5680
Proteína de Extracto de Mango	Sin CO₂	53,9897	54,3640	0,9931	0,3743
	Con CO₂	54,4021	54,9461	0,9901	0,5440

ANEXO

NACE INTERNATIONAL STANDARD TEST METHOD

**NACE International
Standard
Test Method**

**Laboratory Screening Tests to Determine the Ability
of Scale Inhibitors to Prevent the Precipitation of Calcium
Sulfate and Calcium Carbonate from Solution
(for Oil and Gas Production Systems)**

Contents

1. General.....	1
2. Calcium Sulfate Precipitation Test.....	1
3. Calcium Carbonate Precipitation Test.....	2
4. Percent Inhibition Calculation.....	4
References.....	4

Section 1: General

1.1 The test methods described in this standard are static laboratory screening tests designed to give a measure of the ability of scale inhibitors to prevent the precipitation of calcium carbonate and calcium sulfate from solution at 71°C (160°F).

1.2 These test methods are recommended only for ranking the performance of different scale inhibitors under laboratory conditions set by these methods. They are not intended to provide actual field treating rates.

1.3 Many factors, such as reaction kinetics, fluid velocity and composition, variable temperatures and pressures, scale adherence, and solids dispersion can significantly affect actual scale deposition under field conditions. Detailed consideration of these parameters is deemed to be

outside the scope of this standard. However, field conditions, field brine composition, and other variables noted above should be considered at some point in scale inhibitor evaluation prior to final scale inhibitor selection for field use.

1.4 Tests should be conducted at various scale inhibitor concentrations in order to obtain a better understanding of performance under laboratory conditions set by these methods. The scale inhibitor concentration required for a field application is likely to be different from that determined under these laboratory conditions.

1.5 This standard lists the necessary apparatus, reagents, and procedures for conducting these laboratory screening tests.

Section 2: Calcium Sulfate Precipitation Test

2.1 This section lists the apparatus, solutions, and procedure for conducting the calcium sulfate precipitation screening test.

2.2 Apparatus and Solutions

2.2.1 Constant-temperature water bath or forced-draft oven with the capability of maintaining the specified temperature within $\pm 1^\circ\text{C}$ ($\pm 2^\circ\text{F}$).

2.2.2 Clean and dust-free glass test cells (approximately 125-mL [4-oz] bottles with positive seals).

2.2.3 Synthetic brines prepared with distilled or deionized water, as follows:

2.2.3.1 Calcium-containing brine: 7.50 g/L NaCl (ACS⁽¹⁾ reagent grade); 11.10 g/L $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (ACS reagent grade).

2.2.3.2 Sulfate-containing brine: 7.50 g/L NaCl (ACS reagent grade); 10.66 g/L Na_2SO_4 (ACS reagent grade).

2.2.3.3 Note: Very small quantities of insoluble materials may remain after the specified reagents have completely dissolved. For consistency of results, solutions shall be filtered through a 0.45- μm filter.

2.2.4 Apparatus for reproducibly delivering 50 \pm 0.5 mL, e.g., graduated cylinders or volumetric pipets.

2.2.5 One percent by weight (1 wt%) and 0.1 wt% dilutions of the as-received scale inhibitors to be tested, prepared with deionized water.

2.2.6 Graduated measuring pipets in the following sizes: 0.1, 0.5, and 1.0 mL.

2.2.7 Standard reagents and apparatus for determination of calcium concentration in accordance with ASTM⁽²⁾ D 511,¹ ASTM D 1126,² APHA⁽³⁾ *Standard Test Methods for the Examination of Water and Wastewater* (Part 300),⁴ or another accepted test method.

2.3 Test Procedure

2.3.1 Pipet the desired amount of scale inhibitor into each test cell using the 1 wt% and 0.1 wt% dilutions. The 0.1 wt% dilution shall be used for tests in which scale inhibitor loadings are less than 10 mg/L. Run duplicates of each concentration.

⁽¹⁾ American Chemical Society (ACS), 1155 16th St. NW, Washington, DC 20003.

⁽²⁾ American Society for Testing and Materials (ASTM), 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428.

⁽³⁾ American Public Health Association (APHA), 1015 St. NW, Washington, DC 20005.

2.3.2 Prepare duplicate blanks as follows:

2.3.2.1 Set aside two samples of the calcium-containing brine (50 mL each). Determine the calcium ion concentration of the blanks before precipitation in accordance with Paragraph 2.3.8 and divide each value by 2.

2.3.2.2 Prepare and handle the blanks after precipitation as described in Paragraphs 2.3.3 through 2.3.8, but do not include a scale inhibitor.

2.3.3 Add 50 mL of sulfate-containing brine to the test cell and mix well. Add 50 mL of calcium-containing brine to the test cell.

2.3.4 Cap the test cell immediately and agitate to mix the brines and the scale inhibitor thoroughly.

2.3.5 Place all test cells and blanks in a forced-draft oven or immerse to 75% of their lengths in a water bath at 71 ±1°C (160 ±2°F) for 24 hours.

2.3.6 Remove the test cells after the 24-hour exposure and avoid agitation. Allow the test cells to cool to 25 ±5°C (77 ±9°F) for a time not to exceed two hours.

2.3.7 Pipet 1 mL of the test brine to a suitable vessel, avoiding the transfer of calcium sulfate crystals, and dilute with distilled water, deionized water, or as otherwise specified in the calcium determination method to be used.

2.3.8 Determine the calcium ion concentration by procedures given in ASTM D 511, ASTM D 1126, *APHA Standard Test Methods for the Examination of Water and Wastewater* (Part 300), or another accepted test method. NOTE: Calcium ion concentration values for duplicate test samples often differ by 2% or more. A 5% difference is considered unacceptable and shall be cause for rerunning the test.

2.3.9 Report the average of the duplicate calcium ion concentration values as mg/L calcium sulfate retained in solution for each inhibitor test concentration and the blank.

2.3.10 Percent inhibition may be calculated in accordance with Paragraph 4.1 and reported.

2.3.11 Representative data from the evaluation of three scale inhibitors are given in Table 1. These data are examples only and do not reflect experimental precision. These data indicate that scale inhibitor A is most effective. Note: Costs of the scale inhibitors have not been considered.

TABLE 1—Calcium Sulfate Retained in Solution (as Calcium Sulfate, mg/L)

Scale Inhibitor	1 mg/L	3 mg/L	5 mg/L	10 mg/L	20 mg/L
A	5,140	5,140	5,140	5,140	5,140
B	4,080	4,352	4,896	5,068	5,140
C	4,896	5,103	5,140	5,140	5,140

Blank (after precipitation): 3,808 mg/L
 Blank (before precipitation): 5,140 mg/L

Section 3: Calcium Carbonate Precipitation Test

3.1 This section lists the apparatus, solutions and procedure for conducting the calcium carbonate precipitation screening test.

3.2 Apparatus and Solutions

3.2.1 A regulated source of carbon dioxide (CO₂). All recognized grades of CO₂ are suitable for this test.

3.2.2 Constant-temperature water bath or forced-draft oven with the capability of maintaining the specified temperature within ±1°C (±2°F).

3.2.3 Clean and dust-free glass test cells (approximately 125-mL [4-oz] bottles with positive seals). Caution: The amount of vapor space above the test solutions in Paragraph 3.3.5 will affect the test results. To maximize the validity and reproducibility of test results, choose test cells that vary in capacity (volume) when sealed by 5% or less; that is, $V_r = V \pm 0.025 V$, where V_r equals the desired range of test cell capacities and V equals the mean test capacity.

3.2.4 Fritted-glass gas dispersion tube(s) (medium or coarse porosity rating).

3.2.5 Synthetic brines prepared with distilled or deionized water, as follows:

3.2.5.1 Calcium-containing brine: 12.15 g/L $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (ACS reagent grade); 3.68 g/L $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (ACS reagent grade); 33.0 g/L NaCl (ACS reagent grade).

3.2.5.2 Bicarbonate-containing brine: 7.36 g/L NaHCO_3 (ACS reagent grade); 33.0 g/L NaCl (ACS reagent grade).

3.2.5.3 Note: Very small quantities of insoluble materials may remain after the specified reagents have completely dissolved. For consistency of results, the solutions shall be filtered through a 0.45- μm filter.

3.2.6 Apparatus for reproducibly delivering 50 \pm 0.5 mL, e.g., graduated cylinders or volumetric pipets.

3.2.7 One percent by weight (1 wt%) and 0.1 wt% dilutions of the as-received scale inhibitors to be tested, prepared with deionized water.

3.2.8 Graduated measuring pipets in the following sizes: 0.1, 0.5, and 1.0 mL.

3.2.9 Standard reagents and apparatus for determination of calcium concentration in accordance with ASTM D 511, ASTM D 1126, *APHA Standard Test Methods for the Examination of Water and Wastewater* (Part 300), or another accepted test method.

3.3 Test Procedure

3.3.1 Pipet the desired amount of inhibitor into each test cell using the 1 wt% and 0.1 wt% dilutions. The 0.1 wt% dilution shall be used for tests in which scale inhibitor loadings are less than 10 mg/L. Run duplicates of each concentration.

3.3.2 Prepare duplicate blanks as follows:

3.3.2.1 Set aside two samples of the calcium-containing brine (50 mL each). Determine the calcium ion concentration of the blanks before precipitation in accordance with Paragraph 3.3.9 and divide each value by 2.

3.3.2.2 Prepare and handle the blanks after precipitation according to Paragraphs 3.3.3 through 3.3.9, but do not include a scale inhibitor.

3.3.3 Saturate both the calcium- and bicarbonate-containing brines with CO_2 immediately before using. Accomplish saturation at room temperature by

bubbling CO_2 through a fritted-glass gas dispersion tube immersed to the bottom of the container. A rate of 250 mL/min of CO_2 for 30 minutes will be sufficient to saturate up to 1 L of each brine simultaneously. A tee may be used to split the gas flow for this purpose.

3.3.4 Add 50 mL of bicarbonate-containing brine to the test cell and mix well. Add 50 mL of calcium-containing brine to the test cell.

3.3.5 Cap the test cell immediately and agitate to mix the brines and the scale inhibitor thoroughly. The test cells must be capped tightly to avoid loss of CO_2 . Note: Pressure will build in the test cells as the CO_2 -saturated test brine approaches and reaches the test temperature. Rupture of the test cells has not been reported, yet it is a potential hazard associated with this test procedure. Safety precautions must be employed to address this potential hazard. Also, an improperly sealed test cell may lead to pressure release, a resulting test brine compositional change, and an invalid test result.

3.3.6 Place all test cells and blanks in a forced-draft oven or immerse to 75% of their lengths in a water bath at 71 \pm 1°C (160 \pm 2°F) for 24 hours.

3.3.7 Remove the test cells after the 24-hour exposure and avoid agitation. Allow the test cells to cool to 25 \pm 5°C (77 \pm 9°F) for a time not to exceed two hours.

3.3.8 Pipet 1 mL of the test brine to a suitable vessel, avoiding the transfer of calcium carbonate crystals, and dilute with distilled water, deionized water, or as otherwise specified in the calcium determination method to be used.

3.3.9 Determine the calcium ion concentration by procedures given in ASTM D 511, ASTM D 1126, *APHA Standard Test Methods for the Examination of Water and Wastewater* (Part 300), or another accepted test method. NOTE: Calcium ion concentration values for duplicate test samples often differ by 2% or more. A 5% difference is considered unacceptable and shall be cause for rerunning the test.

3.3.10 Report the average of the duplicate calcium concentration values as mg/L calcium carbonate retained in solution for each inhibitor test concentration and the blank.

3.3.11 Percent inhibition may be calculated in accordance with Paragraph 4.1 and reported.

3.3.12 Representative data from the evaluation of three scale inhibitors are given in Table 2. These data are examples only and do not reflect experimental precision. These data indicate that scale inhibitor C is most effective. Note: Costs of the scale inhibitors have not been considered.

TABLE 2—Calcium Carbonate Retained in Solution (as Calcium Carbonate, mg/L)

Scale Inhibitor	1 mg/L	3 mg/L	5 mg/L	10 mg/L	20 mg/L
A	3,000	3,400	3,800	4,000	4,140
B	3,500	4,000	4,100	4,100	4,100
C	3,600	4,140	4,140	4,140	4,140

Blank (after precipitation): 2,600 mg/L
 Blank (before precipitation): 4,140 mg/L

Section 4: Percent Inhibition Calculation

4.1 Percent inhibition values may be calculated as shown in Equation (1):

$$\% \text{ Inhibition} = \frac{C_a - C_b}{C_c - C_b} \times 100 \quad (1)$$

Where:

C_a = Ca^{2+} concentration in the treated sample after precipitation
 C_b = Ca^{2+} concentration in the blank after precipitation
 C_c = Ca^{2+} concentration in the blank before precipitation

4.2 Caution: The percent inhibition calculation is for comparative purposes only. It is not intended to reflect the ability of a particular scale inhibitor to prevent scaling in a field application.

References

1. ASTM D 511 (latest revision), "Standard Test Methods for Calcium and Magnesium in Water" (West Conshohocken, PA: ASTM).
2. ASTM D 1126 (latest revision), "Standard Test Method for Hardness in Water" (West Conshohocken, PA: ASTM).
3. APHA, *Standard Test Methods for the Examination of Water and Wastewater* (Part 300) (Washington, DC: APHA).

MANUAL INSTRUCTIVO DEL PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL A EMPLEAR JUNTO CON LAS CARACTERÍSTICAS DEL SISTEMA Y QUE FOMENTE EL ESTUDIO DEL USO DE INHIBIDORES PARA EVITAR EL FENÓMENO DE INCRUSTACIÓN EN TUBERÍAS DE AGUA DE PRODUCCIÓN.

El estudio del fenómeno de incrustación en tuberías de producción, permite realizar un estudio de la formación e inhibición de los mismos en presencia de CO₂, acercando estos ensayos a la realidad de los pozos a régimen dinámico.

Para llevar a cabo los siguientes ensayos se emplearán 20 anillos Pall de 5/8'' y siguiendo especificaciones dictadas en la Norma Internacional NACE TM-0374, como premisa para la realización de los siguientes ensayos.

1.- Equipo a Emplear para llevar a cabo los Ensayos en Régimen Dinámico.

El equipo empleado para llevar a cabo los ensayos en estado dinámico, está constituido por materiales que no representan riesgos de alteración a las pruebas, además de hacer más factible, en términos económicos, los ensayos de incrustación. A continuación se presentan los elementos presentes en dicho equipo.

- Tanque de vidrio Pirex® (TK-201) con capacidad de 15 L.
- Dos (2) bombas centrífugas modelo Pedrollo (P-201 y P-202) de 1/2 HP de potencia.
- Todo el sistema está constituido por líneas de tubería de PVC de 1 pulgada de diámetro nominal, cedula 80, y con una longitud total de 16 m.
- Un (1) Rotámetro (R-201) para líquido, el cual está graduado en un rango comprendido entre cero (0) a cien (100) L/min.
- Una (1) válvula de globo de acero inoxidable (V-202), a la entrada del rotámetro (R-201).
- Dos (2) válvulas tipo esfera de acero inoxidable distribuidas en el equipo, una para abrir y/o cerrar el paso a la recirculación (empleada junto con la válvula de globo para calibrar el rotámetro) y la otra para la purga o drenaje del sistema (V-201 y V-203).

- El espacio destinado para introducir los anillos Pall donde se generará el fenómeno de incrustación consta de un tramo de tubería de plexiglás transparente de dos (2) pulgadas de diámetro (St-201). Dicha tubería consta además, de dos (2) rejillas o mallas de acero inoxidable de 200 Mesh ubicadas en la salida.
- Un (1) Tanque de aluminio (TK-102) con capacidad de 75 L, donde se almacena el agua desmineralizada.
- Un (1) Tanque de calentamiento de aluminio (TK-202) recubierto con lona aislante y provisto con una (1) resistencia para calentar el fluido, un (1) termostato para regular la temperatura del agua y un (1) termómetro para realizar las mediciones necesarias de temperatura.
- Se empleará un pHmetro de campo marca METTLER TOLEDO modelo MP 220, para realizar las mediciones correspondientes.
- Se cuenta con una planta de agua desmineralizada, en la cual se tratará el agua cruda o agua natural (provista de iones y minerales), para la producción del agua desionizada.

2.- Preparación del Agua Sintética con Propiedades similares a las Aguas de Producción según la Norma NACE TM-0374

El agua sintética se realiza para cumplir con las condiciones de dureza, conductividad, alcalinidad y pH que permite simular las aguas formadas en los pozos de producción.

Para la preparación del agua sintética, se preparan en dos recipientes independientes las siguientes soluciones con las cantidades indicadas para un litro de cada una y obtener 2 litros de solución.

Solución N° 1	12, 15 g/L $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ * 3,68 g/L $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 33,00 g/L NaCl
Solución N° 2	7,36 g/L NaHCO_3 33,00 g/L NaCl

3.- Procedimiento para las Pruebas de Incrustaciones en Régimen Dinámico.

- Comprobar que todas las válvulas del sistema estén cerradas, excepto la válvula de retorno V-202, que fue manipulada previamente para calibrar el rotámetro R-201, y que siempre se mantendrá semi-abierta.
 - Verificar el nivel de agua desmineralizada en el tanque TK-102, el cual debe estar como mínimo lleno un 50%, si no se debe producir nueva agua.
 - Abrir la válvula V-201 para dar comienzo al llenado del tanque TK-201.
 - Al tener el tanque TK-201 lleno en un 20% se procede a cerrar la válvula V-201.
 - Se vierten las soluciones 1 y 2, que formarán en definitiva el agua sintética simuladora de las aguas de producción, preparadas con anterioridad.
 - Abrir la válvula V-201 para completar el 75% de agua sintética en el tanque TK-201.
 - Desprender la tubería de plexiglás para introducir los anillos Pall previamente lavados, removiendo la unión U-203, U-205, de esta forma se retira el tubo de prueba y se procede a desprender la unión U-204 para introducir los anillos.
 - Colocar la sección de tubería nuevamente en su lugar para comenzar la prueba.
 - Encender la bomba P-201 para hacer circular el agua sintética por todo el sistema en estudio.
 - Realizar el encendido de la resistencia y fijar el valor de temperatura a 60 ± 1 °C mediante la manipulación del termostato, finalmente encender la bomba P-202 que permite la circulación del agua de calentamiento.
 - Fijar el caudal de agua con el rotámetro R-201 a 30 L/min, manipulando la válvula V-203.
 - Abrir la válvula de salida de la bombona de CO₂ que se encuentra en la entrada del Rotámetro (R-201), manipulando el manómetro hasta alcanzar un flujo de 300 mL/min.
 - Agregar 2000 ppm del Agente Químico a emplear como inhibidor en el tanque TK-201.
 - El equipo se deja trabajando por un período de tiempo de 24 horas.

➤ Luego de transcurrido el tiempo de trabajo del equipo, se apagan las bombas P-201 y P-202, así como la resistencia.

➤ Abrir la válvula V-204, para desechar el agua del tanque y de la tubería por diferencia de gravedad.

➤ Desprender la tubería de plexiglás con sumo cuidado para extraer los anillos Pall ya incrustados, removiendo la unión U-203, U-205, de esta forma se retira el tubo de prueba y se procede a desprender la unión U-204 para obtener los anillos y realizar los análisis pertinentes.

➤ Se coloca el tubo de prueba en su lugar.

4.- Procedimiento para el Lavado del Equipo en Régimen Dinámico.

➤ Comprobar que todas las válvulas del sistema estén cerradas, excepto la válvula de retorno V-202, que fue manipulada previamente para calibrar el rotámetro R-201, y que siempre se mantendrá semi-abierta.

➤ Abrir la válvula V-101 para dar inicio al llenado del tanque TK-201 con agua cruda hasta completar el 75% del nivel del mismo. Adicionalmente se le da apertura a la válvula V-203 que permitirá la circulación plena del flujo. Encender la bomba P-201, para realizar la primera corrida de lavado en el sistema.

➤ Mantener la circulación de agua en todo el sistema por quince (15) minutos.

➤ Transcurridos los 15 minutos se procede a apagar la bomba P-202.

➤ Abrir la válvula V-204 que permite el drenaje del agua usada en el lavado.

➤ Se repite el paso N° 2.

➤ Se agregan al tanque TK-201, 26,1 mL. de Ácido Clorhídrico (HCl) al 30,61%, para realizar la depuración;

➤ Repetir del paso N° 3 al N° 6.

➤ Se agregan al tanque TK-202 16,3 mL. de Soda Cáustica (NaOH) al 49%.

➤ Repetir del paso N° 3 al N° 5.

