

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

**DESESTABILIZACIÓN ELECTROSTÁTICA CONTINUA
DEL MATERIAL DE FOSA MEREY-31.**

Presentado ante la ilustre
Universidad Central de Venezuela
Por el Br. García K., Axel G.
Para optar al Título
de Ingeniero Químico

Caracas, 2012

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

DESESTABILIZACIÓN ELECTROSTÁTICA CONTINUA DEL MATERIAL DE FOSA MEREY-31.

TUTORES ACADÉMICOS: Prof. José Ángel Sorrentino

Profa. María A. Rodríguez

Presentado ante la ilustre
Universidad Central de Venezuela
Por el Br. García K., Axel G.
Para optar al Título
de Ingeniero Químico

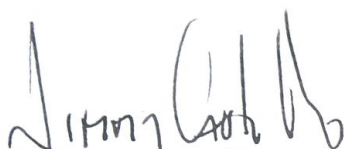
Caracas, 2012

Caracas, mayo de 2012


Los abajo firmantes, miembros del Jurado designado por el Consejo de Escuela de Ingeniería Química, para evaluar el Trabajo Especial de Grado presentado por el Bachiller Axel Gabriel García Krastek, titulado:

**“DESESTABILIZACIÓN ELECTROSTÁTICA CONTINUA
DEL MATERIAL DE FOSA MEREY-31.”**

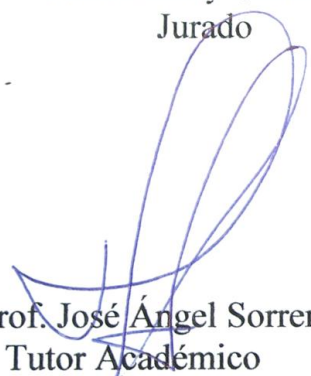
Consideran que el mismo cumple con los requisitos exigidos por el plan de estudios conducente al Título de Ingeniero Químico, y sin que ello signifique que se hacen solidarios con las ideas expuestas por el autor, lo declaran APROBADO.




Prof. Jimmy Castillo
Jurado



Prof. Francisco Yáñez
Jurado



Prof. José Ángel Sorrentino
Tutor Académico



Profa. María Rodríguez
Cotutor Académico

García K. Axel G.

**DESESTABILIZACIÓN ELECTROSTÁTICA CONTINUA DEL
MATERIAL DE FOSA MEREY-31**

Tutores Académicos: Profa. María Rodríguez y Prof. José Sorrentino.

Tesis. Caracas, U.C.V. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería

Química. Año 2012, 113 pp

Palabras Claves: Fosas de producción, desestabilización electrostática, coalescencia, microscopía óptica, sistema continuo.

Resumen. Se estudiaron 4 efectos principales sobre el material de fosa Merey-31: El tipo de corriente (AC o DC), el tipo de geometría de celda (placas planas o cilíndrica), el valor del voltaje (400V y 800V) y el tiempo de residencia (alto o bajo). Para ello se construyó un sistema en continuo que permitiera su procesamiento. No se obtuvo separación visible de fases pero mediante el análisis de microscopía se obtuvo que existía un efecto del campo eléctrico en el material de fosa, siendo generalmente positivo. Fue necesario establecer “factor de desestabilización” diferente al ya establecido en esta línea de investigación, para disminuir el error experimental. Se aplicó un tratamiento estadístico mediante un diseño factorial 2^4 para identificar las variables más significativas y se obtuvo que un tiempo de residencia bajo y la utilización de la geometría de celda cilíndrica son las condiciones más favorables para el procesamiento del material de fosa Merey-31. Se presentaron muchas limitaciones en el estudio que están dadas principalmente por las fuentes de error, es por ello que el presente trabajo tiene una serie de recomendaciones que son de gran importancia en la línea de investigación de separación electrostática en el Laboratorio de Separaciones Mecánicas.

DEDICATORIA

A mi padre Gabriel García y mi madre Carolina Krastek quienes siempre me han apoyado y me han inspirado a ser quien soy, la perfección no existe pero diría que ellos como padres se le acercan bastante. Siempre me aconsejaron de la manera correcta y me ofrecieron muchas cosas de las que ellos no pudieron disfrutar para que sea posible que hoy en día pueda graduarme como Ingeniero Químico. A ellos les dedico esta tesis, el título de Ingeniero y todos los logros que obtenga en mi vida.

A mi hermana Erika García que es una persona muy inteligente graduada con honores en bachillerato y Magna Cum Laude de la Universidad Central de Venezuela. Por eso ella siempre me ha inspirado al éxito y a la superación.

A mi novia Andrea Bragoli quien ha estado a mi lado durante un largo tiempo brindándome todo su amor y ofreciéndome siempre su apoyo en los momentos más difíciles.

AGRADECIMIENTOS

A Dios por sobre todas las cosas. Sin Él, nada de este mundo fuera posible.

A la Ilustre Universidad Central de Venezuela que me acogió en sus aulas durante toda mi carrera y de la que siempre estaré orgulloso.

A mi tutora María Rodríguez. Por un parte por ser una excelente profesora quien me inspiró en sus excelentes clases, por otra parte como tutora ya que me apoyo en todo momento y de todas las formas posibles a lo largo de este trabajo. Siempre me dio ánimos tan necesarios para continuar con un trabajo tan importante como este.

A mi tutor José Sorrentino por ser también un excelente profesor y por su apoyo en este trabajo especial de grado.

Al señor Armando en el Laboratorio de Operaciones Unitarias ya que sin el la construcción del sistema no hubiese sido posible, siempre nos apoyó y estuvo atento con nuestro trabajo.

Al Instituto de Estudios Avanzados (IDEA) especialmente al Ingeniero Miguel Freites y el Licenciado Emidio Fusella quienes nos prestaron todo su apoyo en la realización del análisis SARA y medición de viscosidad realizadas en el presente trabajo.

A todos los profesores que me transmitieron todas sus enseñanzas ya que muchos de ellos fueron una gran inspiración a lo largo de mi carrera, especial mención al profesor Humberto Kum.

A todos mis amigos que estuvieron a mi lado a lo largo de este recorrido, entre ellos: Sinouhe Barrios contando siempre con su apoyo, Johnattan Morantes siempre dándonos ánimos a todos, Yuraima Redondo por

ser una persona tan cariñosa y especial que nos mantenía a todos organizados, Jeffry Suárez, Adriana Ardila, Suha Saad, Kenneth Gutierrez, Celsa Sánchez, Adolfo Milano y muchos otros. A Betty Gómez y Mayerling González quienes me acompañaron y a quienes yo acompañé de igual manera en la realización de los experimentos de este trabajo especial de grado, agradezco por todas las experiencias vividas.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE GENERAL	viii
ÍNDICE DE FIGURAS	xi
ÍNDICE DE TABLAS	xiii
INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO I: FUNDAMENTOS DE LA INVESTIGACION	2
1.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	2
1.2. OBJETIVOS.....	4
1.2.1. OBJETIVO GENERAL.....	5
1.2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS	5
1.3. ANTECEDENTES	5
CAPÍTULO II: MARCO TEÓRICO	10
2.1 EMULSIONES AGUA EN CRUDO	10
2.2. SEPARACIÓN DE ELECTROSTÁTICA.....	13
2.2.1 FENÓMENOS ASOCIADOS A LA SEPARACIÓN ELECTROSTÁTICA.....	14
2.2.2 ELECTROCOALESCEDORES INDUSTRIALES	19
2.3. MICROSCOPIA ÓPTICA	21
2.4. ANÁLISIS DE TAMAÑO DE PARTÍCULA	23
2.5. DISEÑO FACTORIAL 2^k	25
2.6. ANÁLISIS SARA	26
CAPÍTULO III: MARCO METODOLÓGICO	28
3.1. MATERIALES Y EQUIPOS	28
3.2. REALIZAR EL MONTAJE DEL SISTEMA EN CONTINUO QUE PERMITA EL TRATAMIENTO DE LA FOSA DE PRODUCCIÓN MEREY-31, CON CALENTAMIENTO Y CAMPO ELÉCTRICO	32
3.3. PROCEDIMIENTOS GENERALES DE EJECUCIÓN PARA EL EXPERIMENTO.....	33
3.3.1. CONSIDERACIONES GENERALES.....	33

3.3.2. ACONDICIONAMIENTO DEL SISTEMA MEDIANTE RECIRCULACIÓN	34
3.3.3. MEDICIÓN DEL TIEMPO DE RESIDENCIA.....	35
3.3.4 APLICACIÓN DE CAMPO ELÉCTRICO.....	37
3.3.5. TOMA DE FOTOS EN EL MICROSCOPIO	37
3.3.6. CENTRIFUGACIÓN DE LA MUESTRA.....	37
3.3.7. LIMPIEZA DEL SISTEMA.....	38
3.4. DETERMINACIÓN DE DENSIDAD.....	38
3.5. DETERMINACIÓN DE LA VISCOSIDAD.....	40
3.6. REALIZAR LA CARACTERIZACIÓN DEL CRUDO MEDIANTE ANÁLISIS SARA (SATURADOS, AROMÁTICOS, RESINAS Y ASFALTENOS).	41
3.7. DETERMINAR LA TEMPERATURA DE OPERACIÓN DEL SISTEMA Y EL RANGO DE TIEMPO DE RESIDENCIA A TRABAJAR.	44
3.8. MICROSCOPIA ÓPTICA	44
3.9. ANÁLISIS ESTADÍSTICO BAJO EL DISEÑO FACTORIAL 2^k	48
CAPÍTULO IV: ANÁLISIS DE RESULTADOS	52
4.1 CONSTRUCCIÓN DEL SISTEMA	52
4.2 TEMPERATURA DE OPERACIÓN	54
4.3 CARACTERIZACIÓN DEL CRUDO	56
4.3.1 RESULTADO DE LA MEDICIÓN DE LA DENSIDAD.....	56
4.3.2 RESULTADO DE LA MEDICIÓN DE LA VISCOSIDAD	56
4.3.3 RESULTADOS DE ANÁLISIS SARA	58
4.4 ANÁLISIS CUANTITATIVO DEL EFECTO DE LA VARIABLES ESTUDIADAS MEDIANTE SEPARACIÓN DE FASES.....	60
4.5 ANÁLISIS CUANTITATIVO EL GRADO DE SEPARACIÓN, EN EL SISTEMA EN CONTINUO, EMPLEANDO TÉCNICAS DE MICROSCOPIA ÓPTICA	61
4.6 RESULTADOS DEL TRATAMIENTO ESTADÍSTICO.....	67
4.6.1. TRATAMIENTO ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS ANTES DE CENTRIFUGAR.	67

4.6.2. TRATAMIENTO ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS DESPUÉS DE CENTRIFUGAR.....	74
CAPÍTULO V: CONCLUSIONES	77
CAPÍTULO VI: RECOMENDACIONES	79
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	82
APÉNDICE I: Validación del análisis estadístico para la muestra antes de centrifugar.	86
APÉNDICE II: Validación estadística del modelo de los datos obtenidos luego de centrifugar.	92
APÉNDICE III: Hojas de resultados	94
APÉNDICE IV: Recomendación para agilizar el conteo de partículas.....	96
[ANEXO I]. Tabla de recopilación de porcentajes de resinas y asfaltenos de distintos crudos en el mundo. (Lichaa (1977); Garcia (1989))	98
[ANEXO II] Tabla de electrocoalescedores industriales. Less y Vilagine (2011)	99
[ANEXO III]. Gráfica de viscosidades típicas respecto a gravedad °API. Steward y Arnold (2009).....	100

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura N° 1. Vista panorámica de la fosa Merey-31. (IDEA, 2012)	2
Figura N° 2. Parámetros de regresión en el trabajo de Sjöblom y otros (2002) .7	
Figura N° 3. Deshidratador electrostático Marfisi y Salager (2004)	20
Figura N° 4. Distribución acumulada de tamaño de partículas (Sorrentino, 2002).	24
Figura N° 5. Diseño preliminar del sistema en continuo con válvula (a) y con reductor de flujo (b).	30
Figura N° 6. Imagen de la celda plana (izquierda) y cilíndrica (derecha).	31
Figura N° 7. Dispositivos de restricción de flujo.....	32
Figura N° 8. Viscosímetro de Brookefield con regulador de temperatura (Izquierda), spindles del viscosímetro (Superior derecha), acercamiento de la celda en donde va colocada la muestra (Inferior derecha).....	40
Figura N° 9. Esquema de distribución de componentes en una varilla del cromatógrafo.	42
Figura N° 10. Cromatograma para una de las réplicas de Merey-31.....	42
Figura N° 11. Esquema general del procedimiento para realizar el análisis SARA.	43
Figura N° 12. Fotografía de emulsión mediante microscopio y cámara CCD. 45	
Figura N° 13. Tanque del sistema aislado	52
Figura N° 14. Izquierda: Orientación horizontal, sin aislamiento en tubería, Derecha: Orientación vertical, con aislamiento en tubería	53
Figura N° 15. Tiempo de residencia respecto a la temperatura, para los 3 materiales de fosa.....	54
Figura N° 16. Viscosidad de los tres materiales de fosa a 30rpm.....	57
Figura N° 17. Zanahorias con muestra antes de centrifugar	60
Figura N° 18. Zanahorias con muestra luego de centrifugar.	60
Figura N° 19. Ilustración de porta-objetos con muestra de cierto espesor. Padrón y Zúñiga (2005)	63
Figura N° 20. Comparación de la distribución de campo eléctrico (Femm 4.2)	69

Figura N° 21. Comparación de distribución de campo eléctrico, polaridad invertida (Femm4.2).....	71
Figura N° 22. Interacción entre el tipo de celda y el tiempo de residencia.	72
Figura N° 23. Comparación de distribución de tamaños de partículas.....	73
Figura N° 24. Cambios en el sistema original.	81
Figura N° 25. Gráfico mitad-normal en función del efecto estandarizado	86
Figura N° 26. Gráfico mitad-normal con factores significativos elegidos.	87
Figura N° 27. Gráfico de probabilidad normal respecto a los efectos estandarizados	88
Figura N° 28. Diagrama de Pareto de los efectos.	88
Figura N° 29. Gráfico de probabilidad normal.	89
Figura N° 30. Gráfico de residuales con respecto a los valores predichos.	89
Figura N° 31. Gráfico Box-Cox.....	90
Figura N° 32. Gráfico de determinación de valores anormales.	91
Figura N° 33. Mitad de gráfica normal para datos luego de centrifugar.	92
Figura N° 34. Diagrama de Pareto al 99% de confiabilidad.....	93
Figura N° 35. Diagrama de Pareto al 90% de confiabilidad.....	93
Figura N° 36. Foto de la muestra original.....	97
Figura N° 37. Foto de muestra luego de aplicar filtro gaussiano.....	97

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla N° 1. Descripción de parámetros utilizados Fung (2011).	25
Tabla N° 2. Materiales y equipos.	28
Tabla N° 3. Características del sistema.	31
Tabla N° 4. Nomenclatura utilizada en análisis estadístico	48
Tabla N° 5. Orden de realización de los experimentos.....	50
Tabla N° 6. Análisis SARA Merey-31	58
Tabla N° 7. Composición de resinas y asfaltenos de diversos crudos	58
Tabla N° 8. Resultados de microscopía. Factor de desestabilización Fung (2011).	62
Tabla N° 9. Comparación de error entre el porcentaje de agua y la tendencia de gotas mayores a 5 μm	65
Tabla N° 10. Tabla de resultados de análisis por microscopía con el nuevo factor de desestabilización FD_G	66
Tabla N° 11. Resultados de análisis ANOVA y efectos de los factores.	68
Tabla N° 12. Resultados del factor de cambio	75

INTRODUCCIÓN

El presente trabajo tiene como finalidad estudiar los efectos que tienen 4 factores principales sobre el material de fosa Merey-31. Dichos factores son: geometría de la celda, tiempo de residencia, voltaje y tipo de corriente.

Se realizó el montaje del sistema y se probaron varios materiales aislantes, orientaciones de la celda y dispositivos a la salida del sistema con el fin de mejorarlo. Posteriormente se estableció una temperatura de operación que se definió como el tiempo de residencia mínimo común a las 3 fosas en estudio en el laboratorio de separaciones mecánicas que son: Acema-100, Guara-2 y Merey-31; y se fijó el tiempo de residencia “alto” y “bajo”. Se realizó una caracterización del crudo consistente en el análisis SARA, medición de densidad y medición de viscosidad. Se determinó el rango de voltaje a trabajar y posteriormente se realizaron las pruebas en orden aleatorio y se obtuvieron resultados de la muestra antes y luego de aplicar el campo aplicando microscopía y observación de separación de fases. Se aplicó el tratamiento estadístico según un diseño factorial 2^4 a dichos resultados y se determinaron las variables más influyentes del estudio.

Los resultados presentan variaciones considerables debido al error experimental asociado. Esto llevó a la definición de una nueva variable de respuesta y se logró disminuir la variación exitosamente.

Este trabajo es de gran importancia debido a que Venezuela tiene una gran cantidad de pasivos ambientales debido a la actividad petrolera. El avance de este trabajo y en general de esta línea de investigación podría proveer la solución para intentar solucionar dicho problema.

CAPÍTULO I

FUNDAMENTOS DE LA INVESTIGACION

1.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La economía venezolana depende principalmente de la actividad petrolera, la cual se enfrenta diariamente a la producción de crudo, lo que origina la acumulación de desechos; estos se encuentran almacenados dentro de las llamadas fosas de producción, correspondientes a las actividades de exploración y producción. Estas fosas son excavaciones inmediatas a los pozos donde se almacenan millones de barriles de petróleo mezclados principalmente con agua y sólidos finos, formando una mezcla de difícil separación. Se puede apreciar en la Figura N° 1 una vista panorámica de la fosa Merey-31.



Figura N° 1. Vista panorámica de la fosa Merey-31. (IDEA, 2012)

PDVSA y sus filiales (2009) reportaron que en todo el territorio nacional para el año 2009 se encontraban 13.943 fosas principalmente en el oriente del país, de las cuales fueron saneadas 3.441 fosas hasta ese año, lo cual deja 10.502 que necesitan ser saneadas. Estas fosas conforman un grave problema a nivel ambiental, debido a la contaminación del suelo y efluentes acuíferos cercanos, así como de producción, debido a la acumulación de material hidrocarburo que por sus características es imposible de aprovechar sin

tratamiento previo. Por otra parte, el agua dispersa que se encuentra íntimamente combinada con el hidrocarburo, forma una emulsión, del tipo agua en aceite (W/O), lo que dificulta la separación de las fases, debido a factores como estabilizantes sólidos ó emulsionantes naturales y/o químicos. Culshaw (2006) reportó que nada más en las fosas del oriente del país hay aproximadamente 8 millones de barriles de petróleo que se podrían recuperar lo cual representa un beneficio económico para la industria petrolera de Venezuela.

Para realizar la separación de las emulsiones existen diversos métodos utilizados en la industria, entre ellos se tienen el tratamiento químico, térmico, mecánico y eléctrico. En el desarrollo de este trabajo se usó la separación electrostática que es la más empleada a nivel industrial en procesos de deshidratación y desalación. Dentro de sus principales variables destacan: el voltaje, la frecuencia (en el caso de la corriente alterna), la geometría de los electrodos, el tipo de corriente empleada y el tiempo de residencia. Esta técnica se basa en la aplicación de campo eléctrico a la mezcla, a fin de que las gotas de agua dispersas en el hidrocarburo reaccionen frente a este campo según los diversos fenómenos posibles (atracción dipolo-dipolo, electroforesis y dielectroforesis). En las aplicaciones industriales, esta técnica se utiliza en general combinada con la adición de demulsificantes.

En el Laboratorio de Separaciones Mecánicas (LSM) (Módulo V) de la UCV, durante los años 2005-2007 se han realizado estudios preliminares del comportamiento de emulsiones de W/O provenientes de fosas de producción ante la aplicación de campo eléctrico de alto voltaje, empleando técnicas de microscopía óptica. En estos trabajos se evidenció que es posible la separación de fases sin la adición de demulsificante, lo cual pretende ser el aporte general de este proyecto en su conjunto. Sin embargo, al tratar de escalar este proceso, los resultados encontrados no han sido los esperados. Se pretende con este trabajo el cual se desarrollará en conjunto con el Trabajo Especial de Grado

para optar a la Maestría de **Rodríguez (en ejecución)**, realizar varios diseños de celdas en continuo, que permitan identificar las mejores condiciones de operación para maximizar la recuperación de agua.

Este trabajo se enfocó en realizar pruebas con el material de fosa Merey-31, y en el mismo se desarrolló una separación en continuo, conformada por un montaje que incluirá la aplicación de calentamiento por medio de resistencia eléctrica (considerando las acciones correctivas para la retención de los volátiles), luego para la separación de fases se aplicó campo eléctrico de alto voltaje, y posteriormente centrifugación. En paralelo se llevó a cabo pruebas orientadas a trabajar con las fosas de producción Guara-2 **Gómez (2012)** y Acema-100 **González (2012)**. Adicionalmente **Quintero (2012)** realizó pruebas con las distintas fosas incluyendo medios coalescedores en el sistema.

El mecanismo a utilizar para calentar el crudo es significativo, debido a que se reduce la viscosidad de la fase continua, se incrementa la diferencia de densidad entre el agua y el crudo, y se disuelven las sustancias (como los asfaltenos), que pueden estabilizar las emulsiones. La aplicación de campo eléctrico de alto voltaje puede realizarse tanto mediante aplicación de corriente directa (DC) como con corriente alterna (AC), en este trabajo se incluyeron las experiencias con ambas corrientes.

El proyecto en su totalidad, abarca el estudio de los materiales de fosas Acema-100, Guara-2, y Merey-31, con el fin de determinar las condiciones óptimas de separación empleando la separación electrostática.

1.2. OBJETIVOS

En función a los aspectos planteados anteriormente, surgen los siguientes objetivos que permitirán el desarrollo del presente Trabajo de investigación.

1.2.1. OBJETIVO GENERAL

Evaluar el comportamiento de separación agua-hidrocarburo de la fosa Merey-31, al aplicar calentamiento, campo eléctrico en continuo y centrifugación.

1.2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

1. Realizar el montaje del sistema en continuo que permita el tratamiento de la fosa de producción Merey-31, con calentamiento y campo eléctrico.
2. Realizar la caracterización del crudo mediante análisis SARA, densidad y viscosidad.
3. Determinar la temperatura de operación del sistema y el rango de tiempo de residencia a trabajar.
4. Determinar el rango de voltaje de trabajo.
5. Cuantificar el efecto de las variables estudiadas sobre la muestra, en el sistema en continuo, empleando la técnica de microscopía óptica y observación de separación de fases.
6. Realizar un tratamiento estadístico factorial 2^4 a los resultados para determinar las variables más influyentes en el sistema.

1.3. ANTECEDENTES

A continuación se exponen los trabajos más relevantes que sustentan el presente Trabajo Especial de Grado donde se exponen sus conclusiones y resultados.

Warren y Armstrong (2001) analizaron la desalación del crudo de la faja petrolífera del Orinoco, concluyendo que la viscosidad es un factor crítico en la desalación por lo que se debe aumentar la temperatura para disminuirla y que, por lo general, la máxima temperatura está limitada por la tolerancia al

calor en los aislantes eléctricos de los electrodos en los desaladores convencionales. También concluyen, que el aumento de temperatura tiene un efecto positivo en la diferencia de densidades entre el crudo y agua que mejoran la separación, pero este efecto es secundario respecto al efecto de la viscosidad. Explican que el aumento de la temperatura aumenta la conductividad del crudo incrementando el requerimiento energético.

Aske, Kallevik y Sjöblom (2002) analizaron 21 crudos y condensados de diferentes orígenes que fueron caracterizados exhaustivamente incluyendo datos de análisis SARA (saturados, aromáticos, resinas y asfaltenos), elasticidad interfacial, densidad, viscosidad, entre otros parámetros. Para evaluar la estabilidad de la emulsión utilizaron una celda en donde aplicaron campo eléctrico a la emulsión y determinaron un voltaje que denominaron “crítico” que es un valor representativo de la estabilidad de cada emulsión analizada. Mientras mayor es el voltaje crítico, mayor es la estabilidad de la emulsión. El aspecto que resulta más interesante de este estudio fue la correlación que realizaron entre los distintos parámetros estudiados y el voltaje crítico, y por lo tanto la estabilidad de cada emulsión, utilizando una técnica denominada regresión parcial de coeficientes.

Es especialmente relevante para este trabajo la relación entre el análisis SARA, la viscosidad y la densidad con la estabilidad ya que todos estos parámetros fueron estudiados en el presente Trabajo Especial de Grado. En la Figura N° 2 se muestran los coeficientes de regresión obtenidos para el estudio descrito anteriormente. Dichos coeficientes son indicativos del efecto que tiene cada parámetro en la estabilidad de la emulsión. Se puede observar que los parámetros estudiados en el presente trabajo especial de grado que tienen un efecto positivo en la estabilidad son: el aumento en contenido de resinas y asfaltenos y de la viscosidad. Y los que tienen un efecto negativo son: el aumento en el contenido de aromáticos y saturados, y el aumento de la densidad. Se concluye en estudio que los parámetros más influyentes son el contenido de asfaltenos y la tensión elástica, además pueden predecir, de

manera general, la estabilidad de la emulsión solo con los parámetros SARA y la elasticidad interfacial.

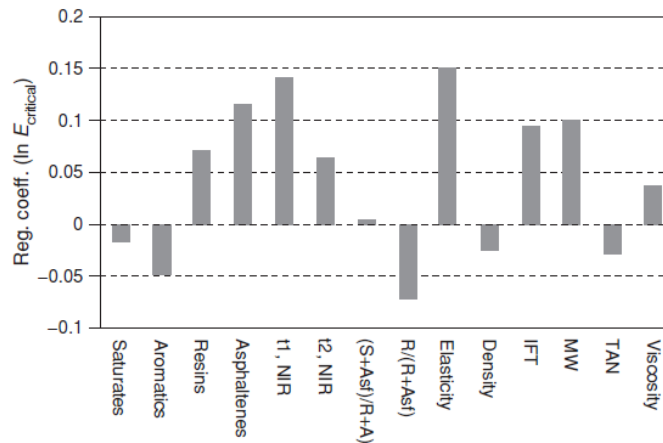


Figura N° 2. Parámetros de regresión en el trabajo de **Sjöblom y otros** (2002)

Padrón y Zúñiga (2005) en el LSM de la U.C.V utilizaron la técnica de microscopía óptica con análisis de imagen para determinar la distribución de tamaños de partículas, específicamente, de gotas y sólidos; además de determinar la cantidad de agua y sedimento contenidos en estos residuos. También se determinó la cantidad de agua por destilación y la cantidad de sedimento por extracción mediante técnicas estándares ASTM. Obtuvieron que Merey-31 tiene un 8,6% en gotas libres, 4,8% en gotas aglomeradas y un 8,7% en gotas con diámetros menores a 1,5 μm o mayores a 90 μm , la cantidad de agua obtenida por destilación es de 22,1%, y la cantidad de sólidos obtenida es de 0,59% por microscopía y 0,67% por extracción, con un 0,08% correspondiente a partículas con diámetros menores a 1,5 μm . Concluyen que la microscopía óptica resulta una importante ayuda para estudiar diversos sistemas dispersos, en especial los formados por crudo, agua y sólidos.

Almeida y Rodríguez (2006) estudiaron en el LSM la coalescencia y sedimentación de emulsiones W/O bajo efecto de campo eléctrico DC. Prepararon una emulsión sintética de agua en parafina con un contenido de 50% de agua. Entre sus conclusiones se expresa que la fuerza de gravedad no desestabiliza la emulsión formulada y que el aumento de la magnitud del

voltaje aplicado aumenta la frecuencia de coalescencia y velocidad de sedimentación de las gotas de la emulsión.

Bauer (2007) en el LSM estudió la influencia del campo eléctrico DC. sobre la coalescencia de la fase dispersa (agua) en emulsiones W/O, por medio del análisis de la variación de distribución de tamaño de gotas a partir de la técnica de microscopía óptica asistida por video. Aplicó tres intensidades de campo eléctrico: 2,5 kV/cm, 5 kV/cm y 7,5 kV/cm y obtuvo como resultado en la muestra de la fosa Merey-31 que el mayor tamaño promedio de gota se consiguió aplicando el campo eléctrico de 7,5 kV/cm durante 120 segundos, por lo que concluyó que el campo eléctrico de mayor magnitud (7,5 kV/cm) generó un mayor tamaño promedio de gota en un tiempo de aplicación más corto que los campos restantes. También concluyó que la mayor coalescencia de la fase dispersa se obtuvo para un tiempo de aplicación de campo eléctrico de 60 segundos para las tres magnitudes empleadas.

Rivero (2007) en el LSM estudió la estabilidad de las emulsiones W/O de fosas de producción para separar las fases que la conforman y recuperar el crudo presente en la emulsión; usando procedimientos físico-químicos en combinación con campo eléctrico DC. Entre sus conclusiones señala que el aumento de la temperatura favorece el proceso de aplicación de campo eléctrico; donde específicamente para el caso de la fosa Merey-31, aumenta el porcentaje de agua sedimentada para 80°C.

Fung (2011) trabajó en el LSM con las distintas fosas aplicando dilución con solventes alifáticos y aromáticos para lograr viscosidades similares. Aplicó varios voltajes con DC en una celda de trabajo en batch. Entre sus resultados reporta señala la aparición de corto-circuito a partir de los 40 segundos al aplicar campo eléctrico. Seleccionó un valor intensidad de campo de 4kV/cm para el tratamiento del material de fosa Merey-31. También notó, para el mismo material de fosa, que se presento mayor cantidad de agua en los bordes de los electrodos en donde el campo no es uniforme.

Less y **Vilagines** (2011) realizaron una revisión sobre los electrocoalescedores, señalando los avances ventajas y limitaciones en la separación de las emulsiones agua en aceite. En general presentan todas los fenómenos asociados a los electrocoalescedores y presentan características de varias tecnologías actuales.

Maia y otros (2012) estudiaron el envejecimiento de las emulsiones agua en crudo en dos trabajos de investigación.

Por una parte investigaron el efecto en los parámetros reológicos y para ello prepararon 5 emulsiones modelo con los asfaltenos extraídos de un crudo brasileño y se dispersaron en distintos contenidos de fase hidrocarburo. Se evaluaron las emulsiones durante 60 días en un intervalo de 15 días en un reómetro oscilatorio. Explican que la elasticidad de la emulsión está relacionada con el comportamiento elástico. Las emulsiones modelo que tenían un mayor contenido de asfaltenos presentaban un módulo elástico más elevado por lo que concluyen que dichas emulsiones eran más estables. También concluyeron que la solubilidad de los asfaltenos en el medio dispersante afecta en gran medida la susceptibilidad de la emulsión al envejecimiento, mientras mayor sea la interacción asfaltenos-solvente menor será el módulo elástico ya que menos moléculas migrarán a la interfase. Además concluyeron que para un mismo contenido de asfaltenos, la emulsión en el crudo era más afectado por el envejecimiento que las emulsiones modelo.

En otro estudio cuya preparación era similar al anterior, concluyeron que las emulsiones modelo con esencialmente una fase aromática, presentaban una disminución en el tamaño de partículas y un ligero incremento en la viscosidad a medida de que se aumentaba el contenido de asfaltenos. Concluyeron también que la emulsión del crudo es muy afectada por el envejecimiento y que un demulsificante muy efectivo para la emulsión recién formada se puede convertir en inefectivo en el tratamiento de emulsiones con menos de 30 días de envejecimiento.

CAPÍTULO II

MARCO TEÓRICO

2.1 EMULSIONES AGUA EN CRUDO

Una emulsión es un sistema que contiene dos fases líquidas inmiscibles o poco miscibles, una que está dispersa en pequeñas gotas en la otra. Ese líquido que está dividido en gotas se denomina fase dispersa, mientras que la sustancia que rodea a dichas gotas se denomina fase continua o medio dispersante.

Las emulsiones de agua en crudo (W/O) son dispersiones de gotas finas de agua en el crudo. La fase de las gotas dispersas está impedida de coalescer, y por lo tanto de separarse, por una capa adsorbida de especies tenso-activas que se encuentran naturalmente en el crudo denominadas agentes emulsificantes o emulsionantes. Estas emulsiones se encuentran frecuentemente en la producción de crudo así como en su procesamiento y son formadas por las grandes caídas de presión en las válvulas que generan mezclado intenso entre el agua y el crudo. Dichas emulsiones son indeseables debido a que no solo causan problemas serios en el procesamiento sino que también aumentan los costos (problemas en el transporte, deterioro de los equipos debido a la corrosión e incrustamiento). Es por ello que antes del procesamiento del crudo aguas abajo, es necesario remover mediante procesos adecuados el agua dispersa, que la mayoría del tiempo tiene altos niveles de sales y otras impurezas. (**Abdel-Aal, Aggour y Fahim (2003)**)

La estabilidad de las emulsiones de agua en crudo está afectada por diversos factores los cuales se presentan a continuación. La mayoría de la información siguiente en esta sección fue extraída del trabajo de **Marfisi y Salager** (2004) con algunas observaciones en algunos aspectos importantes. Se recomienda leer dicho material si se desea profundizar en el tema.

Agentes emulsionantes y propiedades interfaciales: Los agentes emulsionantes son numerosos y se pueden clasificar en compuestos naturales surfactantes tales como los asfaltenos y resinas; sólidos finamente divididos tales como arena y lodos de perforación; y químicos de producción añadidos tales como inhibidores de corrosión y biocidas. Los surfactantes pueden adsorberse a la interfase de la gota de agua y formar una película rígida que resulta en una alta estabilidad de la emulsión W/O formada, lo cual ocurre en menos de tres días. Además, si el surfactante o partícula adsorbida en la interfase es polar, su carga eléctrica provoca que se repelan unas gotas con otras.

Viscosidad de la fase externa, diferencia de densidad y tamaño de la gota: Para entender la influencia de todos estos parámetros es útil estudiar el mecanismo por el cual se aproximan por sedimentación gravitacional. Si las gotas son más o menos grandes su sedimentación está gobernada por las leyes de Stokes (que están basadas en la superposición de las gotas esféricas rígidas, Ecuación 1), pero si son menores a 5µm está presente el movimiento Browniano.

$$V_s = \frac{2(\rho_1 - \rho_2)gr^2}{9\eta_e} = f_s r^2 \quad (\text{Ecuación 1})$$

Donde:

V_s : Velocidad de sedimentación de Stokes [cm/s]. ρ_1 : Densidad del agua [g/cm³]. ρ_2 : Densidad del crudo [g/cm³]. g : Aceleración de gravedad [cm/s²]. r :

Radio de las gotas de agua dispersas en el crudo [cm]. f_s : Factor de Stokes [1/cm.s]

Mediante la Ecuación 1 se puede deducir fácilmente que a medida de que aumenta la viscosidad de la fase externa disminuye la velocidad de sedimentación, por lo que disminuye de igual manera la frecuencia de colisión entre las gotas por lo cual la emulsión es más estable. De igual manera al disminuir la diferencia de densidades entre la fase continua y la dispersa, la velocidad de sedimentación disminuye por lo cual al igual que el caso anterior la estabilidad de la emulsión aumenta. Finalmente se puede observar que la velocidad de sedimentación es muy dependiente del tamaño de gota; gotas de menor radio disminuyen la velocidad de sedimentación, consecuentemente aumentando la estabilidad de la emulsión, generalmente gotas menores a $10\mu\text{m}$ producen emulsiones más estables.

Temperatura: Usualmente, la temperatura tiene un efecto muy fuerte en la estabilidad de la emulsión. Incrementando la temperatura se reduce la adsorción de surfactantes naturales y disminuye la viscosidad de la fase externa, la rigidez de la película interfacial y la tensión superficial. Todos estos cambios reducen la estabilidad de la emulsión.

Relación entre las fases: Incrementando el volumen de la fase dispersa se incrementa el número de gotas y/o tamaño de gota y el área interfacial. La distancia de separación se reduce y esto aumenta la probabilidad de colisión de las gotas. Todos estos factores reducen la estabilidad de la emulsión.

pH: La adición de ácidos o bases inorgánicos cambia radicalmente la formación de películas de asfaltenos y resinas que estabilizan las emulsiones agua-aceite. Ajustando el pH se puede minimizar la rigidez de la película que estabiliza la emulsión y aumentar la tensión superficial. La estabilización de la tensión interfacial depende del pH de la fase acuosa, por lo cual la adsorción en la interfase presenta una histéresis que indica que las diferentes moléculas

emulsionantes (surfactantes naturales que contienen grupos ácidos y bases) poseen cinéticas de equilibrio muy diferentes.

Envejecimiento de la interfase: A medida que la interfase envejece la adsorción de los surfactantes se completa y debido a las interacciones laterales entre las moléculas aumenta la rigidez de la película hasta un valor estable en unas 3 a 4 horas. Esta película o piel alrededor de la gota llega a ser más gruesa, más fuerte y más dura. Además, la cantidad de agentes emulsionantes se incrementa por oxidación, fotólisis, evaporación o por la acción de bacterias.

Salinidad de la salmuera: La concentración de la salmuera es un factor importante en la formación de emulsiones estables. Agua fresca o salmuera con baja concentración de sal favorecen la estabilidad de las emulsiones. Por el contrario, altas concentraciones de sal tienden a reducirla.

Tipo de crudo: Los crudos con aceite de base parafínica usualmente no forman emulsiones estables, mientras que los crudos nafténicos y de base mixta forman emulsiones estables. Ceras, resinas, asfaltenos y otros sólidos pueden influenciar la estabilidad de la emulsión. En otras palabras, el tipo de crudo determina la cantidad y tipo de emulsionantes naturales.

Presencia de cationes: Los cationes divalentes como calcio y magnesio tienen tendencia a producir una compactación de las películas adsorbidas, probablemente por efecto de pantalla electrostática de un lado, y por otro, la precipitación de sales insolubles en la interfase.

2.2. SEPARACIÓN DE ELECTROSTÁTICA

A la fecha, existen varias técnicas para mejorar la separación de las emulsiones de W/O, como la adición de demulsificantes, ajuste de pH, sedimentación gravitatoria o centrífuga, filtración, tratamiento térmico y tratamiento electrostático. Desde el punto de vista de eficiencia de energía el

tratamiento electrostático es considerado el mejor de todos los métodos antes mencionados.

2.2.1 FENÓMENOS ASOCIADOS A LA SEPARACIÓN ELECTROSTÁTICA

La mayoría de los aspectos señalados en esta sección fueron extraídos del trabajo de **Less y Vilagine** (2011) ya que en su trabajo se detalla de manera muy resumida todos los aspectos a considerar en la separación electrostática.

Fuerzas eléctricas

Una gota suspendida está siempre sujeta a la fuerza de gravedad y la fricción. Pero cuando un campo eléctrico es aplicado, fuerzas adicionales pueden afectar el movimiento de las gotas.

La primera de estas es la **dielectroforesis**, una fuerza de atracción que se genera en un campo eléctrico no uniforme entre gotas que tienen una permisividad que difiere de la permisividad del medio líquido en donde están contenidas. Esta fuerza presenta las siguientes dependencias:

$$F_{DE} \propto (r^3, \varepsilon_{Crudo}, \nabla E^2) \quad (\text{Ecuación 2})$$

En donde:

F_{DE} : Fuerza dielectroforética [N]. ε_{Crudo} : Permisividad del crudo [F/m]. E : Campo eléctrico [kV/m]

La Ecuación 2 muestra que la fuerza dielectroforética es independiente de la distancia entre las gotas, pero depende del gradiente del campo eléctrico. La dielectroforesis no requiere partículas cargadas y surge del hecho de que cualquier dipolo tiene una separación finita entre cantidades iguales de cargas positivas y negativas. Cuando un campo no uniforme se alinea con el dipolo, un extremo del dipolo estará en un campo eléctrico más débil que el otro, resultando en una fuerza neta empujando el dipolo hacia la ubicación de mayor

intensidad de campo. La dielectroforesis es un efecto predominante en la coalescencia dipolo-dipolo, donde puede verse que un par de gotas de agua cercanas transportadas en el crudo se atraen la una a la otra intentando llegar a un punto de máxima intensidad de campo entre ellas. Es importante notar que para casos prácticos la dielectroforesis existe inclusive en campos electrostáticos uniformes, debido a que la presencia de varias gotas siempre actúa para distorsionar las líneas de campo. Las fuerzas dielectroforéticas son proporcionales al radio de la gota elevado a la tercera potencia, por lo cual puede ser inefectivo para remover las gotas más pequeñas, que constituyen la fracción residual de agua en las emulsiones separadas mediante la gravedad.

La segunda fuerza es la **electroforesis**, una fuerza atractiva o repulsiva establecida en un campo eléctrico uniforme entre las gotas cargadas y los electrodos. Su principio físico se basa en la carga de la separación entre la superficie de la partícula y el fluido circundante. Un campo eléctrico aplicado actúa en la densidad de carga, causando que la partícula, el medio circundante o ambos se muevan **Eow y otros** (2000). La ecuación 4 muestra las variables que determinan la intensidad de la fuerza electroforética en el momento de la carga de la gota. Esta intensidad naturalmente decaerá siguiendo el tiempo de relajación calculado mediante la Ecuación 3.

$$\tau = \frac{\varepsilon_{Crudo}}{\sigma_{Crudo}} \quad \text{(Ecuación 3)}$$

$$F_{EF} \propto (r^2, \varepsilon_{Crudo}, E^2) \quad \text{(Ecuación 4)}$$

Donde:

τ : tiempo de relajación [s]. σ_{Crudo} : Conductividad del crudo [S/m]. F_{EF} : Fuerza electroforética [N].

La Ecuación 4 muestra que la fuerza electroforética es independiente del espacio entre las gotas y tiene el potencial de ser muy efectiva para la

separación de crudo/agua. Bajo campos eléctricos DC, debido a que la polaridad no cambia, esta fuerza va a inducir que las gotas cargadas se muevan al electrodo de carga opuesta con una velocidad determinada por la viscosidad del medio viscoso. Al hacer esto, es posible que un número de gotas en el flujo van a colisionar y unirse **Urdahl y otros** (2001). En campos eléctricos AC, no hay carga neta impartida a las gota, por lo que la electroforesis solo va a causar que las gotas oscilen sobre una posición media en una frecuencia el doble de rápido que la del campo eléctrico **Lundgaard y otros** (2006), y por lo tanto no contribuirán a la colisión de las gotas y su coalescencia. Se ha mostrado que la electroforesis es el mecanismo eléctrico más fuerte para el movimiento de las gotas transportadas en flujo continuo **Warren y Sams** (2003). Desafortunadamente los mecanismos de corrosión promovidos por corrientes unidireccionales y la tendencia a formar corto circuito para bajo contenidos de agua han desalentado el uso de altos campos eléctricos bajo DC en la tecnología de los electrocoalescedores **Eow y otros** (2000).

La tercera fuerza es la atracción dipolar, que causa una tracción mútua entre las gotas cercanas debido a la interacción de los dipolos inducidos por el campo eléctrico **Atten** (1993). Esta fuerza surge debido a la alta conductividad del agua producida y muestra las siguientes dependencias **Eow y otros** (2000):

$$F_{Dip} \propto (r^6, \varepsilon_{Crudo}, E^2, s^{-4}) \quad (\text{Ecuación 5})$$

Donde:

F_{Dip} : Fuerza dipolar [N]. s : Espacio entre las gotas, calculado entre los centros de las 2 gotas [m]

La Ecuación 5 muestra que la atracción dipolar es altamente dependiente del tamaño de las gotas y la distancia entre ellas. Bajo la suposición de una emulsión mono-dispersa homogénea, la distancia entre las

gotas es inversamente proporcional a la fracción X en volumen del agua dispersa **Devulapalli y Jones** (1999):

$$s = r \left(\frac{4/3\pi}{X} \right)^{4/3} \quad (\text{Ecuación 6})$$

Por lo tanto, en la mayoría de las emulsiones, se podría esperar que la atracción dipolar se hace menos efectiva mientras el contenido de agua sea menor debido a que la distancia entre las gotas se incrementa. Adicionalmente, como las gotas más grandes coalescidas sedimentan rápidamente, dejando las gotas más pequeñas dispersas en la emulsión, la contribución de la atracción dipolar disminuirá a la largo del proceso de electrocoalescencia.

Una última fuerza inducida por el efecto de polarización de las gotas debe ser considerado. Esta es la deformación de las gotas causadas por la carga opuesta de los dos extremos de la gota y por otras tensiones eléctricas. Estos efectos podrían competir con la fuerza de tensión interfacial, que normalmente mantiene las gotas de agua como esferas de radio, r , causando que la gota se deforme y se alargue en la dirección del campo eléctrico, tomando la forma de un elipsoide alargado de exentricidad, e , dado por (**Eow y otros** (2000); **Lundgaard y otros** (2006)):

$$e^2 = \left(\frac{9\epsilon_{Crudo} r E^2}{16\pi\lambda} \right) \quad (\text{Ecuación 7})$$

Donde:

e : Excentricidad de la gota en forma de elipsoide [adim], λ : Tension interfacial entre el agua y el crudo [N/m]

Bajo dichos efectos, las gotas se deformarán hasta un punto crítico en donde estarán inestables y se romperán. El radio de deformación crítico se define como la razón entre la longitud crítica de una gota alargada y su diámetro

original. Se consiguió que este valor era una constante en orden de 1,9 en el trabajo de **Taylor** (1964). En la Ecuación 8 se representa el campo crítico, que es el valor en donde la interfase se convierte en inestable y la gota se divide en gotas de un diámetro mucho más pequeño **Atten** (1993)

$$E_C = 0,648 \sqrt{\frac{\lambda}{2\varepsilon_{Crudo}r}} \quad (\text{Ecuación 8})$$

Donde:

E_C : Campo eléctrico crítico [kV/m]

Less y Vilagine (2011) resolvieron con valores de E_C , λ y ε_{Crudo} para mezclas agua en crudo y calcularon que solo gotas con diámetros mayores a aproximadamente 650 μm se podrían romper. También comentan que a pesar de que gotas de ese diámetro son muy difícilmente en los problemas de separación del crudo, se debe tener en cuenta la deformación cuando se considera la interacción entre gotas muy cercanas. Los incrementos locales del campo eléctrico pueden ser lo suficientemente fuertes para inducir una deformación significativa para desestabilizar las gotas llevando a coalescencia o a rompimiento **Atten** (1993).

Fuerzas mecánicas

Las fuerzas eléctricas descritas anteriormente son esencialmente fuerzas de corto rango. Cuando el espacio entre las gotas es grande, se necesita de otras fuerzas para traer las gotas a una proximidad cercana y para permitir que las fuerzas electrostáticas contribuyan a la coalescencia de las gotas. Varios mecanismos pueden contribuir a esto, incluyendo el movimiento Browniano, sedimentación, esfuerzo de corte laminar, efecto de corte turbulento o inercia turbulenta **Urdahl y otros** (2001). Cuando la distancia entre las gotas es suficientemente pequeña, las fuerzas electrostáticas colocan a las gotas en contacto y el proceso de adelgazamiento o drenado de película del proceso de

coalescencia comienza. En sistemas no perturbados este proceso podría durar varios minutos, con las gotas solo rodando una sobre otra sin unirse. **Allan y Mason** (1962) mostraron que esta demora decrece altamente en función a la fuerza del campo debido a una mayor velocidad de adelgazamiento de la película o debido a una ruptura a mayores espesores de película.

De estas consideraciones es claro lo importante que es incrementar frecuencia de colisión mediante la aplicación de un régimen de flujo u optimizando la forma del coalescedor de tal manera de favorecer la turbulencia y el mezclado. Sin embargo se requiere de una optimización del diseño del paquete del electrocoalescedor, debido a que muy alta turbulencia inducirá a la ruptura de las gotas, re-dispersión de las pequeñas gotas de agua, y por lo tanto una disminución en la eficiencia de la deshidratación.

Para emulsiones muy estables, donde películas muy marcadas están presentes en la interfase agua/crudo, el proceso de drenaje de película puede ser tan lento que permita la formación de largas cadenas estables de gotas que, a medida que el voltaje es incrementado, progresivamente llenarán el espacio entre los electrodos (**Taylor** (1998); **Sjöblom y otros** (2003)). Mientras esta condición se va produciendo, la conductividad de la emulsión incrementará fuertemente y la intensidad de corriente determinará un colapso en la diferencia del potencial. En este caso **Less y Vilagine** (2011) señalan que el paquete de electrocoalescedor solo no puede desempeñarse bien y otras técnicas de mitigación deben ser empleadas, como calentamiento o la inyección de demulsificantes químicos.

2.2.2 ELECTROCOALESCEDORES INDUSTRIALES

Un deshidratador electrostático está dividido en 3 secciones, Figura N° 3. La primera sección ocupa aproximadamente el 50% de su longitud y es llamada “Sección de calentamiento”. La segunda sección es llamada “Sección central o control de nivel” y esta ocupa por alrededor del 10% de su longitud ubicada

adyacente a la sección de calentamiento. La tercera sección ocupa el 40% de la longitud del deshidratador y es denominada “Sección de asentamiento” del agua suspendida para producir crudo limpio. Las parrillas de electrodos de alto voltaje están localizadas en la parte superior del recipiente, arriba de la interfase agua-aceite.

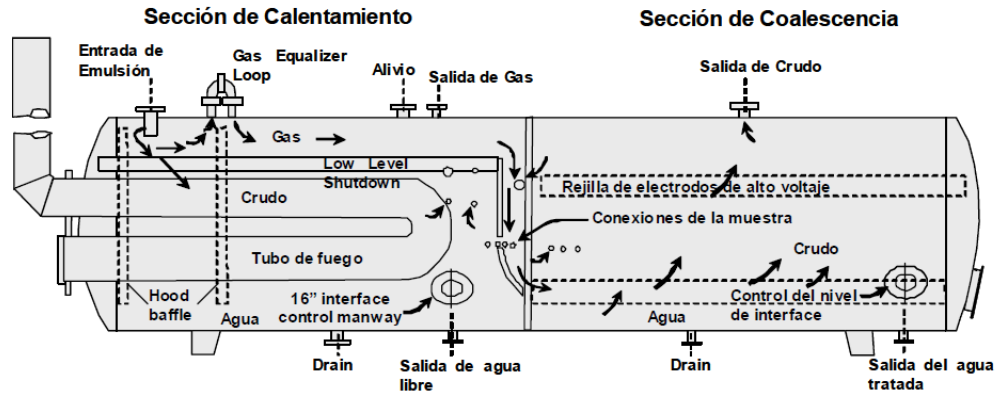


Figura N° 3. Deshidratador electrostático **Marfisi y Salager** (2004)

En el anexo II se presenta información de varias tecnologías existentes tomada del trabajo de **Less y Vilagine** (2011).

En los electroalescedores industriales se ha probado a lo largo del tiempo varios tipos de corriente, tales como: **AC**, **DC**, combinación **AC/DC**, **DC** pulsante.

En la **corriente AC**, debido al cambio de polaridad en los electrodos las gotas de agua no tienen un desplazamiento neto dentro de la emulsión y es el tipo de corriente más usada industrialmente ya que se tiene mayor tolerancia a corto-circuito generado por la formación de cadenas de gotas de agua, sobretodo a muy altas frecuencias en el orden de los KHz. En la **corriente DC**, las gotas cargadas se dirigen al electrodo negativo. Se ha perdido interés por este tipo de corriente debido a que tiene muy baja tolerancia a la formación un corto-circuito por la formación de cadenas de gotas de agua, de no existir este

problema, este tipo de corriente sería muy efectiva debido a que todas las gotas de agua se dirigen hacia un mismo punto. Esto llevó a probar con corriente **DC pulsante** que significa que se aplica corriente mediante pulsos de cierta frecuencia, en donde se obtuvieron mejores resultados. Y también se ha probado la combinación de ambos tipos de corriente **AC/DC** y es usada en tecnologías actuales.

2.3. MICROSCOPIA ÓPTICA

Gran parte de los aspectos señalados en esta sección fueron extraídos del material de **Sjöblom** (1998), por lo que si se desea una visión más amplia del tema se recomienda consultar dicho material.

La video-microscopía es una técnica que combina el poder de magnificación de un microscopio (microscopia óptica) con la capacidad de adquisición de imágenes de una video cámara. La matriz de datos resultante de la cual se obtiene la información de la muestra es una imagen o serie de imágenes. Esto relaciona íntimamente la video-microscopía con las técnicas de análisis de imágenes, realizadas frecuentemente con la ayuda de un computador. El software de análisis de imágenes de hoy en día provee un amplio rango de funciones analíticas, con la adición del mejoramiento de la calidad de la imagen previa a su análisis.

La información típica que se puede encontrar en las imágenes es el estado de la muestra, geometría y dispersión entre otros. Para emulsiones, esto generalmente significa tamaño de partícula y concentración.

Un sistema de video-microscopía comprende una videocámara (análoga o digital), la cual está conectada al tubo ocular de un microscopio. La imagen es transferida a la tarjeta de captura de imágenes instalada en la tarjeta madre de la computadora (digitalización). La optimización de la imagen y el análisis se realizan con un software especializado.

Entre los parámetros que limitan la aplicabilidad de la video-microscopía se encuentran:

- La muestra debe tener ciertas propiedades ópticas, ya que la técnica se basa en la reflexión, refracción, dispersión y absorción de radiación, por ejemplo la luz visible, como es el caso de microscopía óptica. Para las emulsiones, esto significa que la muestra debe ser transparente y que la fase continua y las gotas deben tener distintos índices de refracción y diferente color, es decir propiedades que los distinga ópticamente.
- El límite de resolución, por lo que el tamaño operacional es gobernado por la longitud de onda de la iluminación. Esto se debe a la difracción; la imagen de la partícula es un patrón de difracción y la superposición patrones de partículas cercanas resulta en una imagen borrosa.

En la video-microscopía como en la mayoría de las técnicas, la toma apropiada de la muestra es crítica. Una emulsión es tridimensional y la imagen es en dos dimensiones (la profundidad de campo de cierta magnitud provee información sobre el volumen de las gotas). Una imagen contiene mucha información que de diferentes maneras puede ser útil cuando se intenta describir la muestra. Cuando la tarea es la de determinar el tamaño de partícula y distribución de tamaño, el procedimiento de medición utiliza solo una pequeña cantidad de esta información.

En un sentido más puro, el procedimiento busca distinguir las gotas de sus alrededores (el fondo) y de sí mismas, y luego representar las medidas de cada una de las gotas definidas. El camino más primitivo es, por supuesto, el que no necesita realmente de la asistencia de un computador (aunque este facilite el trabajo tedioso). Para sistemas complejos este sería el único camino a seguir, debido a que el proceso de decisión de definir las gotas separadas es demasiado complicado para el uso práctico y confiable de procedimientos automáticos que pueden ser encontrados dentro del software. Para sistemas de

simples procedimientos puede simplificar tremendamente la generación de suficientes cantidades estadísticas de información confiable, haciendo el método competitivamente alternativo. Muestras fácilmente analizables son típicamente diluidas y no floculadas, con una estrecha distribución de tamaño de gotas.

El procedimiento general es simple: se definen parámetros para distinguir las gotas del fondo. Esto es típicamente logrado por la definición de un umbral en la escala de colores o valores de pixel característicos de las gotas.

2.4. ANÁLISIS DE TAMAÑO DE PARTÍCULA

Teóricamente, es posible definir el tamaño en términos de una característica geométrica (como el volumen, la longitud, la superficie, el área proyectada) o en términos de una propiedad física medida que depende del tamaño (como la velocidad de sedimentación, coeficiente de difusión, ángulo de difracción de la luz), pero es común referirse el tamaño de la partícula a una dimensión de longitud.

Sin embargo, un sistema de partículas está constituido por unidades elementales que no poseen el mismo tamaño, por lo que se suele hablar de una distribución de tamaños de partículas, la cual es una propiedad intensiva de una dispersión, o más precisamente de las gotas y sólidos que la componen. Ésta permite describir la geometría de una dispersión a través de análisis estadísticos del conjunto de partículas. Las propiedades de tales sistemas comúnmente caen dentro de la clase que pertenece a la partícula individual, en donde se encuentra el tamaño y forma de la partícula, su volumen y su área superficial. **Sorrentino** (2002).

De la medida del área proyectada A_p el diámetro equivalente se obtiene:

$$A_p = \frac{\pi}{4} \cdot X_A^2 \quad (\text{Ecuación 9})$$

De donde se obtiene:

$$X_A = 2 \cdot \sqrt{\frac{A_P}{\pi}} \quad (\text{Ecuación 10})$$

$$\phi_W = \frac{A_W}{A_T} \quad (\text{Ecuación 11})$$

Donde:

X_A : Diámetro de las gotas de agua. [μm]. ϕ_W : Porcentaje de agua en función del área total. [adim]. A_W : Área total de agua. [μm^2]. A_T : Área total de la imagen [μm^2]

Distribución acumulada de tamaños de partículas

La curva de distribución acumulada es una representación de la fracción o porcentaje de las partículas que se encuentran por debajo o por encima de cierto tamaño. Una vez obtenidos los datos acumulados de la cantidad relativa de partículas que pertenecen a cada rango de tamaño, se puede decir que $Fr(x_i)$ representa la cantidad relativa de partículas más grandes (o más pequeñas) que x_i , como se muestra en la Figura N°4. **Sorrentino** (2002)

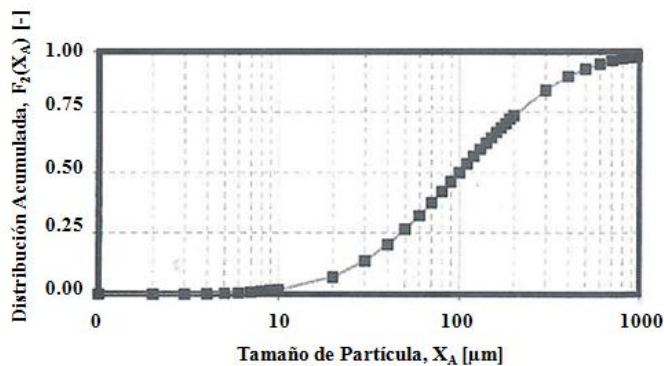


Figura N° 4. Distribución acumulada de tamaño de partículas (Sorrentino, 2002).

Los parámetros utilizados para definir los resultados obtenidos se describen en la Tabla N° 1.

Tabla N° 1. Descripción de parámetros utilizados **Fung** (2011).

Parámetro	Descripción
X_A [μm]	Diámetro de las gotas de agua basado en la superficie proyectada
$F_2(X_A)$	Fracción de gotas con diámetro $\leq X_A^*$
$R_2(X_A) = 1 - F_2(X_A)$	Fracción de gotas con diámetro $> X_A \mu\text{m}$
$D_{F_2(X_A)}$ [μm]	Diámetro de gota para una fracción acumulada de $F_2(X_A)$ en porcentaje
ϕ_w [%]	Porcentaje de agua total
$\Phi_w(X_A)$ [%]	Porcentaje de agua en gotas con diámetro mayor a X_A después de aplicar campo eléctrico
$\Phi_w^0(X_A)$ [%]	Porcentaje de agua en gotas con diámetro mayor a X_A sin aplicar campo eléctrico

*El subíndice “2” indica que la distribución está basada en la fracción de superficie ocupada por cada tamaño.

El subíndice “A” indica que el tamaño de la gota se define como el diámetro de la esfera que proyecta la misma área como silueta.

La fracción de gotas se obtiene de la Ecuación 12.

$$F_2(X_A) = \frac{A_{X_A}}{A_w} \quad (\text{Ecuación 12})$$

Donde:

A_{X_A} : Área de gotas con diámetro $\leq X_A$. [μm^2]. $F_2(X_A)$: Fracción de gotas con diámetro $< X_A$ [adim,]

2.5. DISEÑO FACTORIAL 2^k

En muchos experimentos interviene el estudio de los efectos de dos o más factores. En general, los diseños factoriales son los más eficientes para este tipo de experimentos. Por diseño factorial se entiende que cada ensayo o réplica completa del experimento se investigan todas las combinaciones posibles de los niveles de los factores. Por ejemplo, si el factor A tiene a niveles y el factor B tiene b niveles, cada réplica contiene ab combinaciones de los tratamientos.

Cuando estos factores están incluidos en un diseño factorial, es común decir que están cruzados.

El efecto de un factor se define como el cambio en la respuesta producido por un cambio en el nivel del factor. Con frecuencia se le llama efecto principal porque se refiere a los factores de interés primario en el experimento. El diseño factorial 2^k está conformado por varios factores estudiados a dos niveles, a estos niveles se les denomina “bajo” y “alto”. Puesto que sólo hay dos niveles para cada factor, se supone que la respuesta es aproximadamente lineal en el rango elegido para los niveles de los factores. Este diseño permite identificar que factores son significativos con respecto a la variable de respuesta.

El diseño factorial es un tema muy amplio y está fuera del alcance de este trabajo explicar todas las implicaciones que éste involucra, por lo cual se recomienda consultar el material de **Montgomery** (2004) para ampliar el tema.

2.6. ANÁLISIS SARA

El análisis SARA, comprende una serie de métodos para la caracterización de crudos, en donde una muestra es separada en varias fracciones, con cada fracción teniendo una composición diferente. Sus siglas provienen de los componentes en que se separa el crudo que son:

- Saturados (S): son los compuestos no polares que no contienen dobles enlaces e incluye los alcanos y los cicloalcanos.
- Aromáticos (A): consisten en todos los compuestos con uno o más anillos de benceno. Estos anillos pueden estar conectados a anillos de naftenos o cadenas alifáticas.
- Resinas (R): está conformado por las fracciones polares de moléculas conteniendo hetero-átomos como nitrógeno (N), oxígeno (O) y azufre (S). Esta fracción se define operacionalmente como la fracción soluble en

alcanos ligeros como pentano y heptano, pero insoluble en propano líquido. Los ácidos nafténicos están contenidos en esta fracción.

- **Asfaltenos (A):** Los asfaltenos son moléculas polares que pueden ser clasificadas como similares a las resinas, pero con peso molecular más elevado, típicamente 500-1500g/mol. La fracción de asfaltenos, como las resinas, son definidos por su solubilidad ya que son aquellos que precipitan en alcanos ligeros como pentano, hexano o heptano. El precipitado es soluble en solventes aromáticos como tolueno y benceno. La fracción de asfaltenos contiene el mayor porcentaje de heteroátomos (O, S, N) y constituyentes organometálicos (Ni, V, Fe) en el crudo. Se cree que la estructura de las moléculas de asfaltenos consiste en grupos de aromáticos policíclicos, con varias cadenas de alcanos.

Los métodos para realizar el análisis SARA son:

- Cromatografía en columna abierta de adsorción en arcilla – gel descrita en la Norma ASTM D2007 – 93.
- Cromatografía líquida de alta presión (HPLC) con detector de Índice de Refracción.
- Cromatografía en capa delgada (TLC). El detector empleado es el FID.

En general, todos los métodos separan los asfaltenos del crudo como primer paso mediante su precipitación en n-heptano, y luego se analiza la composición de saturados, aromáticos y resinas de la fracción restante denominada maltenos.

G.P.A (2006)

CAPITULO III




MARCO METODOLÓGICO

A continuación se presenta la metodología a realizada para alcanzar los objetivos propuestos. Se desarrolló una metodología de campo debido a que se realizaron pruebas en el laboratorio que permitieron sustentarlo.

3.1. MATERIALES Y EQUIPOS

A continuación se presenta la Tabla N° 2 que contiene fotos de los materiales y equipos utilizados.


Tabla N° 2. Materiales y equipos.

Nombre de equipo o material	Foto de equipo o material
Microscopio NIKON Eclipse ME 600 con computadora y cámara CCD (Charge-Coupled Device). Permitio realizar el análisis mediante microscopía óptica.	
Porta-objetos y cubre-objetos para microscopio	
Tubo zanahoria de 15 ml donde se colocó la muestra a la que se le aplicó el campo.	

Continuación **Tabla N° 2:** Materiales y equipos

Nombre de equipo o material	Foto de equipo o material
<p>Centrifuga marca Martin Christ con Rango de velocidad de 0 a 6000 rpm. En este equipo se insertaron las zanahorias luego de haber aplicado el campo eléctrico.</p>	
<p>Muestra del material de fosa Merey-31. Data de la fecha 12-01-2005</p>	
<p>Recipientes varios contenedores de muestras de material de fosa (envases de compota, mayonesa, beakers, entre otros)</p>	
<p>Plancha de calentamiento</p>	
<p>Motor de agitación para homogeneizar la temperatura en el tanque.</p>	

Continuación **Tabla N° 2:** Materiales y equipos

Nombre de equipo o material	Foto de equipo o material
<p>Sistema que provee AC y DC, montaje realizado por profesor Malpica (Ingeniería Eléctrica, UCV)</p>	

Se puede apreciar en la Figura N° 5 el diseño preliminar del sistema en donde el esquema a la izquierda representa al sistema con válvula a la salida (V-2) y el de la derecha con dispositivo reductor de flujo acoplado. La diferencia se resalta mediante un círculo. También se presenta la Tabla N° 3 en donde se presentan las características del sistema.

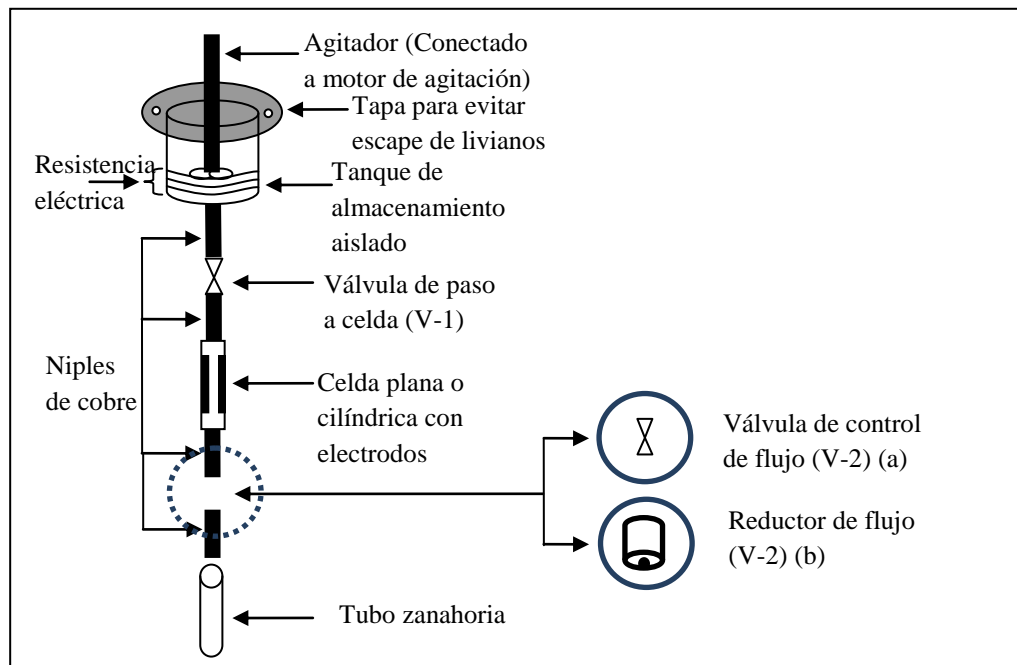


Figura N° 5. Diseño preliminar del sistema en continuo con válvula (a) y con reductor de flujo (b).

Tabla N° 3. Características del sistema.

Nombre de la característica	Característica
Material del tanque	Hierro Colado
Dimensiones del tanque	5 cm de diámetro, 9 cm de altura, Tubería de salida de ¼"
Equipos complementarios	Resistencia térmica(1 ohm) 2,45 m, recubierta con anillos de cerámica y un agitador mecánico
Celda de placas planas	
Material de la celda	Acrílico 3mm de espesor
Dimensiones de la celda	Altura: 5cm; lado: 1,6 cm.
Material de los electrodos	Cobre
Dimensiones de los electrodos	5cm x 1cm x 0,1 cm (largo, ancho, espesor)
Separación de los electrodos	0,8 cm
Celda cilíndrica	
Material de la celda	Acrílico
Dimensiones de la celda	Largo: 8 cm, diámetro externo: 2,54 cm, diámetro interno: 1,3 cm.
Material de los electrodos	Cobre
Dimensiones de los electrodos	Mayor diámetro interno: 1,12 cm, menor diámetro externo: 0,32 cm. Largo: 5cm
Separación de los electrodos	0,8 cm

A continuación se presenta la Figura N° 6 que contiene una imagen de la celda plana (izquierda) y cilíndrica (derecha)

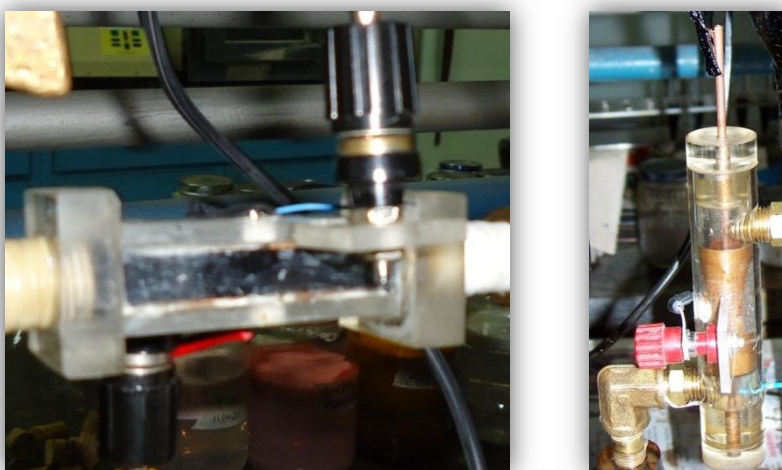


Figura N° 6. Imagen de la celda plana (izquierda) y cilíndrica (derecha).

3.2. REALIZAR EL MONTAJE DEL SISTEMA EN CONTINUO QUE PERMITA EL TRATAMIENTO DE LA FOSA DE PRODUCCIÓN MEREY-31, CON CALENTAMIENTO Y CAMPO ELÉCTRICO

Se procedió a montar el sistema tal cual se muestra en el esquema izquierdo de la Figura N° 5 (con válvula V-2) y se pusieron a prueba varios materiales para aislar el sistema. Se probó con mecatillo, algodón y fibra de vidrio. Para cada caso se observó la resistencia del material frente a una alta temperatura y la pérdida de temperatura desde el tanque hasta la salida del sistema. Se seleccionó el material con el que se obtuvo una menor pérdida de temperatura y que además resistía altas temperaturas.

Posteriormente se procedió a medir el tiempo de residencia del material de fosa a distintas temperaturas en el sistema mediante una apertura completamente abierta y una apertura intermedia de la válvula V-2. Posteriormente se realizó el mismo procedimiento utilizando los dispositivos de salida que se muestran en la siguiente imagen:

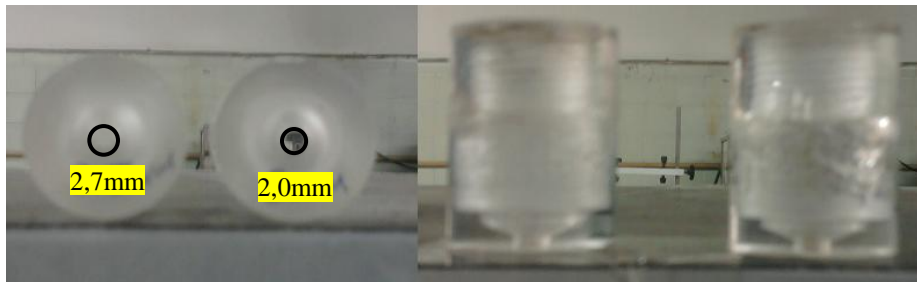


Figura N° 7. Dispositivos de restricción de flujo.

Se tienen dos tamaños de agujero que restringen el flujo siendo el de mayor diámetro con el que se obtiene el tiempo de residencia mínimo. Se seleccionó el dispositivo de salida con el que se obtuvo menor variación en el tiempo de residencia a cierta temperatura.

Luego, se pusieron a prueba 2 configuraciones de la celda plana: horizontal y vertical. Se tomó la orientación que presentara menos problemas en la fluidez del material de fosa.

Es importante mencionar que el esquema final del sistema incluye el dispositivo de restricción de flujo (Figura N° 5 (b)) por lo que el resto de la metodología, se soporta en dicho esquema. También es importante destacar que solo se había contemplado en un principio el uso de una válvula (V-2) como dispositivo de control de flujo, por ello las pruebas iniciales como por ejemplo la de temperatura de operación, fueron realizadas en base a este sistema (Figura N° 5 (a)) y posteriormente se adaptaron al del sistema con el dispositivo de restricción de flujo (Figura N° 5 (b)).

3.3. PROCEDIMIENTOS GENERALES DE EJECUCIÓN PARA EL EXPERIMENTO.

Es importante definir los pasos generales que se siguieron para la realización de los experimentos, ya que esto facilita la explicación posterior de cada objetivo.

3.3.1. CONSIDERACIONES GENERALES

Es necesario explicar por qué en varios de los pasos descritos a continuación, se requiere descartar 20ml en la celda plana y 30ml en la celda cilíndrica. Tales casos son: cura del sistema y toma de muestra para análisis de campo eléctrico. Lo anterior es debido a que para garantizar una homogeneidad en el sistema (de material de fosa, de aplicación del campo eléctrico) se debe descartar el volumen en el interior del sistema sin contar el tanque de almacenamiento, que es de alrededor de 10ml (celda plana) y 20ml (celda cilíndrica), adicional a estos volúmenes se descartaron 10ml para tener una mayor seguridad de la condición requerida del sistema (20 ml celda plana, 30 ml celda cilíndrica).

3.3.2. ACONDICIONAMIENTO DEL SISTEMA MEDIANTE RECIRCULACIÓN

Fue necesario recircular la muestra en el sistema para tener un mejor control de la temperatura al momento de realizar las pruebas, ya que esto permitía alcanzar un estado quasi-estable de la temperatura; en dicho estado, la temperatura variaba muy poco al momento de realizar el experimento lo cual es deseable para obtener un menor error experimental.

Primeramente se procedió a colocar aproximadamente 150ml del material de fosa Merey-31 en el tanque del sistema, verificando que la válvula V-1 se encontrara cerrada.

Posteriormente se calentó la muestra en el tanque hasta un valor de aproximadamente 70°C, ya que el sistema al principio está a temperatura ambiente y si se calienta el material de fosa a una temperatura menor, se corre el riesgo de que su fluidez disminuya mucho por la pérdida de calor y hace que el proceso de recirculación sea mucho más lento.

Luego de calentada la muestra en el tanque de alimentación, se procedió a abrir la válvula V-1 y la válvula V-2 (o tener acoplado el dispositivo de restricción deseado) para permitir la salida del material de fosa del sistema. Se comienza a recolectar muestra, que en un principio pierde mucha temperatura, y se va registrando la temperatura del interior de la celda. Los primeros 20ml recolectados de material de fosa, en el caso de la celda plana o 30ml en el caso de la cilíndrica, se descartan. Esto es debido a que al finalizar cada experiencia, el sistema se limpia mediante recirculación de kerosén, por lo que pueden quedar restos del mismo en el sistema lo que afectarían las propiedades de la muestra. Posteriormente se vuelve a colocar el material de fosa recolectado en el tanque y es necesario añadir un poco de muestra fresca adicional, para reponer los 20ml descartados del material de fosa y las pérdidas debidas al trasvasado de la muestra, por su alta viscosidad.

Posteriormente se repite la recolección y vertido de crudo en el tanque hasta alcanzar una temperatura estable que generalmente debía estar entre 55°C y 60°C, debido a las pérdidas de calor en el sistema. Luego se disminuye la temperatura en el tanque manteniendo la recirculación hasta alcanzar la temperatura deseada. Siguiendo este procedimiento, se logró mantener la temperatura en un valor estable por aproximadamente 10min, tiempo suficiente para realizar una experiencia.

3.3.3. MEDICIÓN DEL TIEMPO DE RESIDENCIA

En primera instancia se procedió a medir el tiempo de recolección de muestra a la salida del sistema. Para ello, se acondicionaba el sistema a la temperatura deseada y luego se medía mediante un cronómetro, el tiempo que se tardaba en recolectar cierto volumen de material de fosa en un beaker. Dicho volumen se denominó volumen de recolección. Posteriormente se usaron las fórmulas a seguir para calcular el tiempo de residencia.

Cálculo de caudal

$$Caudal = \frac{V_{rec}}{t_{rec}} \quad (\text{Ecuación 13})$$

Donde:

Caudal: Flujo volumétrico [cm³/s]. *V_{rec}*: Volumen de recolección [cm³].

t_{rec}: Tiempo de recolección [s]

Cálculo de volumen de fluido dentro de la celda

Para el caso de la celda plana, el volumen se calcula como el volumen de un paralelepípedo:

$$V_{plana} = A_{plana} \cdot L_{plana} \cdot P_{plana} \quad (\text{Ecuación 14})$$

Donde:

V_{plana} : Volumen de fluido dentro de la celda plana [cm^3]. A_{plana} : Ancho de la celda plana [cm]. L_{plana} : Longitud de la celda plana [cm]. P_{plana} : Profundidad de la celda plana [cm]

Estos valores se conocen y se remplazan para obtener

$$V_{plana} = 0,8cm \cdot 5cm \cdot 1cm = 4,00cm^3$$

En el caso de la celda cilíndrica, se calcula como el volumen de un cilindro y se resta el volumen ocupado por el electrodo central que también se calcula como un cilindro:

$$V_{cilindrica} = \pi \cdot h_{cilindrica} \cdot (R^2 - r^2) \quad (\text{Ecuación 15})$$

Donde:

$V_{cilindrica}$: Volumen de fluido dentro de la celda cilíndrica [cm^3].
 $h_{cilindrica}$: Altura de la celda cilíndrica [cm]. R : Radio interno electrodo externo [cm]. r : Radio externo electrodo central [cm]

Remplazando los valores que son conocidos, se obtiene:

$$V_{cilindrica} = \pi \cdot 5cm \cdot ((0,56cm)^2 - (0,16cm)^2) = 4,52 cm^3$$

Cálculo de tiempo de residencia

$$t_{res} = \frac{V_{celda}}{Caudal} \quad (\text{Ecuación 16})$$

Donde:

t_{res} : Tiempo de residencia en la celda [s]. V_{celda} : Volumen de la celda utilizada (plana o cilíndrica) [cm^3]

3.3.4 APLICACIÓN DE CAMPO ELÉCTRICO

Luego de acondicionado el sistema a la temperatura deseada se procedió a fijar el voltaje en el valor deseado bajo el tipo de corriente requerido en cada prueba. Justo al comenzar a aplicar el voltaje, se recolectaban 20ml de crudo en el caso de la celda plana y 30ml en la cilíndrica y eran descartados, ya que ese volumen no recibió el efecto del campo. Se debe recordar que estos volúmenes descartados están muy por encima de los valores reales en ambas celdas, ya que el volumen de la celda era de aproximadamente 5ml; sin embargo se tomaron estos valores para tener mucha mayor seguridad en la medida realizada, tal como se explicó en el punto 3.3.1.

Luego de descartar el crudo sin efecto del campo, se recolectaba en una zanahoria un volumen de aproximadamente 5ml y se medía el tiempo de recolección, esto último para determinar el tiempo de residencia en la prueba realizada. Para un mismo campo y corriente aplicada, se recolectaban 4 zanahorias para tener mayor confiabilidad al momento de realizar los cálculos posteriores.

3.3.5. TOMA DE FOTOS EN EL MICROSCOPIO

Después de aplicar el campo se procedió a la toma de fotografías en el microscopio, de las muestras a ser analizadas. El procedimiento de análisis de resultados mediante microscopía óptica se presenta en el punto 3.5.

3.3.6. CENTRIFUGACIÓN DE LA MUESTRA

Luego de la toma de fotos en el microscopio, se procedía a colocar las zanahorias en la centrífuga y se centrifugaban por un tiempo de 15 minutos a 3000 rpm. Luego se observó el fondo de la zanahoria para determinar si había alguna separación visible, en caso de haberla, se habría registrado el volumen de agua y se hubiera reportado un porcentaje de agua visible en cada caso. Pero en ninguno de los experimentos se observó agua separada en la zanahoria.

3.3.7. LIMPIEZA DEL SISTEMA.

Era necesario al poco tiempo de terminar de usar el sistema, realizar una limpieza del mismo. Esto es debido a que el material de fosa es muy viscoso y se quedaba adherido a las paredes del sistema provocando obstrucciones que eran muy difíciles de limpiar si se dejaba enfriar el crudo durante mucho tiempo en el sistema. Por ello se recirculaba kerosén en el sistema en caliente poco tiempo después de terminar las pruebas, y de esta manera el sistema quedaba libre de crudo para realizar las pruebas posteriores.

3.4. DETERMINACIÓN DE DENSIDAD.

Para la determinación de la densidad del material de fosa, se utilizó un picnómetro con un volumen de $9,948\text{cm}^3$. La temperatura a la cual se midió la densidad fue de 29°C . Se pesó en la balanza analítica el picnómetro vacío, luego con la muestra de fosa y la densidad se determinó mediante la siguiente fórmula:

$$\rho_{\text{Merrey-31}} = \frac{m_{\text{lleno}} - m_{\text{vacío}}}{V_{\text{picnómetro}}} \quad (\text{Ecuación 17})$$

Donde:

$\rho_{\text{Merrey-31}}$: Densidad del material de fosa Merrey-31 (g/cm^3). m_{lleno} : Masa del picnómetro con muestra (g). $m_{\text{vacío}}$: Masa del picnómetro vacío (g)

Se colocaron los valores medidos en la fórmula, teniendo como resultado:

$$\rho_{\text{Merrey-31}} = \frac{38,90\text{g} - 29,11\text{g}}{9,948\text{cm}^3} = 0,9841 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$$

Para calcular la gravedad $^\circ\text{API}$ se utilizó la siguiente fórmula:

$$^\circ\text{API} = \frac{141,5}{G_{E_{\text{Merrey-31H}}}} - 131,5 \quad (\text{Ecuación 18})$$

Donde:

$^{\circ}API$: Gravedad $^{\circ}API$ [adim]. $GE_{Merey-31H}$: Gravedad específica de la fase hidrocarburo del material de fosa Merey-31 con respecto al agua a 15,6°C.

Para calcular la gravedad específica de la fase hidrocarburo de Merey-31 se usó la siguiente fórmula:

$$GE_{Merey-31H} = \frac{\rho_{Merey-31H}}{\rho_{Agua \text{ a } 15,6^{\circ}C}} \quad (\text{Ecuación 19})$$

Donde:

$\rho_{Agua \text{ a } 15,6^{\circ}C}$: Densidad del agua a 15,6°C [g/cm^3]. $\rho_{Merey-31H}$: Densidad de la fase hidrocarburo del material de fosa Merey-31 [g/cm^3]

Para calcular la densidad de la fase hidrocarburo de Merey-31 se utilizó la siguiente fórmula:

$$\rho_{Merey-31H} = \frac{\rho_{Merey-31} - X_{agua} \cdot \rho_{Agua \text{ a } 29^{\circ}C}}{1 - X_{agua}} \quad (\text{Ecuación 20})$$

Donde:

X_{agua} : Fracción de agua en la muestra [adim]. $\rho_{Agua \text{ a } 29^{\circ}C}$: Densidad del agua a 29°C [g/cm^3]

La densidad del agua a 29°C es aproximadamente 0,996 g/cm^3 y fracción de agua en la muestra es de 0,16 aproximadamente por lo cual:

$$\rho_{Merey-31H} = \frac{0,9841g/cm^3 - 0,16 \cdot 0,996g/cm^3}{1 - 0,16} = 0,9818 \frac{g}{cm^3}$$

La densidad del agua a 15,6°C es aproximadamente 1,00 g/cm^3 con lo cual se calcula la gravedad específica de la fase hidrocarburo Merey-31

$$GE_{Merey-31H} = \frac{0,9818 \text{ g/cm}^3}{1,00 \text{ g/cm}^3} = 0,9818$$

Finalmente se calcula el valor de la gravedad °API para el material de fosa Merey-31

$$^{\circ}API = \frac{141,5}{0,9818} - 131,5 = 12,6$$

3.5. DETERMINACIÓN DE LA VISCOSIDAD

La viscosidad se midió a varias temperaturas en un viscosímetro de Brookfield que contaba con un dispositivo para regular la temperatura. Este dispositivo se muestra en la Figura N° 8. Dicho dispositivo pertenece al Instituto de Estudios Avanzados (IDEA) y lo puso a nuestra disposición para realizar las mediciones de viscosidad.

Para todas las mediciones se usó el N° de spindle 64, que es el que se utiliza en fluidos muy viscosos. Las mediciones se realizaron a 30rpm y se registró la viscosidad desde 45°C hasta 65°C. El viscosímetro de Brookfield muestra directamente la viscosidad en la pantalla digital.

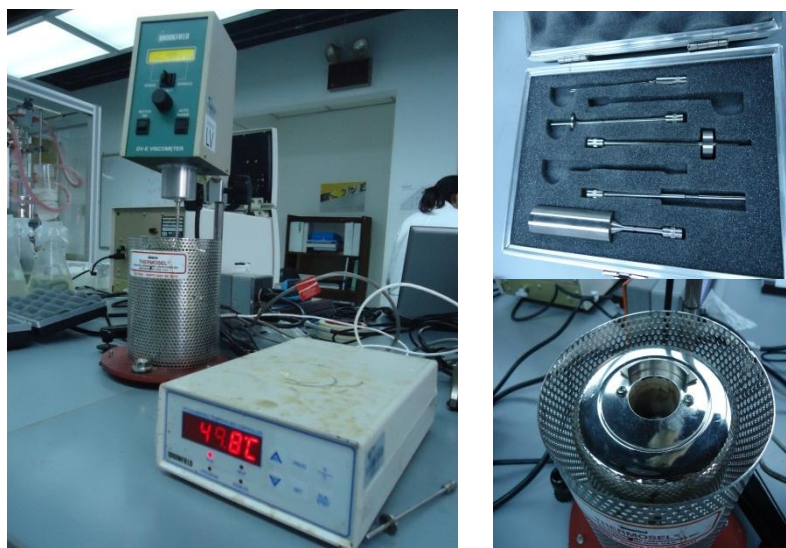


Figura N° 8. Viscosímetro de Brookefield con regulador de temperatura (Izquierda), spindles del viscosímetro (Superior derecha), acercamiento de la celda en donde va colocada la muestra (Inferior derecha)

3.6. REALIZAR LA CARACTERIZACIÓN DEL CRUDO MEDIANTE ANÁLISIS SARA (SATURADOS, AROMÁTICOS, RESINAS Y ASFALTENOS).

El análisis SARA cuyas siglas significan: Saturados, Aromáticos, Resinas y Asfaltenos, fue realizado gracias a la colaboración del Instituto de Investigaciones Avanzadas (IDEA). Dicho instituto puso a nuestra disposición los equipos y materiales necesarios para realizar este estudio, los cuales se detallan en el procedimiento presentado a continuación.

En la Figura N° 11 se muestra paso a paso, el procedimiento que se siguió para realizar en análisis SARA. Los pasos a seguir deberían ser fácilmente asimilables, más sin embargo es importante comentar para qué se realiza cada paso. Es importante comentar que se realizaron 3 réplicas de los experimentos para tener resultados más confiables. Los pasos del 1 al 3, se realizaron para lograr la precipitación de los asfaltenos ya que los mismos precipitan con n-heptano, además conviene separarlos en un principio, ya que el cromatógrafo solo determina 3 fracciones del crudo: Saturados, Aromáticos y Resinas. Posteriormente los asfaltenos se retiran en el paso 4 mediante filtración y se determina su masa, por lo que ya se tiene un porcentaje en masa de los mismos en el material de fosa. Posteriormente en el paso 5 se diluyen los maltenos en cloroformo principalmente para mejorar su fluidez. Luego de colocar el microlitro de maltenos en el paso 6 y 7, se sumergen las microcolumnas en una cámara de desarrollo. Primero se sumerge en n-heptano, esto provoca que el n-heptano suba por capilaridad en las varillas y arrastre con el, las fracciones afines a esta sustancia, es decir, los saturados presentes en la muestra. Luego se sumergen las microcolumnas en tolueno, esto para arrastrar los aromáticos contenidos en la muestra. Finalmente, los elementos que no son afines a los saturados ni a los aromáticos que son las resinas o polares quedarían en la parte inferior de la varilla. En la Figura N° 9 se muestra un

esquema de una varilla con la distribución aproximada de componentes en la misma luego de colocarlas en las cámaras de desarrollo.

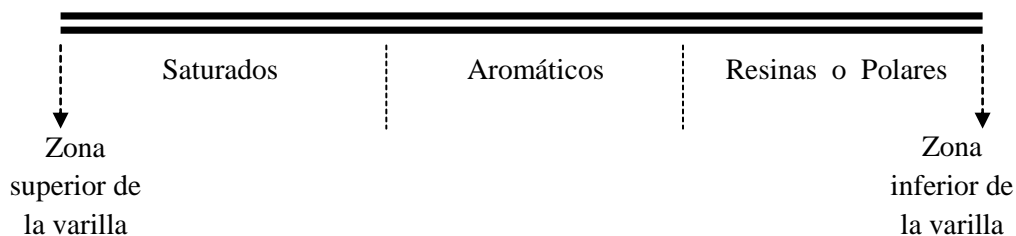


Figura N° 9. Esquema de distribución de componentes en una varilla del cromatógrafo.

El cromatógrafo TLC (Modelo Iatroscan MK6) quemó el contenido de las microcolumnas de sílice mediante una llama de hidrógeno desde la parte superior hasta la parte inferior de la microcolumna y los resultados son registrados en un cromatograma, gracias al empleo de una computadora, tal como se puede observar en la Figura N° 10. Se puede evidenciar que el orden de los componentes en el cromatograma es el que fue explicado mediante la Figura N° 9.

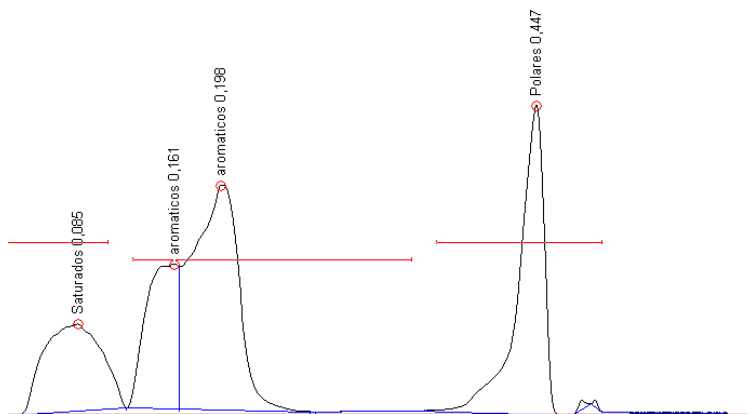


Figura N° 10. Cromatograma para una de las réplicas de Meray-31.

Además, el programa tiene como salida el área de cada pico, con lo cual se puede determinar el porcentaje de cada uno de los 3 componentes, dividiendo el área de cada componente entre el total.

Lo anterior arroja un valor que no incluye a los asfaltenos. Por ello mediante el porcentaje de asfaltenos determinado anteriormente, se normalizan

los valores obtenidos para los saturados, aromáticos y resinas o polares, obteniéndose de esta manera los porcentajes en masa de cada componente en la muestra estudiada.

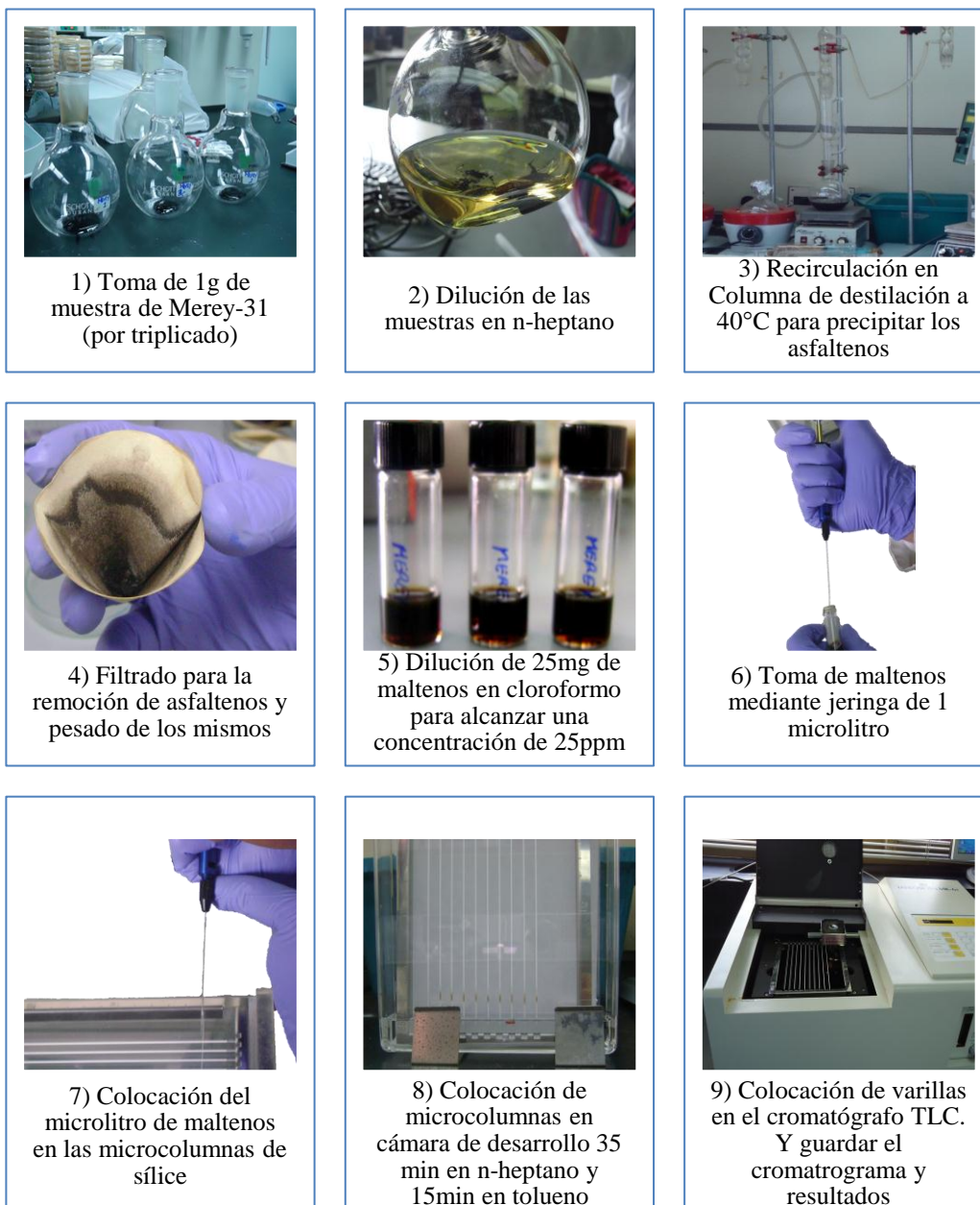


Figura N° 11. Esquema general del procedimiento para realizar el análisis SARA.

3.7. DETERMINAR LA TEMPERATURA DE OPERACIÓN DEL SISTEMA Y EL RANGO DE TIEMPO DE RESIDENCIA A TRABAJAR.

Es de importancia que el estudio hecho para el material de fosa Merey-31 tenga similaridad en cuanto a la fluidez de la muestra en el sistema con los trabajos realizados por **Gómez** (2012) y **González** (2012) que son estudios en paralelo de los materiales de fosa Guara-2 y Acema-100 respectivamente. Esto es para que se facilite la comparación entre los tres estudios en trabajos posteriores en esta línea de investigación. Por ello, se decidió trabajar bajo un tiempo de residencia similar; para determinar dicho tiempo de residencia se procedió a construir una curva de temperatura en la celda con respecto al tiempo de residencia.

Se realizó primeramente el acondicionamiento del sistema descrito en el punto 3.3.2 y se midió el tiempo de residencia en un rango de temperatura en la celda de 43°C a 56°C de la manera en que se describe en el punto 3.3.3. Con los valores obtenidos, se construyó una curva del tiempo de residencia en función de la temperatura en la celda y se colocó en el mismo gráfico los resultados de los materiales de fosa Acema-100 y Guara-2. Posteriormente se determinaron las temperaturas fijando como tiempo de residencia mínimo el menor tiempo de residencia que fuera común a los tres materiales de fosa. El tiempo de residencia más alto utilizado se definió como un valor superior al tiempo de residencia mínimo, con respecto a una apertura de válvula intermedia.

3.8. MICROSCOPIA ÓPTICA

Primero se procedió a calibrar el microscopio con la escala de medición para un zoom de 20X. Este paso se realizó solo una vez, después de calibrar la medida del microscopio, no es necesario hacerlo de nuevo. Una explicación detallada de este procedimiento se encuentra en el trabajo de **Fung** (2011).

Posteriormente se colocó en cada prueba la muestra a ser analizada en el portaobjetos del microscopio. Esto se hizo mediante el uso de un pequeño alambre (clip) que era limpiado cuidadosamente cada vez que se tomaba una muestra nueva. Luego se le colocaba el cubreobjetos encima de la muestra, era necesario colocar peso encima del cubreobjetos para que el espesor de la muestra en el portaobjetos fuera tal que el haz de luz del microscopio atravesara la muestra y se pudiera captar bien las gotas de agua presentes en la muestra.

A seguir, se tomó una serie de fotografías que fueron representativas de cada muestra. La cámara CCD del microscopio transmite la imagen al programa Image Pro Plus 6.0 de Media Cybernetics en la computadora, por lo cual todas las fotografías tomadas son digitales y se pueden guardar en archivos. Al principio se consideró tomar solo tres fotografías por muestra, pero esto podría causar un error significativo, así que en promedio se tomaron 20 por muestra. La Figura N° 12 es una de las fotografías tomadas por microscopía y se coloca a manera de ejemplo.

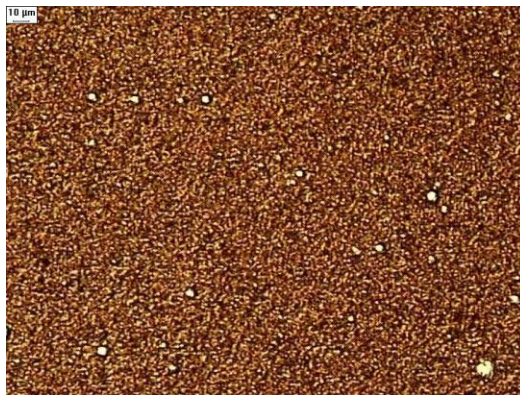


Figura N° 12. Fotografía de emulsión mediante microscopio y cámara CCD.

El programa Image-Pro Plus, permite determinar el área de cada gota en la imagen, mediante la diferencia de color entre el hidrocarburo de la fosa y el agua.

Posteriormente se usó la macro plantilla elaborada por **Fung** (2011) para obtener los datos de la distribución acumulada de partículas en función del

diámetro. Es importante mencionar que en este trabajo se mejoró la macro plantilla y además se automatizó el proceso de conteo de llevar los datos del programa hacia la hoja de Excel, disminuyéndose así el tiempo necesario para realizar el conteo de partículas. La nueva macro permite totalizar los conteos de una misma muestra para realizar un conteo total por muestra analizada automáticamente.

Finalmente en la hoja de Excel se obtienen las curvas de distribución acumulada de área en función del diámetro y todos los valores del factor de desestabilización, que fue establecido por **Fung** (2011) y se calcula de la siguiente manera:

$$FD_{Fung} = \frac{R_2(x \mu m) \cdot \phi_w}{R_2(x \mu m)^0 \cdot \phi_w^0} \quad (\text{Ecuación 21})$$

Donde:

FD_{Fung} : Factor de desestabilización establecido en el trabajo de **Fung** (2011).
 R_2 : Fracción de gotas con diámetro mayor a x micrones en la muestra luego de aplicar campo eléctrico [adim]. $R_2(x \mu m)^0$: Fracción de gotas con diámetro mayor a x micrones en la muestra original [adim]. ϕ_w : Porcentaje de agua calculado de la muestra luego de aplicar campo eléctrico [%]. ϕ_w^0 : Porcentaje de agua calculado de la muestra original [%]

El valor de x es arbitrario, es un valor que permite comparar a un punto de referencia. Para el caso del presente trabajo se utilizó un valor de $5 \mu m$, ya que el promedio de las medianas de todas las distribuciones está cercano a este valor.

Sin embargo, en este trabajo se usa un factor de desestabilización modificado que se calcula mediante Ecuación 20. El motivo que llevó a definir este factor se presenta en la discusión de resultados.

$$FD_G = \frac{R_2(x \mu m)}{R_2(x \mu m)^0} \quad (\text{Ecuación 22})$$

Donde:

FD_G : Factor de desestabilización usado en este trabajo [adim]

Además, como se explica en la discusión de resultados, fue necesario definir un nuevo factor denominado factor de cambio y se calcula de la siguiente manera:

$$FC = \frac{\overline{R_2}(5 \mu m)}{R_2(5 \mu m)^c} \quad (\text{Ecuación 23})$$

Donde:

$\overline{R_2}(5 \mu m)$: Promedio de fracciones de gotas con diámetros mayores a $5 \mu m$ para un nivel del análisis factorial luego de aplicado el campo eléctrico [adim]

$R_2(5 \mu m)^c$: Promedio de fracciones de gotas con diámetros mayores a $5 \mu m$ para un nivel del análisis factorial luego de centrifugar [adim].

Para determinar el porcentaje de variación en todos los casos se utilizó la siguiente ecuación:

$$\%Variación = \left(\frac{\sigma}{\bar{X}} \right) \cdot 100 \quad (\text{Ecuación 24})$$

Donde:

$\%Variación$: Porcentaje de variación de los valores de las repeticiones [%].

σ : Desviación estándar de las repeticiones [adim]. \bar{X} : Promedio de las repeticiones [adim]

3.9. ANÁLISIS ESTADÍSTICO BAJO EL DISEÑO FACTORIAL 2^k

Se decidió hacer un diseño factorial 2^k ya que este diseño permite el estudio simultáneo de los 4 factores bajo observación en el presente trabajo; adicionalmente es una manera eficiente de realizar los experimentos disminuyendo el número de pruebas.

Los cuatro factores principales analizados en el presente trabajo son: El voltaje, tiempo de residencia, tipo de celda y tipo de corriente. Para cada factor se asignó una letra y se asignó un valor “bajo” y “alto” arbitrariamente. En la Tabla N° 4 se muestran las letras seleccionadas para cada factor, junto con los niveles “alto” y “bajo”.

Los cuatro factores que se pueden observar en la Tabla N° 6 representan las variables independientes del estudio, y el factor de desestabilización representa la variable dependiente o variable de respuesta del presente estudio.

Tabla N° 4. Nomenclatura utilizada en análisis estadístico

Letra asignada	Factor	Nivel “Bajo” del factor	Nivel “Alto” del factor
A	Tipo de celda	Celda plana	Celda cilíndrica
B	Voltaje	400V	800V
C	Tipo de Corriente	Corriente continua (DC)	Corriente Alterna (AC)
D	Tiempo de Residencia	Tiempo de residencia bajo	Tiempo de residencia alto

Las combinaciones de las letras de la tabla anterior representan las interacciones de los parámetros, por ejemplo la combinación “ABD” representa la interacción entre los parámetros A, B y D que corresponden al cambio en el tipo de celda, en el voltaje y en el tiempo de residencia respectivamente.

Para realizar el análisis factorial se procedió a realizar una aleatorización de la corrida de los experimentos. Se decidió realizar el diseño factorial en dos bloques: uno en que se utilizó solo la celda plana y otro en el que se utilizó solo la cilíndrica.

Lo anterior es debido a que cambiar el tipo de celda en el sistema presenta la dificultad de que luego de reemplazarla es recomendable hacer una prueba preliminar para observar si hay algún problema en el sistema, como por ejemplo: fugas, contacto entre los electrodos con los niples de cobre, entre otros, esto consume un tiempo considerable además de que el acople y desacople de la celda nunca se hará igual lo que aumentaría el error experimental.

En la Tabla N° 5 se presenta el orden en que se realizaron las pruebas. En total se realizaron 16 pruebas, para su realización se siguió el procedimiento descrito desde el punto 3.3.2 hasta el 3.3.7. Al aplicar el campo, se recolectaban 4 zanahorias por cada experimento. Lo anterior no se puede considerar como mediciones duplicadas ya las muestras se tomaron en distintos tiempos por lo que no están influenciadas bajo el mismo comportamiento y no son replicas ya que no se realizó el experimento desde el principio para cada una de las pruebas. Para fines prácticos se consideró esas 3 muestras adicionales representaban réplicas, la explicación de esto se encuentra en la discusión de resultados. También se dividió el experimento en otros 2 bloques dentro de los bloques anteriores con cada celda. Un bloque con tiempo de residencia bajo y otro alto, esto también es explicado posteriormente. Lo anterior fue motivado a que el acondicionamiento del sistema explicado en el punto 3.3.3 era un procedimiento que se tardaba mucho tiempo, por lo que se decidió realizar las 4 pruebas en un mismo experimento. El tiempo de residencia a trabajar, tipo de corriente y voltaje se hizo aleatoriamente en cada caso.

Tabla N° 5. Orden de realización de los experimentos.

N° Prueba	Bloque	Celda	Tiempo de residencia	Tipo de corriente	Voltaje (Volts)
1	1	Plana	Alto	DC	Bajo
2	1	Plana	Alto	AC	Alto
3	1	Plana	Alto	DC	Alto
4	1	Plana	Alto	AC	Bajo
5	2	Plana	Bajo	DC	Alto
6	2	Plana	Bajo	AC	Alto
7	2	Plana	Bajo	AC	Bajo
8	2	Plana	Bajo	DC	Bajo
9	3	Cilíndrica	Alto	DC	Bajo
10	3	Cilíndrica	Alto	AC	Bajo
11	3	Cilíndrica	Alto	AC	Alto
12	3	Cilíndrica	Alto	DC	Alto
13	4	Cilíndrica	Bajo	AC	Bajo
14	4	Cilíndrica	Bajo	AC	Alto
15	4	Cilíndrica	Bajo	DC	Bajo
16	4	Cilíndrica	Bajo	DC	Alto

Para el estudio estadístico se codificaron las variables, esto es, se le asignó un valor de “-1” al valor “bajo” del factor y un valor de “+1” al valor “alto”, de esta manera se pueden evaluar todos los factores por igual y observar cuál tiene un mayor efecto sobre la variable de respuesta.

El tiempo de residencia alto y bajo se determinó y se presenta en el análisis de resultados, y fue de alrededor de 32 segundos y 22 segundos respectivamente. El voltaje alto y bajo también se determinó y se presenta en el análisis de resultados y fue de alrededor de 800 Volts y 400 Volts respectivamente.

El análisis estadístico se realizó en el programa Design-Expert®, donde inicialmente se procedió a ingresar los datos en el software y verificar las variables o factores, cuyo efecto era significativo sobre el factor de desestabilización. Para ello se siguieron los siguientes pasos:

- a) Se usó el gráfico mitad-normal con respecto al efecto estandarizado, esto es, el valor absoluto de cada efecto. Se eligieron los puntos que tenían un efecto que se salía de la tendencia del error.

- b) Se usó la gráfica de probabilidad normal, la cual representa todos los datos con su efecto, incluyendo el signo de cada efecto (positivo como cambio favorable; y negativo como cambio desfavorable). Este gráfico se usó para verificar que los valores escogidos anteriormente se encontraban fuera de la tendencia del error.
- c) Se usó el diagrama de Pareto, el cual es un diagrama en donde se presentan los valores estadísticos de la *t* de student para cada efecto y representa en la misma gráfica 2 límites mediante líneas horizontales. El límite inferior representa el valor *t* límite, las barras que estén por encima de este límite representan efectos que podrían ser significativos. El límite superior representa el denominado límite Bonferroni, las barras que estén por encima de este límite representan casi con total seguridad los efectos que son significativos. Se verificó que solo se incluyeran en el análisis estadístico los efectos que superaran el límite de Bonferroni.

Es importante resaltar que los valores de los límites estadísticos dependen del valor de confiabilidad elegido en el estudio. Para este caso se decidió trabajar bajo un 99% de confiabilidad ya que el error experimental se sabe que fue medianamente elevado por lo que se quiere tener una mayor seguridad al elegir los parámetros significativos.

El análisis estadístico da como resultados una serie de gráficos que permiten corroborar el ajuste del modelo utilizado además de una tabla en donde se representa el valor de significancia de cada efecto y el significado de cada uno de ellos es explicado en detalle en la discusión de resultados del presente trabajo, en donde también se pueden observar los gráficos mencionados anteriormente en esta sección.

CAPITULO IV

ANÁLISIS DE RESULTADOS

A continuación se presentan los resultados y el análisis de los mismos, los cuales fueron generados luego de realizadas las diferentes pruebas propuestas que permitieron alcanzar los objetivos propuestos.

4.1 CONSTRUCCIÓN DEL SISTEMA

En principio, se evaluó el aislante del sistema y se obtuvo que el mecatillo y el algodón, no resistían altas temperaturas por lo cual se descartaron y se eligió utilizar fibra de vidrio. El aislante en el tanque permitió disminuir la pérdida de temperatura de la resistencia hacia el ambiente, aumentando la transferencia de calor de la misma hacia el tanque. Fue necesario fijar la fibra de vidrio mediante cinta aislante, quedando tal como se muestra en la siguiente figura:



Figura N° 13. Tanque del sistema aislado

Por otra parte se evaluó el aislamiento de la tubería para determinar si era necesario colocar una resistencia adicional en las secciones de tubería. Sin el uso de aislante, la pérdida de temperatura en el sistema llegaba a ser hasta de

40°C desde el tanque hasta la salida, y al colocar el aislante se redujo a un máximo de pérdida de 10°C, por lo cual se concluyó que no fue necesario el uso de resistencia adicional en la tubería. En la imagen de la derecha de la Figura N° 14 puede observarse la tubería aislada.



Figura N° 14. Izquierda: Orientación horizontal, sin aislamiento en tubería, Derecha: Orientación vertical, con aislamiento en tubería

Posteriormente se procedió a evaluar la orientación de la celda: vertical u horizontal; en la Figura N° 14 se pueden observar ambas orientaciones. Se realizaron pruebas preliminares en la orientación horizontal mediante el uso de kerosén para observar el comportamiento dentro de la celda, ya que el material de fosa es muy oscuro. Se pudo observar que la celda no se llenaba completamente, quedaba un espacio vacío o en algunos casos se formaba una burbuja de aire en la parte superior de la celda por lo cual este tipo de orientación fue descartada a favor de la orientación vertical que no representaba este tipo de inconveniente.

Finalmente se evaluó el uso de la válvula (V-2) o de un dispositivo de restricción de flujo como medio para regular el caudal en el sistema. Se obtuvo que en la mayoría de los casos obtener un mismo tiempo de residencia bajo una misma temperatura era más reproducible con el uso del dispositivo de reducción de flujo ya que su apertura es siempre constante a diferencia de la válvula en donde la apertura depende de la apreciación del experimentador por lo que conduce a un error mayor.

4.2 TEMPERATURA DE OPERACIÓN

Al variar la temperatura en el sistema se obtuvieron distintos caudales en el sistema y por lo tanto, distintos tiempos de residencia. En la Figura N° 15 se representa la variación del tiempo de residencia con respecto a la temperatura para las tres fosas en estudio, pruebas realizadas en el Laboratorio de Separaciones Mecánicas. Se fijó el tiempo de residencia mínimo en 30 segundos, ya que ese es el tiempo mínimo común a los tres materiales de fosa. Para ese tiempo de residencia, la temperatura de operación para la fosa Merey-31 es de aproximadamente 50°C.

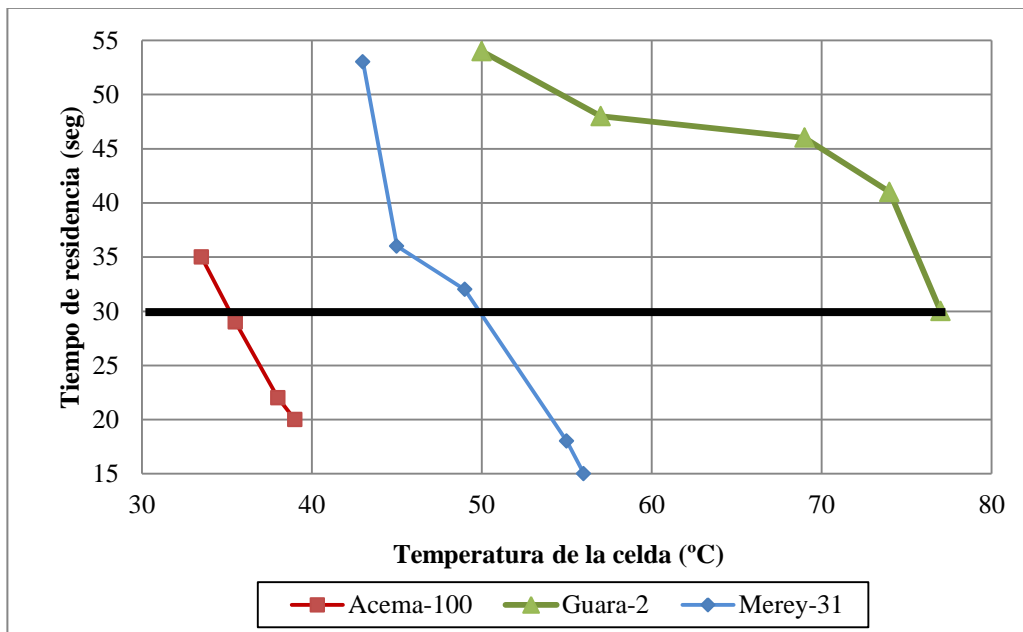


Figura N° 15. Tiempo de residencia respecto a la temperatura, para los 3 materiales de fosa

Es importante acotar que el estudio anterior se realizó cuando no se tenía contemplado el uso del dispositivo de reducción en el sistema. Por lo cual, el tiempo de residencia mínimo se determinó cuando la válvula (V-2) estaba completamente abierta, y el tiempo de residencia alto con una apertura de válvula (V-2) intermedia fijada arbitrariamente por cada experimentador. Al realizar el cambio de la válvula por el dispositivo de reducción, se trabajó bajo la misma temperatura de operación y se probaron varios diámetros en los dispositivos de reducción de tal manera de obtener nuevamente tiempos de residencia similares para los 3 materiales de fosa. El tiempo de residencia mínimo en la celda pasó a ser en el orden de los 22 segundos y el tiempo de residencia alto alrededor de los 32 segundos.

4.3. RANGO DE VOLTAJE DE OPERACIÓN

Al realizar pruebas preliminares variando el voltaje aplicado en la celda plana, se observó que el máximo voltaje alcanzado dependía del flujo en el sistema. Al aumentar el flujo, el voltaje que se podía alcanzar fue mayor que cuando el flujo era bajo. Esto se atribuye a que a un mayor flujo, existe menor posibilidad de formar cadenas de gotas que generan un corto-circuito en el sistema eléctrico, disminuyendo el potencial aplicable. Esto podría estar relacionado a dos fenómenos. El primero es que al crear mayor turbulencia en el material de fosa por el aumento del flujo, se dificulta más la formación de cadenas de gotas de agua, por lo que el cortocircuito se presenta a mayores voltajes, esto fue estudiado con más detalle en el trabajo de **Rivero** (2007). El otro fenómeno podría ser que para formarse las cadenas de agua, se necesita de cierto tiempo de residencia en la celda y al disminuirlo no se le da tiempo a la emulsión para que se formen dichas cadenas. En el trabajo de **Fung** (2011) bajo corriente DC se observó que el fenómeno de corto-circuito se presentaba alrededor de los 40 segundos en el caso del material de fosa Merey-31.

El que se formen cadenas de gotas en la emulsión es problemático ya que se forma un puente entre los electrodos que crea un cortocircuito en el sistema haciendo que el voltaje aplicado caiga drásticamente (por ejemplo de 1000V a 200V, observado en las pruebas preliminares). Esto no se desea debido a que el diseño factorial requiere que los valores de voltaje se mantengan fijos en un valor “alto” y “bajo” sin variación o con muy poca variación. Experimentalmente se observó que por encima de los 900V para un tiempo de residencia alto se comenzaba a presentar este efecto, por lo cual se decidió trabajar en 800V máximo, lo que equivale a 1kV/cm en el caso de la celda plana, y como valor “bajo” se eligió la mitad de dicho valor, es decir, 400V, lo que equivale a 0,5 kV/cm en el caso de la celda plana. En el caso de la celda cilíndrica la intensidad de campo varía respecto a la posición, esto se explica mejor posteriormente.

4.3 CARACTERIZACIÓN DEL CRUDO

4.3.1 RESULTADO DE LA MEDICIÓN DE LA DENSIDAD

Se obtuvo que la densidad de el material de fosa Merey-31 es de 0,9841 g/cm³, por lo cual tiene una gravedad API° de 12,6 quedando clasificado como crudo pesado. El que su densidad sea tan similar a la del agua, ayuda a la estabilización de la emulsión y se puede observar fácilmente mediante la ley de Stokes (Ecuación 1) que indica que mientras menor es la diferencia de densidades entre la fase continua y dispersa, menor será la velocidad de sedimentación, por lo cual, mayor será su estabilidad.

4.3.2 RESULTADO DE LA MEDICIÓN DE LA VISCOSIDAD

En la Figura N° 16 se pueden observar las curvas de viscosidad con respecto a la temperatura, para una velocidad de 30rpm, correspondientes a los tres materiales de fosa en estudio en el LSM. Se puede observar que bajo el rango estudiado, la viscosidad del material de fosa Merey-31 tiene una

dependencia muy pronunciada de la temperatura. Esto explica que sea difícil mantener un mismo tiempo de residencia para todas las pruebas ya que un pequeño cambio en la temperatura genera un cambio significativo en la viscosidad. Esto afecta directamente la fluidez en el sistema y por lo tanto el tiempo de residencia, ya que fue difícil mantener una temperatura exacta en el sistema.

Los altos valores en la viscosidad del material de fosa Merey-31 eran esperados ya que se asemejan a los obtenidos típicamente para un crudo de gravedad API similar. A modo de comparación, típicamente un crudo con 12°API a 50°C tiene una viscosidad de 14500cp, uno de 13°API 7800cp y uno de 14°API alrededor de 4800cp. La viscosidad material de fosa Merey-31 a 50°C es de 8300cp, lo cual entra entre los órdenes de magnitud de las viscosidades antes mencionadas. En el anexo III se puede observar un gráfico con los valores típicos de viscosidad en centistokes con respecto a la temperatura y a la gravedad API del crudo.

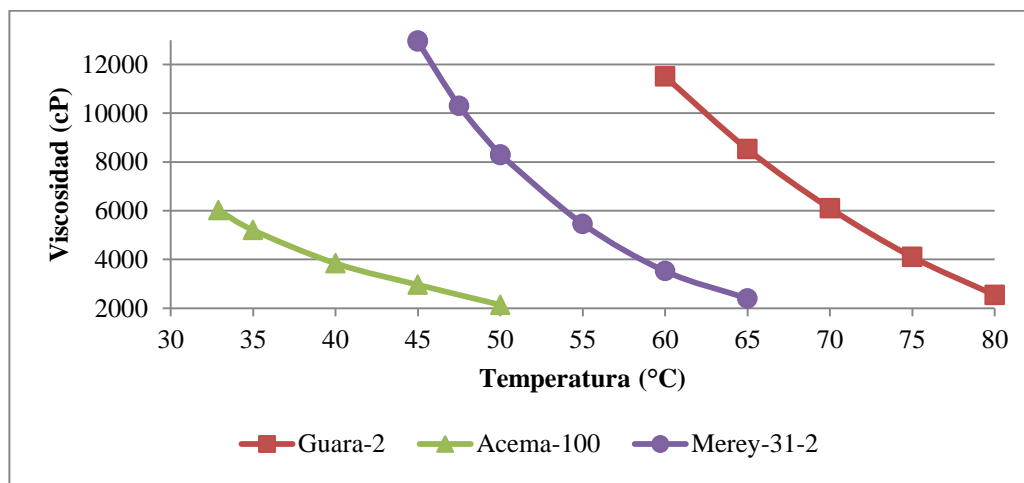


Figura N° 16. Viscosidad de los tres materiales de fosa a 30rpm.

Es importante aclarar que las pruebas de medición de viscosidad se realizaron luego de haber hecho el análisis de la temperatura de operación en el sistema, ya que inicialmente no se contaba con el equipo requerido para ello. Es importante aclararlo porque con las curvas de viscosidad se hubiese llegado a una conclusión similar a la del punto anterior, ya que se puede observar que las

tendencias de las curvas de viscosidad en la Figura N° 16 son muy similares a las obtenidas en la Figura N° 15; esto es debido a que la viscosidad es un factor determinante en el flujo del sistema y por lo tanto en el tiempo de residencia en la celda. Por lo tanto, el análisis de viscosidad confirma la veracidad de las curvas obtenidas en la fijación de la temperatura de operación.

4.3.3 RESULTADOS DE ANÁLISIS SARA

Luego de aplicar la metodología descrita para en análisis SARA se obtuvo la composición presentada en la Tabla N° 6

Tabla N° 6. Análisis SARA Merey-31

	Saturados	Aromáticos	Resinas	Asfaltenos
Composición en peso (%)	15,8	47,5	25,0	11,7

La estabilidad de la emulsión puede explicarse por el contenido de asfaltenos y en menor grado por el contenido de resinas ya que, tal como se explicó en el marco teórico, estos dos son agentes emulsificantes naturales de la emulsión. En este caso se puede observar que el contenido de resinas y asfaltenos en este material de fosa conforman aproximadamente el 37% de la composición en peso de la emulsión lo cual representa una proporción significativa. A manera de ejemplo la siguiente tabla contiene información recopilada de varios crudos pesados y un crudo extra-pesado en el mundo, ordenado por la gravedad °API, indicando la cantidad de asfaltenos y resinas.

Tabla N° 7. Composición de resinas y asfaltenos de diversos crudos

Crudo	°API	Resinas (%peso)	Asfaltenos (%peso)
Canada, Atabasca	8,3	14,0	15,0
Venezuela, Boscan	10,2	29,4	17,2
Canada, Cold Lake	10,2	25,0	13,0
México, Panucon	11,7	26,0	12,5
Rusia, Kaluga	16,7	20,0	0,5
EEUU, TX, Hould	19,7	12,0	0,5
Brasil, Campos	19,7	21,55	2,80

En la tabla anterior se puede observar que el contenido de resinas y asfaltenos en el material de fosa Merey-31, está en el mismo orden de magnitud que en el caso de los crudos más pesados, pero a medida de que aumenta la gravedad °API la cantidad de asfaltenos disminuye considerablemente. El menor contenido de saturados en la muestra y el mayor contenido de aromáticos favorece la presencia de asfaltenos ya que los mismos pueden estar en la emulsión sin precipitar.

No es posible estudiar la estabilidad de la emulsión solo sabiendo el resultado del análisis SARA, es también necesario conocer las propiedades interfaciales de la emulsión como por ejemplo la tensión interfacial o la elasticidad interfacial.

En el caso del presente trabajo no se tiene información sobre la tensión interfacial o sobre la elasticidad interfacial de la fosa Merey-31, sin embargo se tiene indicios de que el valor de elasticidad interfacial debe ser relativamente elevado, y esto es debido al envejecimiento de la emulsión.

El envejecimiento de la emulsión ya ha sido previamente estudiado por **Maia y otros** (2012). Se ha concluido que aumenta la elasticidad y que inclusive, demulsificantes que tienen una eficacia elevada para separar emulsiones en la emulsión al poco tiempo de creada, se pueden convertir en inefectivos con menos de 30 días de envejecimiento. Se debe recalcar que la muestra de Merey-31 se encuentra en el laboratorio desde el año 2005, por lo cual la muestra tiene aproximadamente 7 años de envejecimiento, sin contar el tiempo que llevaba la fosa en el momento en que se tomó la muestra.

Por otra parte en el trabajo de **Padrón y Zúñiga** (2005) se aplicó la norma **ASTM D-4006-81 (2000)** en los 3 materiales de fosa presentes en el laboratorio para determinar el agua por destilación de cada uno. Para el caso de Merey-31 se obtuvo que el porcentaje de agua era del 22,1%. Recientemente **Rodríguez** (en ejecución) repitió dicho estudio y determinó que para el caso de Merey-31 el porcentaje de agua es del 16%. Tal como se observa, el porcentaje de agua es menor en la actualidad lo que podría indicar que todas las gotas de

agua emulsionadas que se podían separar más fácilmente (ya que la emulsión en el recipiente solo estuvo bajo acción de la gravedad) coalescieron y solo quedan las gotas de agua más estables en emulsión. Esto se pudo corroborar al final de los experimentos al observar que había agua libre en el fondo del recipiente luego de extraer muestra del fondo del mismo.

Todo lo anteriormente mencionado indica que estamos en presencia de una emulsión altamente estable y que su separación sería muy complicada mediante las condiciones de operación tradicionales.

4.4 ANÁLISIS CUANTITATIVO DEL EFECTO DE LA VARIABLES ESTUDIADAS MEDIANTE SEPARACIÓN DE FASES

En la Figura N° 17 se puede observar cómo lucían generalmente todas las zanahorias luego de aplicado el campo pero antes de centrifugar, y en la Figura N° 18 cómo lucían en general luego de centrifugación



Figura N° 17. Zanahorias con muestra antes de centrifugar



Figura N° 18. Zanahorias con muestra luego de centrifugar.

En la Figura N° 17 y 18 se puede evidenciar que no hay separación visible, por lo cual no es cuantificable el efecto de los factores estudiados usando el método de separación de fases, el cual consiste en medir el agua separada en el fondo de la zanahoria.

Se sospechó que el no observar agua separada luego de centrifugación en pruebas preliminares podría estar relacionado con el hecho de que el material de fosa se quedara adherido a las paredes de la zanahoria imposibilitando observar el agua separada por la oscuridad del mismo. Es por ello que se realizó una prueba centrifugando muestra original colocando una pequeña capa de agua de volumen conocido por encima del material de fosa en la zanahoria. Justo al terminar de centrifugar no se observó agua en el fondo confirmando la sospecha antes mencionada. La muestra se dejó en reposo y al día siguiente se observó en el fondo de la zanahoria el volumen de agua que se había colocado, por lo cual todas las muestras que se centrifugaron se observaron al día siguiente por mayor seguridad. A pesar de esto, en ningún caso se observó separación.

Es por esto que es de vital importancia el análisis por microscopía óptica ya que permite observar los cambios a nivel microscópico en la muestra.

4.5 ANÁLISIS CUANTITATIVO EL GRADO DE SEPARACIÓN, EN EL SISTEMA EN CONTINUO, EMPLEANDO TÉCNICAS DE MICROSCOPIA ÓPTICA

A continuación se presenta la Tabla N° 8 de los resultados obtenidos luego de realizar y seguir el procedimiento explicado en metodología para obtener el factor de desestabilización **Fung** (2011)

Tabla N° 8. Resultados de microscopía. Factor de desestabilización Fung (2011).

Tipo de celda	Tiempo de residencia	Tipo de corriente	Voltaje	Réplica 1 [adim]	Réplica 2 [adim]	Réplica 3 [adim]	Promedio [adim]	Variación [%]
Plana	Alto	DC	Bajo	0,52	0,66	1,11	0,76	40,4
Plana	Alto	DC	Alto	0,68	0,75	0,76	0,73	5,7
Plana	Alto	AC	Bajo	0,93	1,36	1,57	1,29	25,0
Plana	Alto	AC	Alto	0,67	0,92	0,94	0,84	17,4
Plana	Bajo	DC	Bajo	0,77	0,85	1,27	0,96	27,9
Plana	Bajo	DC	Alto	1,24	2,15	2,37	1,92	31,2
Plana	Bajo	AC	Bajo	2,09	2,10	2,16	2,12	1,8
Plana	Bajo	AC	Alto	1,53	1,60	1,80	1,64	8,7
Cilíndrica	Alto	DC	Bajo	1,22	1,40	2,08	1,57	28,9
Cilíndrica	Alto	DC	Alto	1,01	1,58	2,37	1,65	41,5
Cilíndrica	Alto	AC	Bajo	2,64	1,77	2,15	2,19	19,9
Cilíndrica	Alto	AC	Alto	1,07	1,82	3,17	2,02	52,7
Cilíndrica	Bajo	DC	Bajo	1,29	1,38	2,36	1,68	35,5
Cilíndrica	Bajo	DC	Alto	1,47	1,64	3,51	2,21	51,3
Cilíndrica	Bajo	AC	Bajo	2,40	1,63	2,27	2,10	19,6
Cilíndrica	Bajo	AC	Alto	1,67	1,32	1,55	1,51	11,8
							TOTAL	26,2

Se puede observar que el porcentaje de variación total es relativamente elevado en un 26,20%, esto llevó a que se hiciera un estudio de las fuentes de error del experimento y se determinó que una de las fuentes de error más influyentes está en la manera en que se realizó la microscopía óptica y a continuación se explica la manera en que se logró mitigar parte del error definiendo un nuevo factor de desestabilización.

En este trabajo no se tomó en cuenta el espesor de la muestra en el portaobjetos tal y como lo hicieron **Padrón y Zúñiga (2005)** en su Trabajo Especial de Grado sobre la microscopía óptica en el LSM, que fue el trabajo que sentó las bases de aplicación de dicha técnica en esta línea de investigación. No se consideró el espesor con el fin de agilizar el proceso de microscopía, ya que tal cual como lo plantearon **Padrón y Zúñiga (2005)** se convierte en una técnica extremadamente laboriosa y por lo tanto consume mucho tiempo. En un

principio se sabía que esto aumentaría el error de las mediciones, sin embargo no se esperaban grandes variaciones como las obtenidas.

El no considerar el espesor de la muestra en el portaobjetos genera como consecuencia que exista un error en el porcentaje de agua calculado para cada fotografía. Esto es por 2 factores. Uno de ellos es la sobrestimación del diámetro equivalente de la gota, esto se puede explicar de una mejor manera mediante la Figura N° 19 tomada del Trabajo Especial de Grado de **Padrón y Zúñiga** (2005).

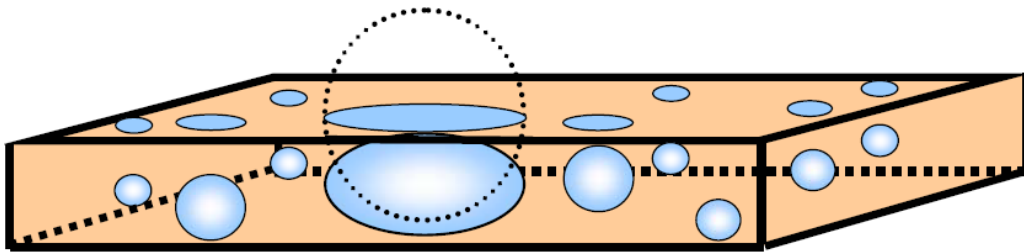


Figura N° 19. Ilustración de porta-objetos con muestra de cierto espesor. Padrón y Zúñiga (2005)

Cuando se coloca la muestra en el portaobjetos, se debe ejercer un peso para que el haz de luz del microscopio pueda atravesar la muestra tal como se explicó en la metodología. Esto es inevitable, ya que de lo contrario es imposible observar las gotas en la muestra. Esto genera que algunas de las gotas (sobre todo las más grandes) que originalmente tienen una forma aproximadamente esférica, se aplasten y adquieran una forma más cercana a un elipsoide. Al ver la foto en el microscopio, veríamos la proyección de este elipsoide tal como se observa en la Figura N° 19 y al determinar el diámetro equivalente mediante el área, se estaría sobrestimando el diámetro de las gotas, significativamente.

Por otra parte, al no considerar el espesor, en la determinación del porcentaje de agua en la muestra, mediante la suma de las áreas de las gotas de agua entre el área total de la foto, se está sobrestimando el porcentaje de agua. Esto debido a que estamos viendo una proyección de gotas que están a distintas

profundidades en el portaobjetos y se están tomando como si estuvieran bajo un mismo plano.

El factor de desestabilización definido por **Fung** (2011) se podría definir como el cambio absoluto en el porcentaje de gotas con diámetro mayor a cierta cantidad de micrones con respecto a la muestra original. El cambio absoluto quiere decir que contabiliza el cambio con respecto al porcentaje que representan dichas gotas en toda la muestra. Esto tiene la desventaja de estar referido a la cantidad de agua que hay en la muestra que como se explico anteriormente, tiene un error asociado por no considerar el espesor de la muestra en el portaobjetos.

Lo que se esperaba cuando se definió el factor en el trabajo de **Fung** (2011) es que el porcentaje de agua en la muestra original, debía ser el mismo al de la muestra luego de haber aplicado el campo. Esto es porque no se estaba removiendo ni agregando agua en la muestra. Pero como ya se explicó, esto tiene un error asociado por no considerar el espesor de la muestra en el portaobjetos y hace que el factor de desestabilización definido por **Fung** (2011) tenga una variación considerablemente alta, para las experiencias desarrolladas en este trabajo.

Para intentar solucionar este error, se tomó la distribución acumulada de área como una distribución probabilística, esto es, que a pesar de que existe un porcentaje de agua variable en cada fotografía, el porcentaje de gotas mayores a cierto diámetro (en el caso de este trabajo $5\mu\text{m}$) en esa área representa una tendencia que se debería repetir si se tomara nuevamente otra fotografía de la misma muestra.

Todo lo anteriormente dicho se pudo comprobar al realizar mediciones de una misma muestra en varios portaobjetos en el microscopio. Un ejemplo se presenta en la Tabla N° 9 en donde se comparan los valores obtenidos de

porcentaje de agua en la muestra (ϕ_w) y los valores de tendencia (R_2) que representan la fracción de gotas con diámetro mayor a $5\mu\text{m}$ en la muestra.

Tabla N° 9. Comparación de error entre el porcentaje de agua y la tendencia de gotas mayores a $5\mu\text{m}$

	Repetición 1	Repetición 2	Repetición 3	Variación [%]
$R_2(5\mu\text{m})$ [adim]	0,218	0,278	0,279	13,5
ϕ_w [%]	22,3	13,7	16,0	25,8

La definición original del factor de desestabilización incluye ambos factores tal como se puede observar en la Ecuación 21 presentada en la metodología, generando un valor con mayor error como ya se había concluido. Por otra parte, el factor de desestabilización usado en este trabajo se calcula mediante la Ecuación 22 presentada en la metodología.

Este nuevo factor tiene la ventaja de tener un menor error que el valor original pero ambos factores tienen el mismo significado, la diferencia es que el factor original se refiere al cambio absoluto y el nuevo se refiere al cambio relativo. En el caso de que el porcentaje de agua en la muestra tratada sea igual al de la muestra original (que es lo que se esperaría), ambos factores tienen el mismo valor.

Cuando este factor es igual o muy cercano a 1, significa que hubo muy poco cambio de las gotas mayores a $5\mu\text{m}$, lo que es un indicativo que el tratamiento aplicado en ese caso particular tuvo poco efecto sobre la distribución de tamaño de gotas en la emulsión con respecto a la muestra original. Cuando este valor es mayor a 1 significa que hubo un aumento de gotas mayores a $5\mu\text{m}$ y cuando es menor a 1 que hubo una disminución de las mismas.

Por todo lo anteriormente dicho, se decidió trabajar con el nuevo factor de desestabilización FD_G y a continuación se presenta la tabla de resultados con el dicho factor.

Tabla N° 10. Tabla de resultados de análisis por microscopía con el nuevo factor de desestabilización FD_G

Tipo de celda	Tiempo de residencia	Tipo de corriente	Voltaje	Réplica 1 [adim]	Réplica 2 [adim]	Réplica 3 [adim]	Promedio [adim]	Variación [%]
Plana	Alto	DC	Bajo	0,73	0,96	1,25	0,98	26,3
Plana	Alto	DC	Alto	0,95	0,96	1,02	0,98	4,1
Plana	Alto	AC	Bajo	0,98	1,33	1,36	1,22	17,3
Plana	Alto	AC	Alto	0,71	0,96	1,08	0,92	20,4
Plana	Bajo	DC	Bajo	0,77	0,84	1,26	0,96	27,6
Plana	Bajo	DC	Alto	1,27	1,89	2,19	1,78	26,1
Plana	Bajo	AC	Bajo	1,78	1,84	1,84	1,82	1,9
Plana	Bajo	AC	Alto	1,59	1,59	1,69	1,62	3,6
Cilíndrica	Alto	DC	Bajo	1,55	1,78	1,84	1,72	8,7
Cilíndrica	Alto	DC	Alto	1,55	1,59	1,93	1,69	12,4
Cilíndrica	Alto	AC	Bajo	1,36	1,60	1,67	1,54	10,8
Cilíndrica	Alto	AC	Alto	1,50	1,58	2,49	1,86	29,7
Cilíndrica	Bajo	DC	Bajo	2,51	1,86	2,44	2,27	15,7
Cilíndrica	Bajo	DC	Alto	1,69	2,08	3,04	2,27	30,6
Cilíndrica	Bajo	AC	Bajo	2,57	1,77	2,28	2,21	18,3
Cilíndrica	Bajo	AC	Alto	1,53	1,67	1,99	1,73	13,7
							TOTAL	16,7

Se puede observar inmediatamente que el porcentaje de variación con el nuevo factor es de 16,70% por lo cual los resultados con dicho factor tienen alrededor de 10% menos de error, que el factor de desestabilización original.

En cuanto a los resultados se puede observar mediante los valores promedio que en general, el porcentaje de gotas con diámetros mayores a $5\mu\text{m}$ aumenta en casi todos los casos con respecto a la muestra original. En los casos en donde no se presenta esto, está relacionado con el tipo de celda plana.

Es difícil, observando la tabla de resultados, sacar conclusiones sobre cuales factores son más influyentes, aunado al hecho de que cada experiencia tiene una variación distinta, es por ello que se hizo necesario realizar un diseño factorial 2^4 .

4.6 RESULTADOS DEL TRATAMIENTO ESTADÍSTICO

4.6.1. TRATAMIENTO ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS ANTES DE CENTRIFUGAR.

Como primer paso, se corroboró la validez del modelo estadístico dando resultados positivos. Los resultados de la validación junto con su discusión, se decidió incluir en el apéndice I ya que no se requieren para entender los resultados de la aplicación del diseño factorial 2^4 .

A continuación se presenta en la Tabla N° 11 parte de los datos obtenidos mediante el análisis de ANOVA conjuntamente con los valores de los efectos y contribución de cada factor para los valores experimentales ingresados al programa Design-Expert®.

Para entender la nomenclatura utilizada en el análisis estadístico se recomienda observar la Tabla N° 4 en la sección de metodología. Se debe recordar que la letra asignada a cada factor y el nivel “Alto” y “Bajo” fue designado arbitrariamente.

Es importante resaltar que todos los cálculos se hicieron con valores codificados de los factores, es decir, se asignó “-1” y “+1” a los niveles “bajo” y “alto” respectivamente de cada factor, esto para evaluar equitativamente los efectos provocados por un cambio de nivel en cada factor.

Se debe recordar que se fijó una significancia del 1% (intervalo de confianza del 99%), la razón de ello se puede observar en la Tabla N° 11 en donde la contribución del error tiene un 25% en la variabilidad de los resultados; sabiendo que el error tiene una contribución significativa es importante fijar una baja significancia (intervalo de confianza elevado) para tener mayor seguridad de los resultados. Según la significancia escogida se puede observar en la Tabla N° 11 que los únicos valores significativos (valor P menor a 0,01) del modelo son, tipo de celda utilizada y tiempo de residencia; el que el modelo tenga un 99% de confiabilidad es otra prueba de que dicho modelo utilizado es válido.

Tabla N° 11. Resultados de análisis ANOVA y efectos de los factores.

Fuente	Suma de cuadrados (adim)	Valor P Prob > F (adim)	Efecto (adim)	Contribución (%)
Modelo	9,783	< 0,0001	—	—
A-Tipo de Celda	4,718	< 0,0001	0,627	36,0
B-Voltaje	0,003	0,872	0,015	0,0
C-Tipo de Corriente	0,014	0,719	0,034	0,1
D-Tiempo de Residencia	2,646	< 0,0001	-0,470	20,2
AB	0,052	0,486	-0,066	0,4
AC	0,422	0,053	-0,188	3,2
AD	0,033	0,575	0,053	0,3
BC	0,397	0,060	-0,182	3,0
BD	0,006	0,812	-0,022	0,1
CD	0,001	0,912	0,010	0,0
ABC	0,264	0,121	0,148	2,0
ABD	0,546	0,029	0,213	4,2
ACD	0,230	0,147	0,139	1,8
BCD	0,448	0,046	0,193	3,4
ABCD	0,003	0,874	0,015	0,0
Error	3,337	—	—	25,4
Total	13,12	—	—	—

Mediante la observación del signo de los efectos en la Tabla N° 11 se puede observar la dirección en el cambio de la variable de respuesta. Esto está relacionado al nivel “bajo” y “alto” que se asignó para cada factor; en caso de ser positivo, indica que cambiar el nivel de bajo a alto de ese factor presenta un aumento en la variable de respuesta y en caso de ser negativo se presentaría una disminución.

Con lo dicho anteriormente se puede concluir que se presenta un aumento en la variable de respuesta al usar la celda cilíndrica (efecto positivo) en un bajo tiempo de residencia (efecto negativo). Se esperaba que el tipo de celda que diera mejores resultados fuera la celda cilíndrica y esto es debido principalmente a la forma en que está aplicado el campo y esto se puede apreciar mejor en las siguientes imágenes.

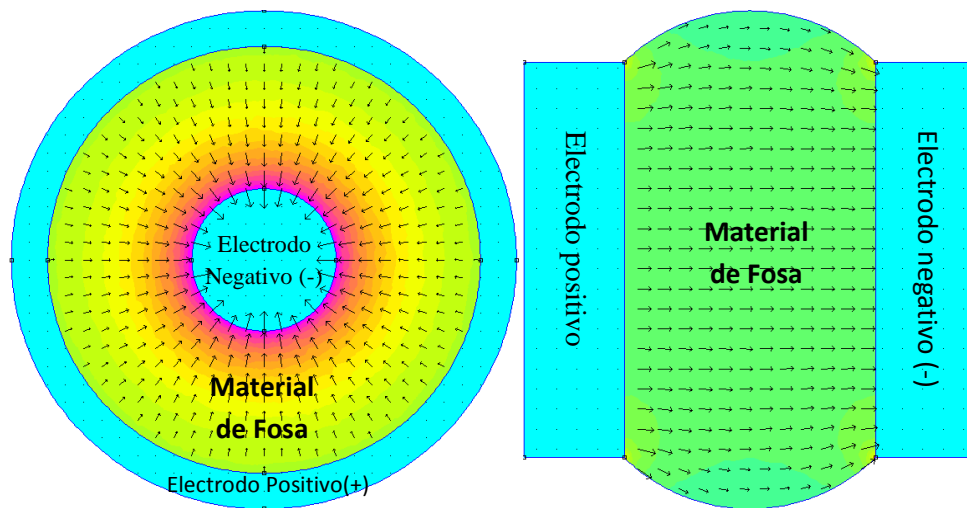


Figura N° 20. Comparación de la distribución de campo eléctrico (**Femm 4.2**)

En la Figura N° 20 se pueden observar las líneas de campo presentadas en la sección transversal de la celda cilíndrica (izquierda) y la sección longitudinal de la celda plana (derecha). Es importante notar que para el caso de sección de la celda plana, se decidió incluir una sección adicional por encima y por debajo para ver el efecto del campo eléctrico en los extremos. Mientras más oscuro es el color en la zona del material de fosa significa que el campo eléctrico es más intenso. Las flechas indican las líneas de campo eléctrico que son infinitas pero que por motivos prácticos se representan solo unas cuantas, mientras más prolongada sea la flecha, indica una mayor intensidad de campo eléctrico y además dichas flechas representan la dirección del campo que siempre van desde el electrodo positivo al negativo.

Es fácil notar que existe un gradiente de campo eléctrico para la celda cilíndrica que aumenta conforme nos acercamos al electrodo central, en cambio, para la celda plana, el campo eléctrico es uniforme a excepción de los extremos en donde se forma una distorsión del campo. Un gradiente en el campo eléctrico beneficia el proceso de colisión entre las gotas y por lo tanto la coalescencia, ya que en este caso actúan las fuerzas dielectroforéticas además de las electroforéticas. Es importante recordar que las fuerzas dielectroforéticas no dependen de la carga que tienen las gotas ni de la distancia entre las mismas, a diferencia de las fuerzas electroforéticas que necesitan que la gota adquiera una

carga (por ejemplo por la cercanía a un electrodo u otra gota cargada), para generar su movilidad dentro de la emulsión y además depende de la distancia entre las gotas. Al poseer los dos tipos de fuerzas interactuando bajo un mismo campo, se fomenta la coalescencia de las gotas por colisiones.

En el caso de la celda plana solo se presentan fuerzas electroforéticas debido a la uniformidad del campo, a excepción de los extremos superior e inferior en donde existen fuerzas dielectroforéticas por la distorsión del campo. Para efectos prácticos, en la celda plana también se presentan efectos dieléctroforéticos en la zona del campo uniforme, debido a que las gotas cargadas generan una distorsión del campo, pero esta distorsión del campo genera un gradiente de campo eléctrico poco pronunciado a diferencia del gradiente generado en la celda cilíndrica que es, tal como se puede observar en la Figura N° 20, pronunciado. De igual manera en la celda cilíndrica también se presenta la distorsión del campo generado por las gotas cargadas.

Es importante mencionar que lo anteriormente mencionado está descrito para el tipo de corriente continua, pero también aplica para la aplicación de corriente alterna. La diferencia viene dada a que en la corriente alterna la polaridad de los electrodos cambia a una frecuencia de 60Hz (60 veces por segundo), por lo cual la dirección del campo eléctrico cambia conforme a esta frecuencia. En el caso de la celda cilíndrica cuando el electrodo central es positivo se presenta el caso de la Figura N° 21 mostrada más abajo y cuando el electrodo central es negativo se presenta el caso de la Figura N° 20. En el caso de la celda plana cuando el electrodo derecho es negativo se presenta el caso de la Figura N° 20 y cuando el electrodo derecho es positivo se presenta el caso de la Figura N° 21. Se puede observar también que la intensidad del campo no varía, solo su dirección, en el caso de la cilíndrica la mayor intensidad de campo siempre estará a los alrededores del electrodo central. En el caso de este trabajo se usó la configuración del electrodo central como el electrodo negativo, ya que resulta beneficioso debido a que todas las líneas de campo se dirigen a un área más pequeña (área de electrodo central) por las gotas de agua tienen

mayor posibilidad de colisionar y coalescer y además las gotas se dirigen adonde está la mayor intensidad de campo.

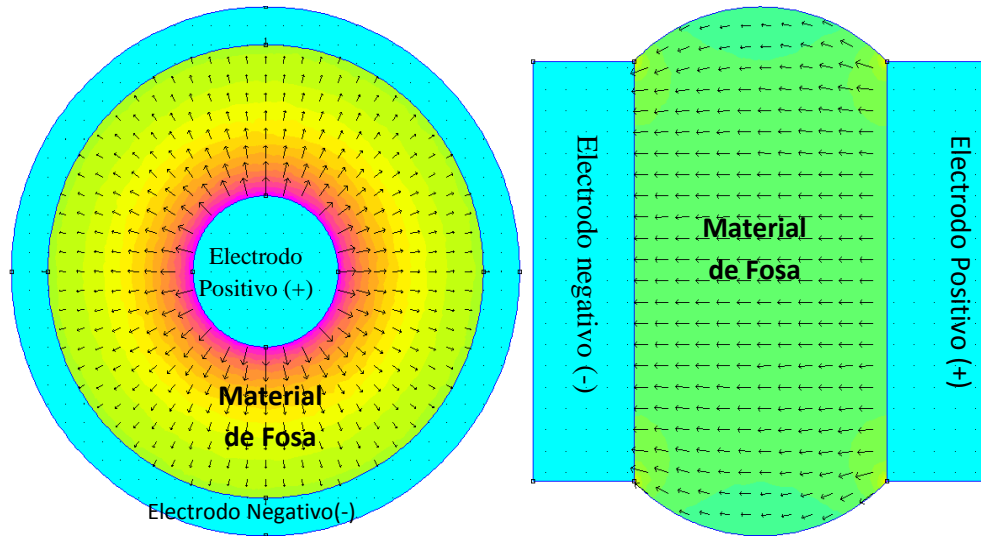


Figura N° 21. Comparación de distribución de campo eléctrico, polaridad invertida (**Femm4.2**)

El cambio en el voltaje o en el tipo de corriente no fue significativo en el aumento de la variable de respuesta bajo el rango de voltaje y tipos de corriente utilizadas. Esto se atribuye principalmente a la estabilidad de la emulsión que como fue explicado anteriormente está relacionada íntimamente con las propiedades del hidrocarburo tratado y como se explico anteriormente en los resultados del análisis SARA. Es por ello que es recomendable trabajar bajo un rango de voltaje mayor al utilizado en estas experiencias, pero teniendo en consideración los 2 principales factores determinados en este experimento, es decir, utilizar la celda cilíndrica a un bajo tiempo de residencia. Como observación experimental, se obtuvo que mientras menor es el tiempo de residencia, mayor es el voltaje que puede ser aplicado por lo cual resulta beneficioso trabajar a un bajo tiempo de residencia. Es importante dejar claro que el cambio de las dos variables discutidas anteriormente no fue significativo, pero eso no implica que aplicar un valor puntual de voltaje o un tipo de corriente no genera cambios en la variable de respuesta, de ser así no se habría obtenido ningún efecto significativo, ya que la variación en el tipo de celda o en

el tiempo de residencia por si solos no generan un aumento del tamaño de las gotas en la emulsión.

Es importante destacar que no hubo una interacción significativa entre el tipo de celda utilizada y el tiempo de residencia y esto se puede observar fácilmente en el gráfico N° 27, en donde se observa que independientemente del tipo de celda utilizada, el tiempo de residencia bajo siempre proporcionará un mayor aumento en la variable de respuesta y de igual manera sucede al utilizar la celda cilíndrica independientemente del tiempo de residencia de trabajo. Uno de los indicativos de que no hay interacción o que haya una baja interacción es que las rectas son aproximadamente paralelas. Es importante destacar que para la realización de este gráfico, el programa Design-Expert® utiliza promedios de la variable de respuesta para los dos tipos de corriente y niveles de voltaje, y los representa en el error de cada valor en el gráfico.

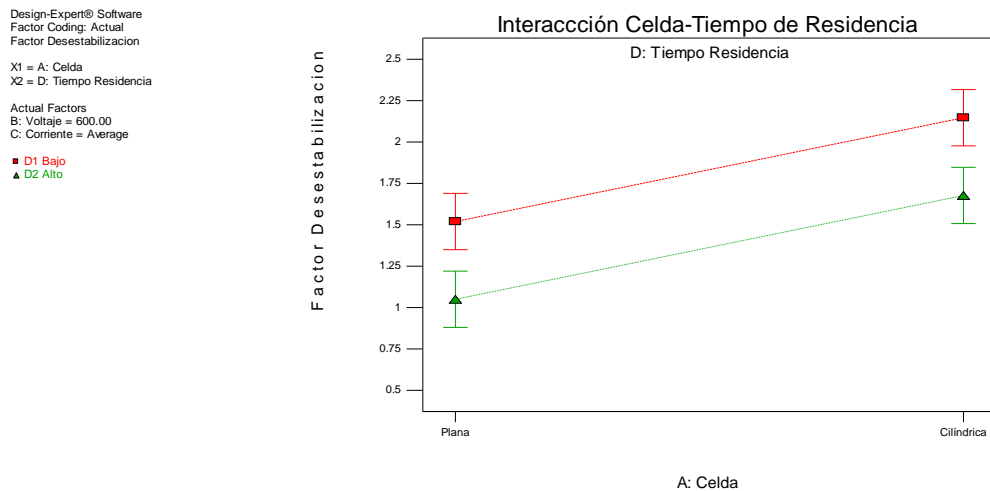


Figura N° 22. Interacción entre el tipo de celda y el tiempo de residencia.

En cuanto a las interacciones de orden superior, la más importante fue la interacción entre el tipo de celda, el voltaje y el tiempo de residencia. Sin embargo su confiabilidad no es del 99% por lo cual no se debe tomar en cuenta, además de que no es lógico considerar una interacción de orden superior con una variable (voltaje) que no fue significativa en el análisis estadístico, por lo cual se intuye que todas las interacciones de orden superior están muy

influenciadas por el error, por lo cual se recomienda disminuir las fuentes de error en los experimentos futuros.

En la figura a continuación se puede observar las curvas de distribución de análisis de partículas para el “mejor de los casos” (cilíndrica con bajo tiempo de residencia) y el “peor de los casos” (plana con alto tiempo de residencia) ambos casos bajo corriente AC y 400V.

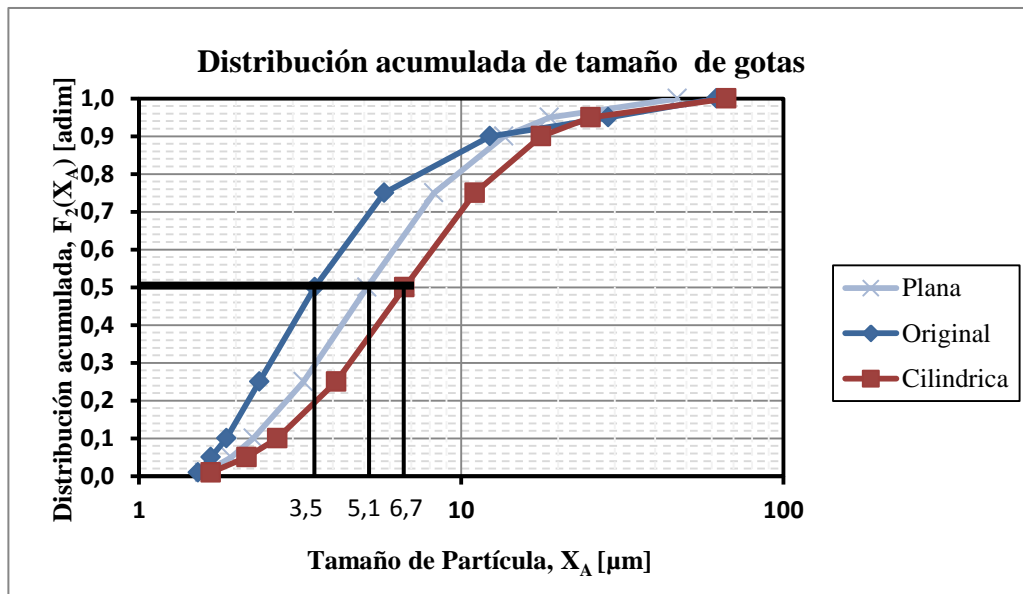


Figura N° 23. Comparación de distribución de tamaños de partículas

Al observar la mitad de la fracción acumulada (Fracción 0,5 en el gráfico) se puede evidenciar que hubo un crecimiento del tamaño de las partículas, siendo este crecimiento mayor para el caso de la celda cilíndrica y un poco menos pronunciado para la celda plana todo esto con respecto a la muestra original. Esto permite corroborar lo analizado con el tratamiento estadístico en donde se concluyó que hay una mejor efecto con la celda cilíndrica a bajo tiempo de residencia.

Es importante resaltar que esta tendencia no se repite para todos los casos, sin embargo se seleccionaron cuidadosamente estas curvas de todos los resultados debido a que se puede observar mucho más claramente la diferencia.

4.6.2. TRATAMIENTO ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS DESPUÉS DE CENTRIFUGAR.

Para realizar este estudio fue necesario definir un nuevo factor que se denominó factor de cambio. Este factor permite estudiar el cambio del tamaño de las gotas luego de centrifugar con respecto a la misma muestra antes de centrifugar después de aplicado el campo, se calcula mediante la Ecuación 23 encontrada en la metodología.

Fue necesario definir este factor con los promedios de $R_2(5 \mu m)$ y $R_2(5 \mu m)^c$ ya que al hacerlo por réplica se comete un error mayor debido a que cada réplica tiene un error diferente antes y después de centrifugar.

Cuando el valor de dicho factor es igual o cercano a 1 implica que no se generó un cambio significativo en la distribución de tamaño de partículas luego de la centrifugación. Cuando es mayor a 1 significa que gotas mayores $5 \mu m$ descendieron al fondo de la zanahoria y cuando es menor a 1 significa que aumentaron las gotas mayores a $5 \mu m$ luego de la centrifugación. En los casos de que dicho valor sea menor a 1 no tiene sentido lógico ya que las gotas de mayor diámetro sedimenten a una velocidad mayor que las gotas más pequeñas, por eso en los casos de obtener valores del factor de cambio menores a 1 se atribuye al error experimental.

En la siguiente tabla se presentan los resultados obtenidos para cada condición experimental, en donde se puede observar que hay varios valores menores a 1 lo que implica que el error experimental es elevado para este factor por lo cual es necesario disminuir las fuentes de error en caso de querer realizar un estudio de este tipo en un futuro.

Tabla N° 12. Resultados del factor de cambio

Tipo de celda	Tiempo de residencia	Tipo de corriente	Voltaje	Factor de cambio
Plana	2.0mm	DC	Bajo	1,06
Plana	2.0mm	DC	Alto	0,37
Plana	2.0mm	AC	Bajo	0,75
Plana	2.0mm	AC	Alto	0,37
Plana	2.7mm	DC	Bajo	0,41
Plana	2.7mm	DC	Alto	1,14
Plana	2.7mm	AC	Bajo	0,86
Plana	2.7mm	AC	Alto	0,57
Cilindrica	2.0mm	DC	Bajo	1,76
Cilindrica	2.0mm	DC	Alto	1,83
Cilindrica	2.0mm	AC	Bajo	0,76
Cilindrica	2.0mm	AC	Alto	1,36
Cilindrica	2.7mm	DC	Bajo	0,63
Cilindrica	2.7mm	DC	Alto	1,68
Cilindrica	2.7mm	AC	Bajo	0,72
Cilindrica	2.7mm	AC	Alto	1,13

En la tabla anterior no se observa ninguna tendencia fácilmente. Al intentar hacer la validación estadística que se encuentra en el apéndice II, se concluyó que ningún factor es significativo, es decir, que el error experimental es más grande que el efecto de centrifugar en todas las pruebas. Es decir que la centrifugación no causó ningún efecto significativo sobre la muestra.

Esto se atribuye a que las muestras se centrifugaron a temperatura ambiente. Esto fue debido a que luego de haber recolectado las zanahorias después de aplicar el campo se tenía que realizar el análisis por microscopía en donde se tardaba un tiempo considerable y la muestra se enfriaba.

Lo anterior implica que la efectividad de la centrifugación se ve muy disminuida ya que la viscosidad de la muestra a temperatura ambiente es muy elevada, además que existe poca diferencia de densidad entre el crudo y el agua, por lo cual, tal como lo describe la ley de Stokes (Ecuación 1), la velocidad de sedimentación gravitatoria es muy baja.

Es importante destacar que en la centrífuga se aplica una fuerza que es varias veces mayor a la fuerza de gravedad (alrededor de 1000 veces) y en ninguno de los casos se observó agua en la parte inferior de la zanahoria, lo que podría indicar que el tamaño medio de gota alcanzado en el mejor de los casos no fue suficiente para lograr obtener agua en el fondo de la zanahoria. También podría indicar que la viscosidad del crudo es tan elevada y su diferencia de densidad es tan pequeña que inclusive aplicando toda esa fuerza centrífuga, no se logre separar el agua del crudo a temperatura ambiente. Inclusive pudo haber sido una combinación entre los dos factores mencionados anteriormente. Es por ello que se recomienda mantener calientes las zanahorias en un baño de maría para que luego de concluido el análisis por microscopía, se pueda centrifugar en caliente. Además es necesario colocar un aislante en donde se coloca la zanahoria dentro de la centrífuga, ya que el rápido movimiento de las zanahorias en el interior de la centrífuga puede provocar su rápido enfriamiento.

Como comentario final se debe notar que los resultados positivos obtenidos en el presente trabajo fueron muy bajos, es decir, solo se pudo observar una variación significativa viendo la muestra al microscopio y los cambios obtenidos en las distribuciones no fueron muy pronunciados, lo que significa en general que los efectos fueron bajos. Es por ello que se recomienda repetir estas experiencias en un futuro trabajando a menores tiempos de residencia, ya que esto permitiría trabajar con voltajes mayores. Esto es importante debido a que los electrocoalescedores industriales usualmente tienen una intensidad de campo de 2kV/cm (**Less y Vilagine (2011)**) a diferencia de la intensidad de campo utilizada en este trabajo que fue de 1kV/cm para la celda plana.

CAPITULO V

CONCLUSIONES

Luego de alcanzar los objetivos propuestos por este Trabajo Especial de Grado, se llegan a las siguientes conclusiones:

- El mejor material para aislar el sistema es la fibra de vidrio y la mejor orientación de la celda en el sistema de trabajo es vertical. Solo aislar la tubería fue suficiente, no hizo falta colocar resistencia adicional en los tramos de tubería.
- Usar un dispositivo de regulación de flujo con una apertura fija genera menor variación en el tiempo de residencia que el cambio en la apertura de la válvula.
- La temperatura de operación en la celda es de 50°C aproximadamente.
- El tiempo de residencia mínimo es cercano a los 22 segundos y el máximo alrededor de 32 segundos.
- El voltaje de operación máximo y mínimo es 800 Volts y 400 Volts respectivamente.
- A voltajes mayores de 900V en alto tiempo de residencia en la celda se presenta el efecto de corto-circuito. Si se disminuye el tiempo de residencia en la celda es posible aumentar el voltaje aplicado.
- Merey-31 se puede clasificar como un material de fosa similar a un crudo pesado.
- Las características del crudo (análisis SARA, envejecimiento de la emulsión, porcentaje de agua, tamaño de las gotas, densidad) indican que el mismo es altamente estable.

- Bajo la temperatura de operación la viscosidad de Merey-31 es muy variable lo que dificulta mantener el tiempo de residencia fijo.
- No se observó separación visible antes y luego de centrifugar en ninguna muestra.
- El factor de desestabilización establecido en el presente trabajo presenta una variación menor al que se había establecido antes en el trabajo de **Fung** (2011).
- La celda cilíndrica y el tiempo de residencia bajo producen mejores resultados; estos dos efectos son independientes.
- Bajo el rango de voltajes trabajado no se obtuvo contribuciones significativas en el cambio del voltaje o del tipo de corriente.
- La centrifugación no tuvo ningún efecto significativo sobre la muestra.

CAPITULO VI

RECOMENDACIONES

A continuación se presentan recomendaciones que deberían ser tomadas en cuenta para trabajos posteriores relacionados en el área.

- Probar colocar aislantes más efectivos en el sistema, de esta manera se disminuye la variabilidad de la temperatura y por lo tanto se disminuye el error experimental.
- Realizar un nuevo estudio trabajando con la celda cilíndrica a bajos tiempos de residencia, para estudiar el efecto de la aplicación de un mayor voltaje y del tipo de corriente a estos voltajes.
- Usar el método de conteo mediante la aplicación de un filtro gaussiano de alto paso en el programa Image-Plus de Media Cybernetics como se explica en el apéndice IV, de esta manera se reduce el error por apreciación y se disminuye considerablemente el tiempo empleado en realizar los conteos.
- Mantener las zanahorias calientes en un baño de maría luego de aplicar el campo eléctrico, de esta manera luego de tomar las fotografías en el microscopio la muestra se encontraría aún caliente.
- Colocar un aislante alrededor de la zanahoria en el interior de la centrífuga, de esta manera se minimiza la pérdida de calor de la muestra por la convección forzada del aire en el interior de la centrífuga.
- Disminuir el tiempo de aplicación de centrifugación a 5min. Siendo una fuerza 1000 veces mayor a la gravedad dudablemente más tiempo generará algún cambio en la emulsión.
- Tomar fotografías de microscopía de la muestra original para cada experimento con el fin de basar los cambios luego de aplicado el campo y

luego de aplicada la centrifugación con respecto a dicha muestra original. De esta manera se evita basar los cambios en una única muestra original que puede no ser igual para todos los experimentos.

- Realizar el análisis estadístico mediante la distribución acumulada en número, adicional a la distribución acumulada en área utilizada en este trabajo. De esta manera se tiene una mejor apreciación del cambio en el número de gotas mayores a cierto diámetro con respecto al número total de gotas.
- Reemplazar el agitador del sistema por otra forma de mantener homogénea la temperatura en la emulsión. Esto porque la agitación provocada por el agitador puede provocar cambios negativos en las propiedades en la emulsión (por ejemplo disminuyendo el tamaño de las gotas por esfuerzos de corte). Para ello se puede colocar el crudo en otro tanque encima del tanque original del sistema de este trabajo. Este nuevo tanque se conectaría directamente a la tubería del sistema mediante una tubería en forma de serpentín de cobre o de algún material térmicamente muy conductivo. El antiguo tanque se llenaría de agua, al calentar dicho tanque el agua se calienta mucho más homogéneamente que el crudo y transmite el calor al serpentín, generando que el crudo se caliente más homogéneamente que el caso en donde no se usara agitador en el antiguo tanque. Se podría colocar el agitador en el tanque con agua lo que mejoraría aun más la transferencia de calor de la resistencia del tanque hacia el agua, y del agua hacia el serpentín. Se puede observar un esquema de esto en la Figura N° 24.

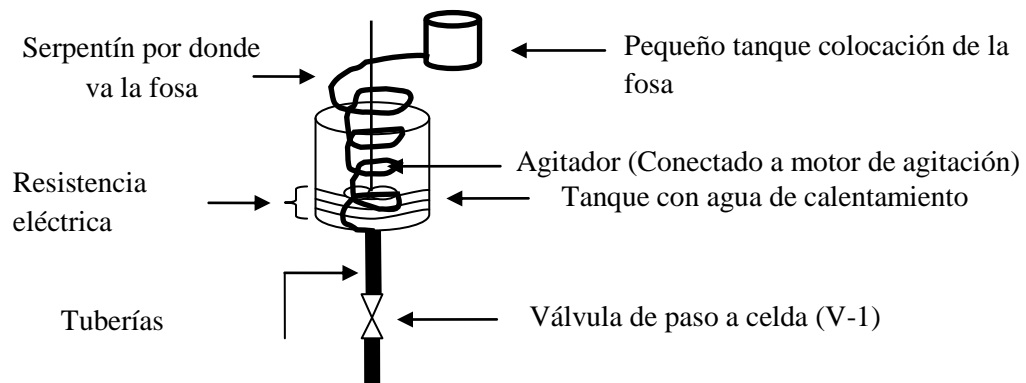


Figura N° 24. Cambios en el sistema original.

- Es caso de no remplazar el agitador del sistema, se recomienda comparar los resultados con respecto a la muestra recirculada para excluir los efectos ocasionados por la agitación de los resultados.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Abdel-Aal H. K., Aggour M., Fahim M. A. (2003). Petroleum and gas field processing. Taylor & Francis.
- Allan, R.S., Mason, S.G., 1962. Particle motions in sheared suspensions. XIV. Coalescence of liquid drops in electric and shear fields. *J. Colloid Sci.* 17, 383–408.
- Almeida, Armando y Rodriguez, Neliana (2006). Estudio de la coalescencia y sedimentación de emulsiones agua en aceite bajo efecto de campo eléctrico DC. Trabajo Especial de Grado. Facultad de Ingeniería, Escuela Ingeniería Química. Universidad de Central de Venezuela. Caracas.
- Aske, N., Kallevik H., Sjöblom J., (2002). Water-in-crude oil emulsion stability studied by critical electric field measurements. Correlation to physico-chemical parameters and near-infrared spectroscopy. *Journal of Petroleum Science and Engineering.* 36, 1-17.
- Atten, P., (1993). Electrocoalescence of water droplets in an insulating liquid. *J. Electrostat.* 30, 259–270.
- Bauer, Joel (2007). Influencia del campo eléctrico DC en la distribución de tamaño de partícula de sistemas dispersos de agua, crudo y sólidos provenientes de lodos petrolizados. Trabajo Especial de Grado. Facultad de Ingeniería, Escuela Ingeniería Química. Universidad de Central de Venezuela. Caracas.
- Culshaw, Fabiana (2006). Fosas tóxicas en Venezuela ¿Es factible una limpieza total?. *VenEconomía* Vol. 23 (4).
- Devulapalli, R., Jones, F., (1999). Separation of aniline from aqueous solutions using emulsion liquid membranes. *J. Hazard. Mater.* 70, 157–170

- Eow, J.S., Ghadiri, M., Sharif, A.O., Williams, T.J., (2000). Electrostatic enhancement of coalescence of water droplets in oil: a review of the current understanding. *Chem. Eng. J.* 84, 173–192
- Eow, John S., Ghadiri, Mojtaba (2002), Electrostatic enhancement of coalescence of water droplets in oil: a review of the technology, *Chem. Eng. J.* 85, 357-368
- Fung, Edward (2011). Sistematizar las técnicas de caracterización de emulsiones de fosas: estudio de sistemas con análisis de imágenes. Pasantía de Investigación. Facultad de Ingeniería, Escuela Ingeniería Química. Universidad de Central de Venezuela. Caracas.
- Fung, Edward (2012). Desestabilización electrostática con corriente directa de material de fosas de producción mezclados con solventes. Trabajo Especial de Grado. Facultad de Ingeniería, Escuela Ingeniería Química. Universidad de Central de Venezuela. Caracas.
- Garcia-Hernandez, F. (1989). Estudio sobre el control de la depositacion organica en pozos del área Cretacica Chiapas-Tabasco *Ing. Pet.*, Julio, P39, 1989.
- G.P.A. Estudios y Servicios Petroleros S.R.L. (2006). Nota Técnica N°77. Significado Práctico del Ensayo S.A.R.A. <http://www.gpasrl.com.ar>
- Less, S. y Vilagines, R., (2012). The electrocoalescers' technology: Advances, strengths and limitations for crude oil separation, *Journal of Petroleum Science and Engineering* 81, 57-63.
- Lichaa, P.M. (1977) .Asphaltene deposition problem in Venezuela crudes - usage of asphaltenes in emulsion stability *Can. Pet. Tech. J.*, oil sands, 609-624.
- Lundgaard, L.E., Berg, G., Ingebrigtsen, S., Atten, P., (2006). Electrocoalescence for oil–water separation: fundamental aspects. Capítulo 15, En: Siöblom, J. (Ed.), *Emulsion and Emulsion Stability*, 2nd edition. Taylor & Francis.
- Maia D., Ramalho J., Spinelli L., Lucas E., (2012) Aging of water-in-crude oil emulsions: Effect on water content, droplet size distribution, dynamic viscosity and stability, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 396, pp 208-212

- Maia D., Ramalho J., Spinelli L., Lucas E., Lucas G., (2012) Aging of water-in-crude oil emulsions: Effect on rheological parameters, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* (en prensa)
- Marfisi S. y Salager, J.L. (2004). Deshidratación de Crudo. Principios y Tecnología. Cuaderno FIRP S853-PP, Laboratorio FIRP. Escuela de Ingeniería Química, Universidad de los Andes, Mérida, Venezuela.
- Mongomery D. C, (2004). Diseño y análisis de experimentos. Editorial limusa, 2da edición. México
- Padrón, Alida y Zúñiga, Percy (2005). Aplicación de la técnica de microscopía óptica para la caracterización de sistemas dispersos formados por crudos, agua y sólidos. Trabajo Especial de Grado. Facultad de Ingeniería, Escuela Ingeniería Química. Universidad de Central de Venezuela. Caracas.
- Petróleos de Venezuela S.A. (PDVSA) y sus Filiales (2009). Informe de gestión anual 2009. Venezuela.
- Rivero, Victor (2007). Desestabilización de emulsiones estables empleando diferentes temperaturas y relaciones de fases agua-aceite en combinación con campo eléctrico. Trabajo Especial de Grado. Facultad de Ingeniería, Escuela Ingeniería Química. Universidad de Central de Venezuela. Caracas.
- Rodriguez, María (en ejecución). Efecto de la mojabilidad en la separación de emulsiones. Trabajo de Maestría. Facultad de Ingeniería, Escuela Ingeniería Química. Universidad de Central de Venezuela. Caracas.
- Salager J.L. (1987b). Deshidratación de crudo. Módulo de Enseñanza en Fenómenos Interfaciales. . Cuaderno FIRP S353, Laboratorio FIRP. Escuela de Ingeniería Química, Universidad de los Andes, Mérida, Venezuela.
- Sjöblom, J., Holt, Ø., Sæther, Ø., Dukhin, S., Mishchuk, N. (1998). Investigation of reversible Brownian flocculation and intradoublet coalescence in o/w emulsions by means of video enhanced microscopy. *Colloids and Surfaces. A: Physicochemical and Engineering Aspects* 141 269–278.

- Sjöblom J., Aske N., Auflem I., Brandal Ø., Havre T., Sæther Ø., Westvik A., Johnsen E., Kallevik H., Our current understanding of water-in-crude oil emulsions.: Recent characterization techniques and high pressure performance, *Advances in Colloid and Interface Science*, 100–102, pp 399-473
- Sjöblom J., Hemmingsen P., Kallevik H., (2007). The Role of Asphaltenes in Stabilizing Water-in-Crude Oil Emulsions. *Asphaltenes*, Capítulo 21. En: *Heavy Oils. and Petroleomics*. Springer New York, 2007.
- Sorrentino J. A. (2002). Advances in correlating filter cake properties with particle collective characteristics, Tesis Doctoral Universidad de Karlsruhe. Shaker Verlag. Alemania.
- Steward M., Arnold K., (2009). Emulsions and oil treatment equipment selection sizing and troubleshooting. Editorial Elsevier.
- Taylor, G., (1964). Disintegration of water drops in electric field. *Proc. R. Soc. Lond. A Math. Phys. Sci.* 280, 383–397.
- Urdahl, O., Wayth, N.J., Førdedal, H., Williams, T.J., Bailey, A.G., (2001). Compact electrostatic coalescer technology. Capítulo 28. En: Sjöblom, J. (Ed.), *Encyclopedic Handbook of Emulsion Technology*. Marcel Dekker, Inc.
- Warren, K.W., Sams, G.W., (2003). The Roles of Chemical Screening and Electrostatic Field Selection in Desalting. NATCO Group, Inc. Houston, Estados Unidos.
- Warren, K. W., Armstrong J., (2001). Desalting Heavy Crude Oils – The Venezuelan Experience. NATCO Group, Inc., Houston, Estados Unidos.

APÉNDICES

APÉNDICE I: Validación del análisis estadístico para la muestra antes de centrifugar.

En la Figura N° 25 se presenta el gráfico de mitad-normal para las pruebas antes de centrifugar proporcionada por el software. Los factores se representan como rectángulos y la estimación del error con triángulos.

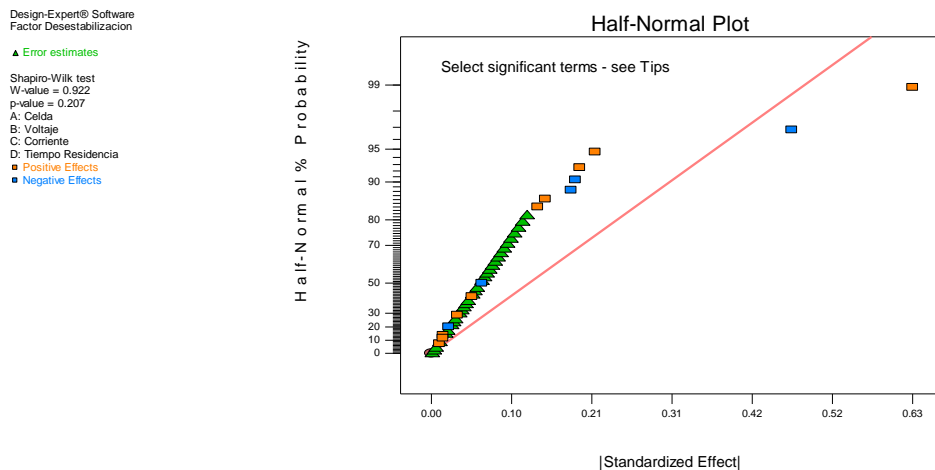


Figura N° 25. Gráfico mitad-normal en función del efecto estandarizado

En este caso es muy sencillo observar que hay 2 valores cuyo efecto se sale de la tendencia de los demás valores. Los demás valores se representarían bajo una misma línea de tendencia, lo que indica que dichos valores no tuvieron efecto significativo en el experimento, ya que sus efectos son mucho más pequeños que los del error experimental. En la Figura N° 26 se muestra el gráfico mitad-normal cuando se eligen los 2 valores más a la derecha y se corrobora lo anteriormente dicho ya que se puede observar que la recta representa la tendencia de los demás puntos.

Design-Expert® Software
Factor Desestabilizacion

▲ Error estimates

Shapiro-Wilk test

W-value = 0.940

p-value = 0.461

A: Celida

B: Voltage

C: Corriente

D: Tiempo Residencia

■ Positive Effects

■ Negative Effects

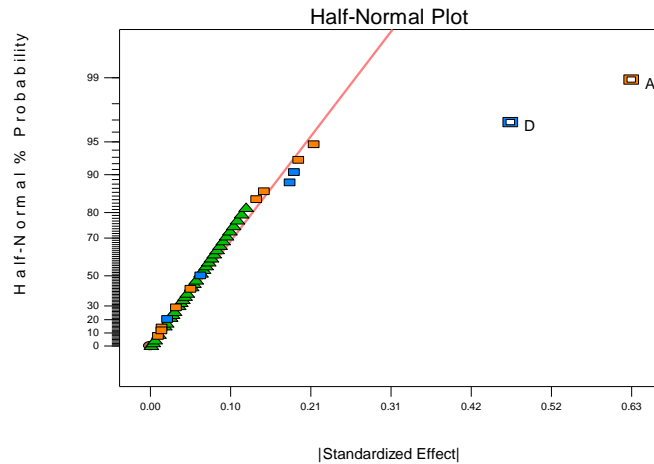


Figura N° 26. Gráfico mitad-normal con factores significativos elegidos.

Es importante destacar que el programa representa con un rectángulo azul los efectos negativos, a saber, las variables que al cambiar de un nivel bajo a un nivel alto generan una disminución de la variable de respuesta; y representa con un rectángulo anaranjado los efectos positivos, que aumentan la variable de respuesta al pasar de un nivel bajo a alto.

En este caso, el efecto D que corresponde al tiempo de residencia es un efecto negativo lo que implica que un aumento en el tiempo de residencia genera una disminución en el factor de desestabilización.

Obsérvese que lo anterior depende de cómo se definió el valor “alto” y “bajo” de cada factor. El cambio de la definición de los valores “alto” y “bajo” no afectan el estudio estadístico, lo único que variaría en este caso sería el signo del efecto.

Posteriormente en la gráfica de probabilidad normal representada en la Figura N° 27 se puede observar todos los datos con datos con su efecto pero esta vez se representa también el signo de cada efecto. Se puede observar que los demás factores se ajustan relativamente bien a la misma línea de tendencia tal como se había visto en el gráfico mitad-normal.

Design-Expert® Software
Factor Desestabilizacion

Warning! Pure error terms not shown

Shapiro-Wilk test

W-value = 0.940

p-value = 0.461

A: Celda

B: Voltaje

C: Corriente

D: Tiempo Residencia

■ Positive Effects

■ Negative Effects

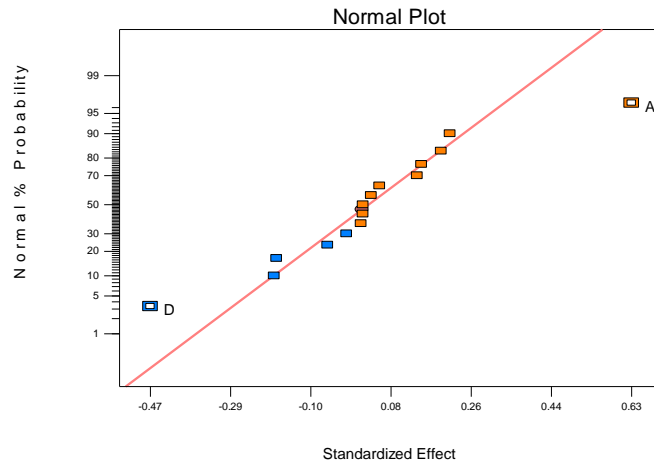


Figura N° 27. Gráfico de probabilidad normal respecto a los efectos estandarizados

Se presenta la Figura N° 28 que representa el diagrama de Pareto y se puede observar que los únicos valores significativos (que superan el límite de Bonferri) en este caso son los de los efectos A y D.

Design-Expert® Software
Factor Desestabilizacion

A: Celda

B: Voltaje

C: Corriente

D: Tiempo Residencia

■ Positive Effects

■ Negative Effects

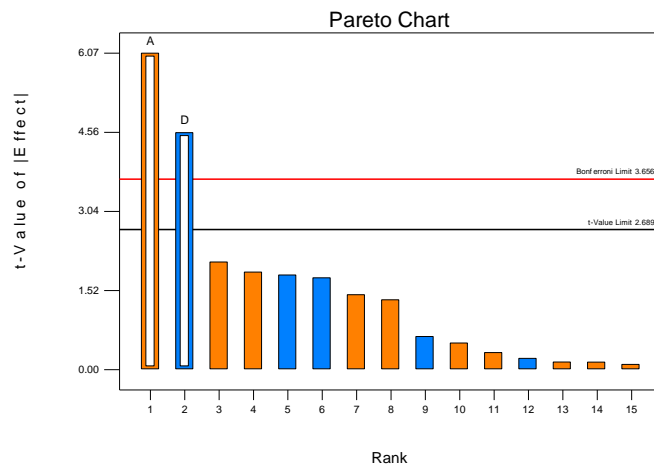


Figura N° 28. Diagrama de Pareto de los efectos.

Se puede apreciar en la Figura N° 29 el gráfico obtenido para el modelo utilizado en el programa Design-Expert®. El eje de las abscisas está representado por los residuales estudentizados (basados en t de student) que es esencialmente una conversión a una escala de desviación estándar ya que es una

manera más robusta de diagnosticar los residuales. En el eje de las coordenadas se presenta el valor porcentual de la probabilidad normal.

Se puede observar que todos los puntos del gráfico se adaptan relativamente bien a la línea central, lo que representa que en general el modelo utilizado (distribución normal) es válido.

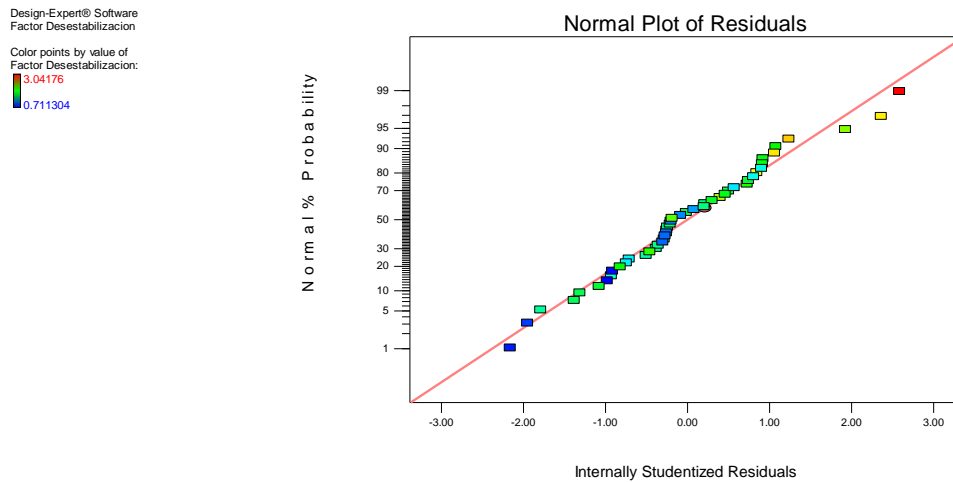


Figura N° 29. Gráfico de probabilidad normal.

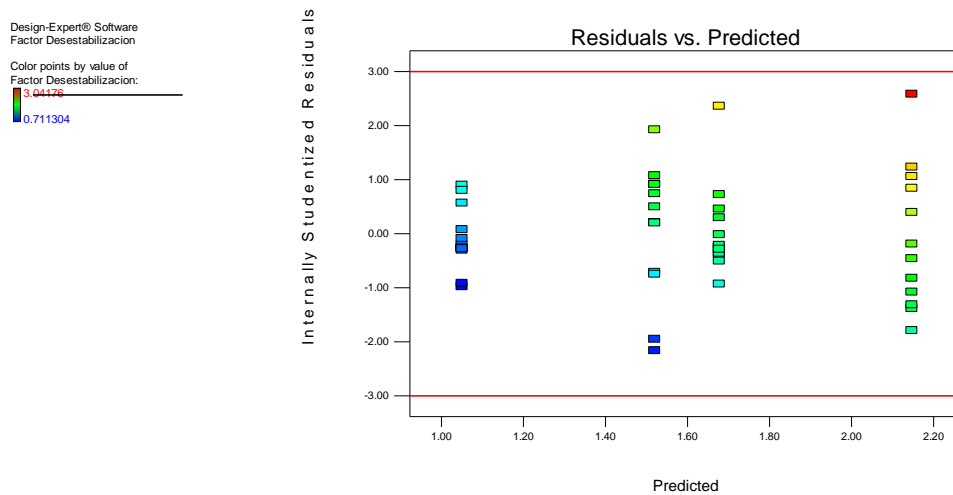


Figura N° 30. Gráfico de residuales con respecto a los valores predichos.

La Figura N° 30 representa los residuales respecto a los valores predichos por el modelo. Se puede observar que su dispersión en el eje vertical

para cada valor de los valores predichos es similar, lo cual es otro indicativo de que el modelo utilizado es válido.

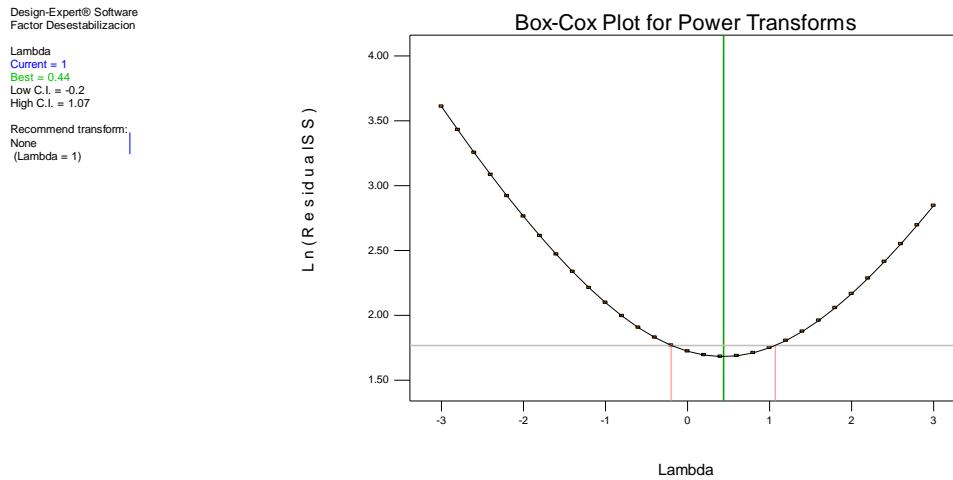


Figura N° 31. Gráfico Box-Cox.

En la Figura N° 31 se presenta un gráfico Box-Cox, este tipo de gráfico fue desarrollado para calcular la mejor transformación de la familia de potencias, en este caso permite corroborar que no hay ningún tipo de recomendación de parte del programa de transformar la variable de respuesta, ya que valor de Lambda (potencia aplicada al modelo, que en este caso es 1, es decir, modelo lineal) representado por la línea azul en el gráfico se encuentra dentro del 95% de intervalo de confianza representado por las otras 2 líneas rojas paralelas a la línea azul.

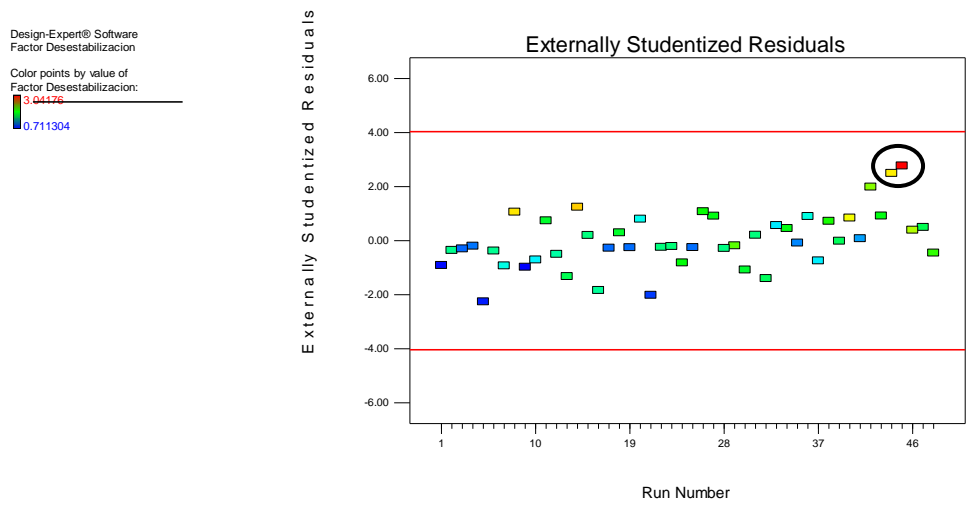


Figura N° 32. Gráfico de determinación de valores anormales.

Finalmente en la Figura N° 32 se presentan los residuales con respecto a cada corrida. Las líneas rojas representan el intervalo de 95% de confianza inferior y superior. Hay 2 puntos en particular que presentan unos residuales un poco mayores que los demás, señalados mediante un círculo negro (no proporcionado por el software) y corresponden ambos al uso de la celda cilíndrica a bajo tiempo de residencia, esto se esperaba ya que la experimentación con ese tipo de celda y tiempo de residencia resultó particularmente más difícil y variante que las demás pruebas. Sin embargo no hay ningún dato que se salga del intervalo de confianza por lo cual no hay necesidad de excluir ningún punto del análisis estadístico.

APÉNDICE II: Validación estadística del modelo de los datos obtenidos luego de centrifugar.

En cuanto al tratamiento estadístico de los resultados luego de centrifugar, se determinaron los valores del factor de cambio, y se procedió a realizar el análisis estadístico mediante el software Design-Expert®. Al comenzar el análisis siguiendo el procedimiento descrito en la metodología para el análisis estadístico se obtuvo la mitad de gráfica normal de los efectos que se muestra a continuación

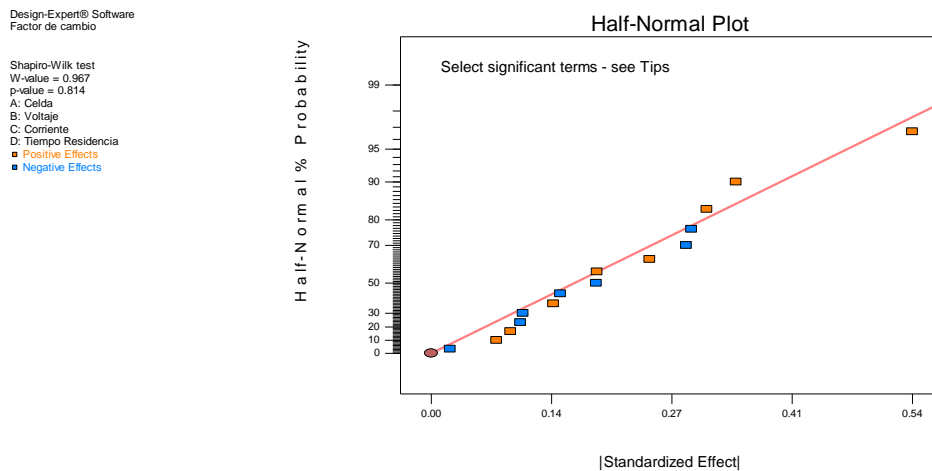


Figura N° 33. Mitad de gráfica normal para datos luego de centrifugar.

Tal como se puede observar en la Figura N° 33 los puntos están muy cerca de una misma línea de tendencia, lo que desde un principio implica que no existe algún efecto significativo sobre el valor promedio de cambio. Esto se puede corroborar al observar en la Figura N° 34 que nos indica que para un 99% de confiabilidad no existe ninguna variable que tenga un efecto mayor al error estimado en la variable de respuesta.

Design-Expert® Software
Factor de cambio

A: Celda
B: Voltaje
C: Corriente
D: Tiempo Residencia
■ Positive Effects
■ Negative Effects

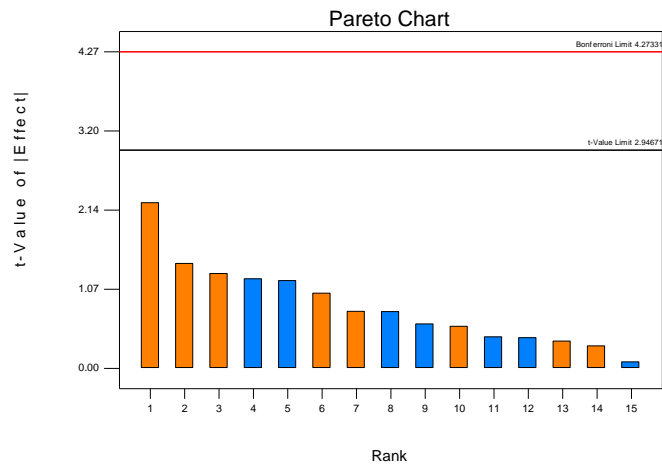


Figura N° 34. Diagrama de Pareto al 99% de confiabilidad

Esto es cierto para un 99% de confiabilidad, por lo cual se decidió bajar el nivel de confiabilidad al 90% y corroborar de nuevo el diagrama de Pareto que se puede observar en el Figura N° 35

Design-Expert® Software
Factor de cambio

A: Celda
B: Voltaje
C: Corriente
D: Tiempo Residencia
■ Positive Effects
■ Negative Effects

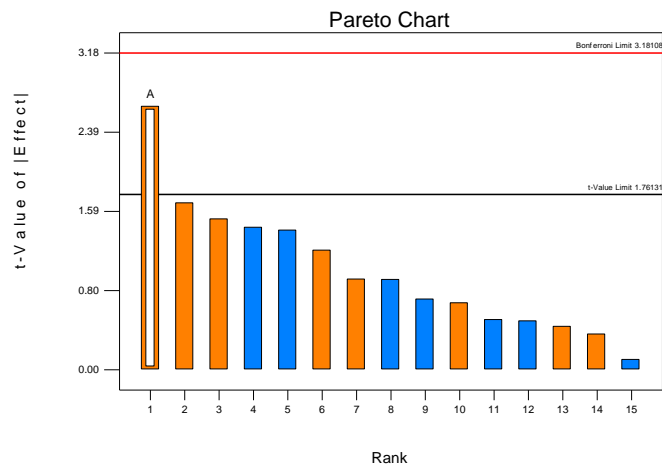


Figura N° 35. Diagrama de Pareto al 90% de confiabilidad

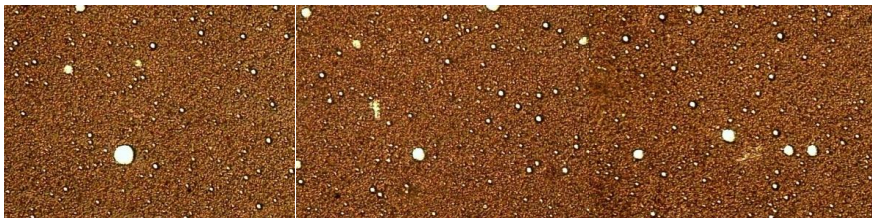
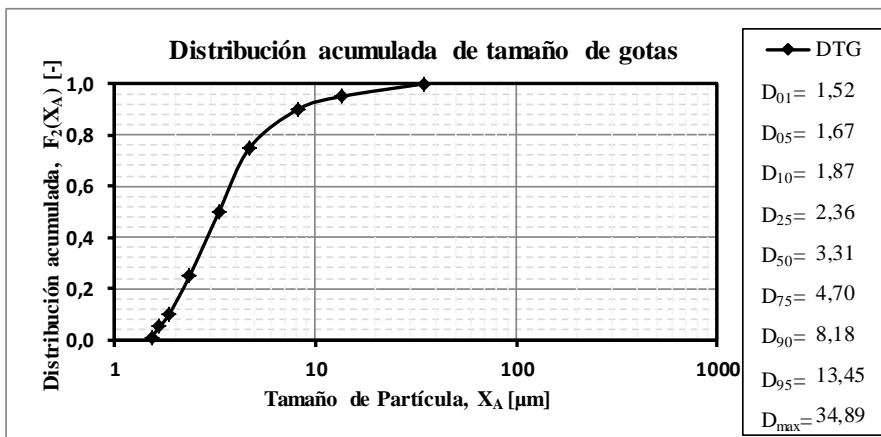
Se puede evidenciar en la Figura N° 35 que ni siquiera al 90% de confiabilidad el parámetro A que corresponde a un cambio en el tipo de celda es significativo, ya que no supera el límite de Bonferroni representado por la segunda línea horizontal por encima de la barra de A. Por todo lo anterior se concluye definitivamente que luego de centrifugar no hay ningún parámetro significativo

APÉNDICE III: Hojas de resultados

Este apéndice presenta las hojas de los resultados obtenidos para la muestra original y para la muestra luego de aplicar corriente DC, tiempo de residencia bajo, 800V, celda cilíndrica. Todos los resultados de las experiencias realizadas en este trabajo están disponibles en el LSM de la EIUCV en el compendio Reporte de Resultados (García, 2012).

MEREY-31 Muestra original

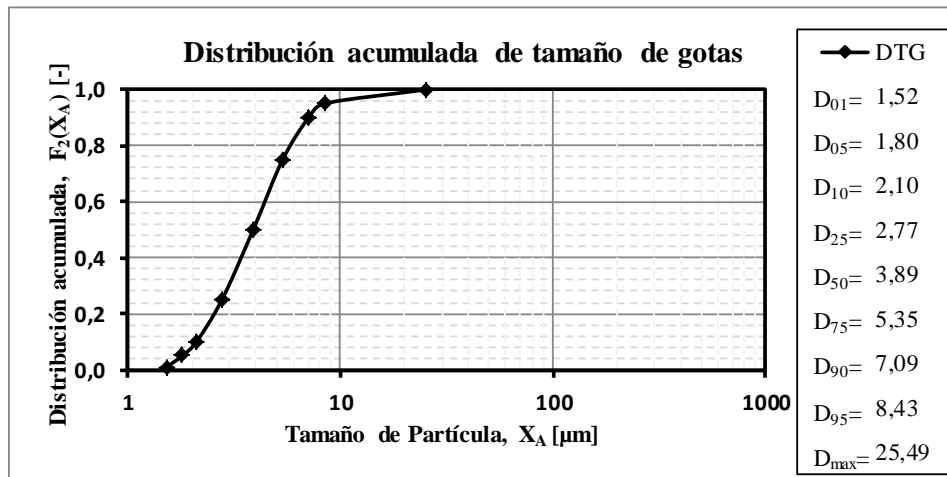
$X_A = 5 \mu\text{m}$	
$F_2(5 \mu\text{m}) = 0,78$	
$R_2(5 \mu\text{m}) = 0,22$	
$D_{50} =$	$3,31 \mu\text{m}$
$\phi_w =$	$22,34\%$
$\Phi_w(5 \mu\text{m}) =$	$4,9\%$



MEREY-31

DC 800V, tiempo de residencia bajo, celda cilíndrica

$X_A = 5 \mu\text{m}$	
$F_2(5 \mu\text{m}) = 0,70$	
$R_2(5 \mu\text{m}) = 0,30$	
$D_{50} =$	3,89 μm
$\phi_w =$	26,12%
$\Phi_w(5 \mu\text{m}) =$	7,8%



APENDICE IV: Recomendación para agilizar el conteo de partículas

Para agilizar el conteo de partículas se puede utilizar el filtro gaussiano de alto paso en el programa Image-Pro Plus de Media-Cybernetics. El filtro gaussiano de alto paso redefine mejor el contorno de cada gota. La manera en que el filtro hace esto es aplicando una técnica llamada convolución. Consiste en que se ubica en un píxel claro, y si consigue que los píxeles vecinos son claros, entonces los aclara aun más y si son oscuros, los oscurece aun más. Esto crea un efecto en cadena aumentando mucho el contraste de la foto y permite que la computadora pueda realizar un conteo automático de las gotas basado en la diferencia de color.

El beneficio es que no presentaría el error que presentan las máscaras que dependen de la muestra utilizada que fue utilizada primero por **Padrón y Zúñiga** (2005), ya que el resultado del filtro Gaussiano de alto paso se aplicaría a cada foto por separado y el conteo no se ve tan afectado por la diferencia en la iluminación de las fotos e inclusive funciona cuando la foto está un poco borrosa.

A manera de ejemplo se hizo una macro que aplica el filtro Gaussiano a cada foto dentro de una lista, y realiza el conteo basado en la calibración que se elija. Se estima que podría realizar hasta 1000 conteos en menos de 5 minutos, también depende de la potencia de la computadora. Se necesitaría de varios días para realizar esa cantidad de conteos de manera manual

La desventaja es que se sub-estima el tamaño de las gotas, pero el conteo es de todas formas relativo cuando se hace manual y también se sub-estima el tamaño de cada gota ya que es muy difícil seleccionar cada píxel claro en la foto.

A continuación se muestra en la Figura N° 36 y la foto cuando se le aplica el filtro gaussiano en la Figura N° 37.



Figura N° 36. Foto de la muestra original



Figura N° 37. Foto de muestra luego de aplicar filtro gaussiano