

**TRABAJO ESPECIAL DE GRADO**

**DESESTABILIZACIÓN DE EMULSIONES W/O APLICANDO  
MICROONDAS EN MATERIAL DE CRUDO EXTRA-PESADO**

Presentado ante la Ilustre  
Universidad Central de Venezuela  
Por el Br. Jarjour P., Charles R.  
Para optar al Título  
de Ingeniero Químico

Caracas, 2015

# **TRABAJO ESPECIAL DE GRADO**

## **DESESTABILIZACIÓN DE EMULSIONES W/O APLICANDO MICROONDAS EN MATERIAL DE CRUDO EXTRA-PESADO**

TUTOR ACADÉMICO: Prof. Francisco Yáñez  
CO-TUTOR ACADÉMICO: Profa. María Rodríguez

Presentado ante la Ilustre  
Universidad Central de Venezuela  
Por el Br. Jarjour P., Charles R.  
Para optar al Título  
de Ingeniero Químico

Caracas, 2015

Caracas, octubre, 2015

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 Charles Ricardo Jarjour Pinto, titulado:

**“DESESTABILIZACIÓN DE EMULSIONES W/O APLICANDO MICROONDAS EN MATERIAL DE CRUDO EXTRA-PESADO”**

Consideran que el mismo cumple con los requisitos exigidos por el plan de estudio conducente al título de Ingeniero Químico, y sin que esto signifique que se hacen solidarios con las ideas expuestas por el autor, lo declaran **APROBADO**

Prof. René Rojas  
Jurado



Prof. Rafael J. Urbina P.  
Jurado

Prof. Francisco Yáñez  
Tutor Académico

Prof. María Rodríguez  
Co-Tutor Académico

## AGRADECIMIENTOS

Debo agradecer en primer lugar a Dios y a la Virgen Santísima, por estar siempre presente en mi vida y darme la fortaleza mental para afrontar los problemas y dificultades presentados en este camino. Igualmente a mi madre y padre, pilares fundamentales de mi vida, por haberme forjado como la persona que soy y además con su ayuda, consejos, apoyo y por encima de todo el amor que me demuestran, hicieron posible poder llegar hasta aquí. Gracias a mis hermanos, Elías, Nathalie y Adriana, por creer en mí cuando la situación lo ameritaba, por estar a mi lado siempre brindando esa mano amiga tanto en los momentos buenos como malos.

A la Universidad Central de Venezuela, lugar que me abrió las puertas cuando más lo necesitaba, fue un segundo hogar donde logré adquirir los conocimientos necesarios para lograr esta gran meta en mi vida. A mis profesores quienes me han enseñado a ser mejor en la vida y a realizarme profesionalmente. A mis tutores María Rodríguez y Francisco Yáñez, que con su sabiduría lograron ayudarme y guiarme en este capítulo de mi vida y conseguir esta preciada meta, gracias por la paciencia y gran apoyo.

A mis amigas de toda la vida, Vanessa Z., Isabel, Carolina y Jessica, que sin importar la distancia, supieron agregar cada una su granito de arena para el cumplimiento de esta meta, su amistad es algo de mucho valor para mí, las admiro mucho y estoy agradecido con Dios por haber puesto en mi camino a unas personas tan especial como ustedes.

A mis amigos de la USB y afines, Luicho, Janny, Gabs, Andrea, Tato, Vane V., Nathalie G., Jeannie y Adrinila, las locuras, las salidas y las conversaciones se vuelven memorables, qué bueno es tener amigos como ustedes que me han ayudado a salir de los momentos difíciles que he pasado en esta vida. Nunca voy a cansarme de agradecerles por su amistad incondicional.

Esas personas que se cruzaron en mi camino durante mi estadía en la UCV, que más que compañeros de clase se convirtieron en grandes amigos y que por más años que pasen la amistad siempre perdurará, Dayana, Amanda y Bárbara, mis mejores amigas de la facultad de ingeniería, gracias por ser tan excelentes personas. Igualmente a Laura Febres, nunca podré olvidar a una persona tan maravillosa, todos los que llegamos a conocerla debemos sentirnos muy dichosos por todos los buenos momentos que pudimos compartir a su lado.

A mi familia que sin su ayuda, guía, soporte, compañía y cariño habría sido imposible terminar este trabajo y demás personas que sin intención omito, gracias por cruzarse en mi camino y hacer este recorrido tan especial.

**Jarjour P, Charles R.**

**DESESTABILIZACIÓN DE EMULSIONES W/O APLICANDO  
MICROONDAS EN MATERIAL DE CRUDO EXTRA-PESADO**

**Tutor académico: Prof. Francisco Yáñez.**

**Co-Tutor académico: Profa. María Rodríguez.**

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

**2015, 71pp.**

**Palabras claves:** Crudo extrapesado, Microondas, Desestabilización de emulsiones W/O, Coalescencia, Deshidratación de crudos, Microscopía óptica.

**Resumen.** El petróleo, es una mezcla homogénea de compuestos orgánicos, principalmente hidrocarburos insolubles en agua, sin embargo éste logra formar emulsiones estables con el agua en el proceso de exploración y producción, trayendo como consecuencia problemas de proporciones significativas para el área petrolera. Por lo tanto, se busca entonces analizar el comportamiento de las emulsiones W/O al ser expuestos a radiación de microondas, concretamente para el crudo extrapesado. Para desestabilizar las emulsiones se utiliza el campo electromagnético proveniente del microondas, éste interactúa con las gotas de agua presentes en la muestra produciendo la coalescencia de las mismas y separando una determinada cantidad de agua del crudo. Se prepararon emulsiones con 20, 30 y 40% de volumen de agua respectivamente y se hicieron pasar por el microondas a diferentes tiempos de exposición, donde se obtuvo un porcentaje de separación de agua en alrededor de 60 a 40% en general para tiempos de residencia en el microondas de 40 a 30 segundos. Se determinó que el uso del microondas ayuda significativamente a la desestabilización de la emulsiones W/O para el crudo extrapesado, comparándolo con un proceso de centrifugación y se recomienda combinar la experiencia con el uso de medios coalescedores y un tratamiento químico que ayude a lograr una mejor separación.

## ÍNDICE DE CONTENIDO

<b>ÍNDICE DE CONTENIDO</b> .....	vii
ÍNDICE DE FIGURAS.....	ix
ÍNDICE DE TABLAS .....	xii
INTRODUCCIÓN .....	1
<b>I. FUNDAMENTOS DE LA INVESTIGACIÓN</b> .....	2
I.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	2
I.2 ANTECEDENTES.....	3
I.3 OBJETIVOS .....	7
I.3.1 Objetivo general .....	7
I.3.2 Objetivos específicos .....	7
<b>II. MARCO TEÓRICO</b> .....	8
II.1 CARACTERÍSTICA DEL PETRÓLEO.....	8
II.1.1 Densidad.....	8
II.1.2 Volatilidad.....	8
II.1.3 Viscosidad .....	9
II.2 EMULSIÓN.....	9
II.3 FORMACIÓN Y ESTABILIDAD DE EMULSIONES W/O.....	10
II.4 DEMULSIFICACIÓN DE EMULSIONES .....	12
II.5 MECANISMO DE DEMULSIFICACIÓN POR MICROONDAS.....	14
II.6 MICROSCOPIA ÓPTICA .....	16
II.7 FRACCIONAMIENTO S.A.R.A .....	17
<b>III. MARCO METODOLÓGICO</b> .....	19
III.1 PROCESO DE LAVADO QUÍMICO.....	19
III.2 CARACTERIZACIÓN DEL CRUDO .....	20
III.2.1 Determinación del porcentaje de agua.....	21
III.2.2 Determinación de agua y sedimentos en el crudo .....	22
III.2.3 Fraccionamiento S.A.R.A .....	23
III.3 PREPARACIÓN DE EMULSIONES .....	23
III.3.1 Preparación de emulsiones Agua/Crudo a 20,30 y 40 % .....	24
III.3.2 Comprobación de estabilidad de la emulsión.....	26
III.3.2.1 Determinación de agua y sedimentos en el crudo.....	26

III.3.2.2	Determinación del porcentaje de agua .....	26
III.3.2.3	Distribución de tamaño de gota .....	27
III.4	APLICACIÓN DE MICROONDAS .....	27
III.4.1	Proceso de deshidratación sin aplicación de microondas .....	28
III.4.2	Proceso de deshidratación aplicando radiación de microondas .....	28
III.4.2.1	Barrido de tiempo para obtención del punto de exposición máximo	28
III.4.2.2	Pruebas a diferentes porcentajes de tiempo .....	30
III.4.2.3	Pruebas a diferentes niveles de potencia .....	30
<b>IV.</b>	<b>RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS .....</b>	<b>31</b>
IV.1	CARACTERÍSTICAS DEL CRUDO .....	31
IV.1.1	Agua en crudo por destilación.....	31
IV.1.2	Fraccionamiento SARA del crudo.....	32
IV.1.3	Determinación de Aguas y Sedimentos .....	33
IV.2...	FORMULACIÓN DE EMULSIONES EN PORCENTAJES DE 20, 30 Y 40 % V/V.....	34
IV.2.1	Agua en emulsión por destilación .....	35
IV.2.2	Distribución del tamaño de gota y estabilidad de las emulsiones .....	36
IV.2.3	Determinación de agua y sedimentos a las emulsiones. ....	39
IV.3	TIEMPO DE EXPOSICIÓN MÁXIMO.....	41
IV.3.1	Variación del tiempo de exposición .....	42
IV.3.2	Variación de la potencia.....	54
IV.4	COMPARACIÓN EN LA DESESTABILIZACIÓN DE LAS EMULSIONES SIN APLICACIÓN DEL MICROONDAS Y LAS SOMETIDAS AL MISMO .....	57
<b>IV.</b>	<b>CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES .....</b>	<b>58</b>
V.1	CONCLUSIONES .....	66
V.2	RECOMENDACIONES .....	68
<b>BIBLIOGRAFÍA</b>	.....	<b>70</b>

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura No. 1. a) Emulsión O/W. b) Emulsión W/O .....	10
Figura No. 2. Demostración de Coalescencia .....	12
Figura No. 3. Características de absorción de microondas para materiales conductores, aislantes y absorbentes .....	15
Figura No. 4. Irradiación por microondas, mecanismo de demulsificación W/O .....	16
Figura No. 5. Esquema experimental general de la investigación.....	19
Figura No. 6. Esquema experimental del proceso de lavado químico de los instrumentos. ....	20
Figura No. 7. Esquema experimental del proceso de caracterización del crudo. ....	20
Figura No. 8. Esquema experimental del proceso de preparación de las emulsiones. ....	24
Figura No. 9. Esquema experimental del proceso de aplicación de microondas. ....	27
Figura No. 10. Procedimiento del barrido de tiempo para la obtención del punto de exposición máxima. ....	28
Figura No. 11. Trampa de destilación para prueba de agua por destilación al crudo BARE. ....	31
Figura No. 12. Crudo BARE. a) Resultado obtenido luego de la centrifugación para la muestra 1. ....	33
Figura No. 13. Emulsión 20%. a) Resultado obtenido sin centrifugación. b) Resultado obtenido luego de la centrifugación. ....	38
Figura No. 14. Emulsión 30%. a) Resultado obtenido sin centrifugación. ....	39
Figura No. 15. Emulsión 40%. a) Resultado obtenido sin centrifugación. ....	39
Figura No. 16. Ejemplo de capas formadas en la muestra luego del proceso de centrifugación .....	40
Figura No. 17. Resultados de la centrifugación. a) Emulsión al 20%. b) Emulsión al 30%. c) Emulsión al 40% .....	41
Figura No. 18. Porcentaje de separación en función del tiempo de irradiación al 100% de potencia para la emulsión con 40% de agua. ....	45

Figura No. 19. Fotos de los resultados de la prueba de centrifugación para las variaciones del tiempo máximo de exposición para la emulsión con 40% de agua, especificando la evolución del agua separada. ....	46
Figura No. 20. Porcentaje de separación en función del tiempo de irradiación al 100% de potencia para la emulsión con 30% de agua.....	48
Figura No. 21. Fotos de los resultados de la prueba de centrifugación para las variaciones del tiempo máximo de exposición para la emulsión con 30% de agua, especificando la evolución del agua separada. ....	49
Figura No. 22. Porcentaje de separación en función del tiempo de irradiación al 100% de potencia para la emulsión con 20% de agua. ....	51
Figura No. 23. Fotos de los resultados de la prueba de centrifugación para las variaciones del tiempo máximo de exposición para la emulsión con 20% de agua, especificando la evolución del agua separada. ....	52
Figura No. 24. Porcentaje de separación en función del tiempo de irradiación al 100% de potencia para las tres emulsiones preparadas. ....	53
Figura No. 25. Emulsión del 20%. Porcentaje de separación de agua en función de la variación de la potencia para un tiempo de exposición de 19 segundos.....	55
Figura No. 26. Emulsión del 30%. Porcentaje de separación de agua en función de la variación de la potencia para un tiempo de exposición de 39 segundos.....	56
Figura No. 27. Emulsión del 40%. Porcentaje de separación de agua en función de la variación de la potencia para un tiempo de exposición de 39 segundos.....	56
Figura No. 28. Emulsión con 40% de agua. Distribución acumulada de tamaño de gota de la muestra sin recibir microondas y la separación obtenida aplicando la radiación por 39 segundos y 1000 W de potencia. ....	59
Figura No. 29. Emulsión con 30% de agua. Distribución acumulada de tamaño de gota de la muestra sin recibir microondas y la separación obtenida aplicando la radiación por 39 segundos y 1000 W de potencia. ....	61
Figura No. 30. Emulsión con 20% de agua. Distribución acumulada de tamaño de gota de la muestra sin recibir microondas y la separación obtenida aplicando la radiación por 19 segundos y 1000 W de potencia. ....	61

Figura No. 31. Emulsión 20%. a) Resultado obtenido sin microondas. b) Resultado obtenido luego del microondas.....	62
Figura No. 32. Emulsión 30%. a) Resultado obtenido sin microondas. b) Resultado obtenido luego del microondas.....	63
Figura No. 33. Emulsión 40%. a) Resultado obtenido sin microondas. b) Resultado obtenido luego del microondas.....	63
Figura No. 34. . Imagen del tope de las muestras al final de la centrifugación para la emulsión con 20% de agua.....	64

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla No. 1 Caracterización del crudo BARE. ....	32
Tabla No. 2. Resultados obtenidos luego de la centrifugación para el crudo BARE. 33	
Tabla No. 3. Densidad promedio del crudo “BARE”. ....	34
Tabla No. 4. Cálculo del agua necesaria para realizar las emulsiones. ....	35
Tabla No. 5. Prueba de agua por destilación para las emulsiones preparadas. ....	36
Tabla No. 6. Descripción de parámetros utilizados ....	37
Tabla No. 7. Demostración de estabilidad de las emulsiones. ....	37
Tabla No. 8. Resultados obtenidos luego de la centrifugación para las diferentes emulsiones. ....	40
Tabla No. 9. Tiempo de exposición máxima para las diferentes emulsiones. ....	42
Tabla No. 10. Variación de tiempo de exposición para la emulsión con 40% de volumen de agua. ....	43
Tabla No. 11. Resultados de la centrifugación para la emulsión con 40% de volumen de agua en la zanahoria. ....	44
Tabla No. 12. Variación de tiempo de exposición para la emulsión con 30% de volumen de agua. ....	47
Tabla No. 13. Resultados de la centrifugación para la emulsión con 30% de volumen de agua en la zanahoria. ....	48
Tabla No. 14. Variación de tiempo de exposición para la emulsión con 20% de volumen de agua. ....	50
Tabla No. 15. Resultados de la centrifugación para la emulsión con 20% de volumen de agua en la zanahoria. ....	50
Tabla No. 16. Tiempos óptimos de separación para las distintas emulsiones. ....	54
Tabla No. 17. Resultados volumétricos obtenidos con el 30 y 60% de la potencia máxima para la emulsión con 20% de volumen de agua. ....	54
Tabla No. 18. Resultados volumétricos obtenidos con el 30 y 60% de la potencia máxima para la emulsión con 30% de volumen de agua. ....	54

Tabla No. 19. Resultados volumétricos obtenidos con el 30 y 60% de la potencia máxima para la emulsión con 40% de volumen de agua. ....	55
Tabla No. 20. Resultados obtenidos del análisis de microscopía aplicando y sin aplicar microondas. ....	57
Tabla No. 21. Factor de desestabilización .....	58
Tabla No. 22. Factor de desestabilización para las emulsiones preparadas. ....	58

## INTRODUCCIÓN

La deshidratación de crudos es el proceso mediante el cual se separa el agua asociada con el crudo, ya sea en forma emulsionada o libre, hasta lograr reducir su contenido a un porcentaje previamente especificado. Una parte del agua producida por el pozo petrolero, llamada agua libre, se separa fácilmente del crudo por acción de la gravedad, tan pronto como la velocidad de los fluidos es suficientemente baja. La otra parte del agua está íntimamente combinada con el crudo en forma de una emulsión de gotas de agua dispersadas en el aceite, la cual se llama emulsión agua/aceite (W/O). Es necesario entonces emplear un proceso para lograr separar el agua acumulada en dichas emulsiones a través de agentes externos diferentes a la gravedad.

Este tipo de emulsiones han sido objeto de muchos estudios desde el primer momento en que fue identificado el problema en la industria petrolera, y para su eliminación se requieren de diferentes métodos que permiten obtener crudo dentro de las especificaciones de venta nacional e internacional como por ejemplo, presentar un contenido de agua y sedimento menor a 1,0%. En el método de deshidratación estándar, se utiliza el calentamiento convencional, como procedimiento para acelerar la coalescencia y separación de las fases dispersas. Sin embargo, el tiempo de análisis es prolongado. Los estudios han demostrado que el calentamiento asistido por microondas ha menguado los tiempos de análisis logrando un alto contenido de agua separada desde la emulsión. Es por ello el interés de estudiar los procesos de deshidratación vía irradiación con microondas.

El lograr calentar un crudo determinado en un período corto, permite optimizar y mejorar los procesos termo-químicos que son en definitiva los principales métodos usados para el manejo y adecuación para la venta de un hidrocarburo energético. El tratamiento termoquímico que se aplica a los crudos pesados tiene un período largo, por ende, el aumento en la eficiencia de la deshidratación se traduce en ganancias para la empresa, ya que los costos disminuyen debido al menor tiempo de almacenamiento del crudo.

# CAPÍTULO I

## FUNDAMENTOS DE LA INVESTIGACIÓN

### I.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

El Petróleo, también conocido como crudo, es un combustible fósil o mineral líquido cuyo origen se ha atribuido a los organismos marinos que se depositaron en la corteza de la tierra hace millones de años y posteriormente transformados (bajo condiciones anaerobias, alta temperatura y presión extremas) en el mineral que es en la actualidad, muy valioso para la tecnología moderna y la economía mundial (Raisin, 2011). El petróleo es indudablemente el recurso energético número uno a nivel mundial, la demanda actual y el hecho que se espera que la demanda aumente en las décadas que vienen, hace crucial que la industria de exploración y producción idee medios para mejorar la obtención del mismo. Una forma de alcanzar esto es reduciendo los despilfarros y las ineficacias totales asociadas a las emulsiones de agua-crudo. En la industria petrolera, la formación de emulsiones de agua en el crudo es un problema de proporciones significativas, el efecto asociado a este fenómeno incluye la disminución en la eficiencia de recuperación del crudo, altos costos de bombeo y el problema concomitante de la corrosión en tuberías y equipos.

En el área petrolera, las emulsiones ocurren en dos formas básicas: aceite-agua (O/W) y agua-aceite (W/O). De los mencionados anteriormente, sólo se está interesado en las emulsiones W/O, ya que más del 95% de las emulsiones de aceite y crudo formadas en el campo del petróleo son del tipo W/O (Ali & Alqam, 2000). Durante la producción y el procesamiento de petróleo, la formación de emulsiones estables son completamente indeseable, sin embargo, el hecho que no ocurra es inevitable.

En términos generales, una emulsión es un sistema heterogéneo, que contiene al menos un líquido inmiscible íntimamente disperso en otro líquido en forma de gotas de diámetro en el intervalo de 0,1-20 micras, y estabilizado por un agente emulsionante. Para el caso específico de la emulsión de W/O, los agentes

estabilizantes incluyen los asfaltenos, resinas y ceras. Las gotas dispersas se conocen como la fase interna, mientras que el líquido que rodea las gotas dispersas se conoce como la fase externa o continua (Lissant, 1988).

La característica más importante de cualquier emulsión viene dada por su estabilidad, es decir, la capacidad de resistir la separación de su fase dispersa a partir de su fase continua cuando se somete a la influencia de un estímulo externo, este estudio busca principalmente investigar los efectos de la irradiación de microondas sobre la estabilidad de las emulsiones de agua en el crudo extra pesado y cómo se comportan las diferentes relaciones de volumen de agua y crudo con este proceso, para determinar la eficacia de separación de agua alcanzable por este enfoque de demulsificación, lo cual no es más que la deslocalización de los emulsionantes naturales o no, de la interface agua-aceite.

Sobre la base de lo expuesto anteriormente y aunado a que Venezuela cuenta con las mayores reservas probadas de petróleo del mundo y la mayoría de éste se encuentra en la faja petrolífera del Orinoco, siendo una extensa zona rica en petróleo pesado y extra-pesado, es necesario un estudio experimental para determinar cómo el problema de la emulsión puede ser tratado mediante irradiación con microondas y de manera importante, como este método de demulsificación pueda influenciar en las características de las emulsiones W/O del crudo venezolano.

## **I.2 ANTECEDENTES**

En este capítulo se mencionarán algunos trabajos de investigación relacionados con el tema, que servirán como base teórica y aportes esenciales para el desarrollo de este proyecto.

- **Klaila, W. J, 1978. Method and apparatus for controlling fluency of high viscosity hydrocarbon fluids.**

Es la primera publicación conocida de la utilización de la tecnología de microondas para la separación de emulsiones, consiste en un método y aparato para controlar la fluidez de los fluidos hidrocarbonados a través de ondas electromagnéticas generadas

por una fuente de alimentación. La energía electromagnética se convierte en energía térmica dentro del fluido de hidrocarburo para controlar su fluidez.

- **Wolf, N. O., 1986. Use of microwave radiation in separating emulsion and dispersion of hydrocarbons and water.**

Se estableció que la irradiación de microondas proporciona una eficiencia mucho más alta en la ruptura de emulsiones agua-aceite cuando se compara con calentamiento térmico convencional. El autor también demostró que el uso de irradiación de microondas para el propósito de demulsificación W/O fue más eficaz en el tratamiento de emulsiones cuando el contenido en peso de aceite era de 50% o mayor.

- **Fang, C. S., Chang, B. K. L., Lai, P. M. C., Klaila, W. J., 1988. Microwave demulsification.**

Los autores presentaron un modelo de demulsificación de relaciones 1:1 y 3:7 para sistemas de W/O a escala de laboratorio y de campo. Una prueba de campo se llevó a cabo en 188 barriles de emulsión agua-aceite en los tanques, y la emulsión se separó en 146 barriles de petróleo y 42 barriles de agua clara. El resultado indicó que el porcentaje de agua separada de las emulsiones fue mayor que 80%.

- **Fang, C. S., Lai, P. M. C., 1995. Microwave heating and separation of water-in-oil emulsion.**

Los resultados de laboratorio y de campo mostraron que existe una misma distribución de temperatura a través de toda la muestra cuando se le aplica irradiación por microondas al material estudiado; estableciendo o reforzando el hecho de que con la aplicación de este método el calentamiento volumétrico es alcanzable.

- **Chan, C. C., Chen, Y. C., 2002. Demulsification of W/O emulsions by microwave radiation.**

En este trabajo, un método novedoso de demulsificación por microondas se aplica primero en el sistema de emulsión en membrana líquida (ELM) para estudiar el fenómeno de romper la emulsión W/O. Después de exponer la emulsión al campo electromagnético de microondas (EM), la rotación molecular y la conducción iónica

debido a la penetración de la EM en la emulsión, los resultados mostraron que tanto la tasa de demulsificación y la eficiencia de separación aumentaron con el aumento de tamaño de las gotas.

- **Jemaat, Z., Yunus, R.M., Ripin, A., Hamza, H.A., Che Man, R., Jusoh. M., 2004. Microwave assisted demulsification of water-in-crude oil emulsions.**

Proponen un método integrado que incluye el uso de irradiación de microondas y desemulsificante químico. El resultado muestra que este tipo de técnicas integradas pueden acelerar la tasa de demulsificación en emulsión de agua-aceite; y esta aceleración es dependiente de factores tales como el tiempo de exposición a las microondas, la concentración del agente desemulsificante (químico) y la relación de agua-aceite en la emulsión.

- **Padrón, A., Zúñiga, P., 2005. Aplicación de la técnica de microscopía óptica para la caracterización de sistemas dispersos formados por crudo, agua y sólidos.**

En este trabajo de grado, se propone un método de caracterización de las fosas de producción Acema-100, Guara-2 y Merey-31 (San Tomé, Edo. Anzoátegui). Utilizan la técnica de microscopía óptica, para así poder determinar la distribución del tamaño de gota y además la cantidad de agua en forma de gotas aglomeradas y gotas no aglomeradas, así como también los residuos presentes en estas muestras. Obtienen un resultado de gran importancia, ya que proponen valores que se emplearán para establecer comparaciones importantes con los datos obtenidos.

- **Anisa, A.N.I., Nour, A.H., 2009. Emulsion Separation Rate Enhancement via Microwave Heating Tech.**

En su estudio experimental, utilizan un proceso de microondas en “batch” para investigar las propiedades dieléctricas y las propiedades de calentamiento volumétrico de la irradiación de microondas con respecto a la relación de volumen de fases (agua/aceite) y tiempo de radiación variable. Los resultados mostraron que la

relación de fases y la tasa de aumento de la temperatura disminuyen las propiedades dieléctricas y el calor generado volumétrico.

- **Huda, S.N., Nour, A.H., 2011. Microwave Separation of Water-In-Crude Oil Emulsions.**

Investigaron la estabilidad de emulsiones en crudo utilizando agentes surfactantes de diferentes concentraciones a distinta proporción en volumen de emulsión agua-aceite, y así se examinó el rendimiento de la aplicación de microondas en la demulsificación de las emulsiones en comparación con los métodos convencionales. Los resultados mostraron que la estabilidad de la emulsión se relaciona con la concentración de surfactante, tiempo de agitación, la temperatura, la proporción de eliminación de agua en el aceite y la velocidad de agitación. Los autores realizaron análisis comparativos de la demulsificación de emulsión agua-aceite utilizando irradiación de microondas y calentamiento térmico convencional comparando el porcentaje de agua separada, y la distribución de tamaño de las gotas en cada muestra del petróleo. El trabajo también se centró en el diseño de las variables independientes óptimas para experimentos de irradiación de microondas utilizando la metodología de superficie de respuesta (RSM).

- **Sorondo, A. J., 2012. Desestabilización de emulsiones w/o aplicando microondas en el material de distintas fosas.**

Plantea la deshidratación de crudos asistida por radiación de microondas, la cual se basa en el empleo de esta energía para la desestabilización de las emulsiones. Luego de la radiación las muestras se someten a un proceso de centrifugación para separar el agua producto de la aplicación de estas ondas electromagnéticas, estudiando y comparando la efectividad de cada prueba empleada. Los resultados mostraron una distribución de tamaño de gota considerablemente mayor para las muestras que recibieron microondas que para las que no recibieron ningún tipo de energía.

### **I.3 OBJETIVOS**

En base a la información presentada, en este trabajo de investigación se plantea el siguiente objetivo general y los objetivos específicos

#### **I.3.1 Objetivo general**

Analizar el comportamiento de emulsiones de agua-crudo al ser expuestos a radiación de microondas para el crudo extrapesado.

#### **I.3.2 Objetivos específicos**

- (a) Definir las características del crudo basado en las normas ASTM (ASTM D4006-81, Agua en crudo por destilación), (ASTM D4007-81, Determinación de agua y sedimentos en el crudo por centrifugación) y el fraccionamiento SARA.
- (b) Formular emulsiones de agua en el crudo en porcentajes de 20, 30 y 40% v/v.
- (c) Definir el tiempo de exposición máximo para las diferentes emulsiones preparadas.
- (d) Evaluar la influencia de la variación de la potencia del microondas y el tiempo de exposición sobre el comportamiento de las muestras y el porcentaje de separación
- (e) Comparar e interpretar la desestabilización de las emulsiones obtenida para las muestras sin aplicación de microondas y las sometidas a esta radiación.
- (f) Explicar las ventajas y desventajas de la aplicación de las microondas en la desestabilización de emulsiones W/O para el crudo extrapesado.

## **CAPÍTULO II**

### **MARCO TEÓRICO**

En este capítulo se presenta la serie de conceptos teóricos que son necesarios para el entendimiento de los aspectos involucrados en el desarrollo de este proyecto.

#### **II.1 CARACTERÍSTICA DEL PETRÓLEO**

El petróleo es una mezcla de una gran cantidad de hidrocarburos, con una cantidad variable de ceras y de bajo contenido de asfaltenos (Johansen, 1988). El contenido de carbono normalmente está en el intervalo de 83-87%, y el contenido de hidrógeno varía de 10-14%. Además, pequeñas cantidades de nitrógeno, azufre, oxígeno, níquel y vanadio se pueden encontrar en los aceites crudos (Sjöblon & Aske, 2002). Algunas de las propiedades físicas que afectan principalmente el comportamiento del crudo se describen en el siguiente apartado

##### **II.1.1 Densidad**

La densidad es la masa por unidad de volumen y también se puede expresar como la gravedad específica, que es el número de veces que el aceite es más o menos denso que el agua dulce. Todos los aceites tienen peso específico menor que 1, con excepción de algunos aceites crudos pesados (Cormack, 1999). El Instituto Americano del Petróleo ha desarrollado la escala de la gravedad API que expresa la relación de pesos de volúmenes iguales de aceite y el agua pura a una temperatura de 16 °C y una atmósfera de presión. Generalmente, el aceite denso es más viscoso, menos volátil y tiene una alta gravedad específica y menor gravedad API (Doerffer, 1992).

##### **II.1.2 Volatilidad**

Es la facilidad con la que los componentes del aceite se pierden a la atmósfera debido a la evaporación. Se representa como el porcentaje de la cantidad total de petróleo

evaporado a diferentes intervalos de temperatura. La velocidad y extensión de la pérdida de volátiles depende de la relación de superficie a volumen y, por tanto, la pérdida de volátiles aumenta para las capas delgadas de aceite en comparación con la situación con aceite a granel (Cormack, 1999).

### **II.1.3 Viscosidad**

La viscosidad es la medida de las propiedades de flujo del crudo. Baja viscosidad implica un líquido móvil y de alta viscosidad se denotan a los materiales que son resistentes a fluir, tales como los crudos extrapesados. La mayoría de los aceites crudos y productos refinados tienen viscosidades de aproximadamente de 5 a 25.000 centistokes a 15°C. La viscosidad de una emulsión se rige por los factores enumerados a continuación (Johnsen & Ronningsen, 2003):

- a) La viscosidad de la fase continua.
- b) La viscosidad de la fase dispersa.
- c) La fracción de volumen de la fase dispersa
- d) Temperatura.
- e) El tamaño de las gotas promedio y distribución del tamaño.
- f) Presencia de sólidos en adición a la fase líquida dispersa.
- g) Velocidad de deformación tangencial.
- h) La naturaleza y la concentración del agente emulsionante.

## **II.2 EMULSIÓN**

Dos líquidos inmiscibles pueden formar, cuando son sometidos a una agitación mecánica, una dispersión de pequeñas gotas de uno (llamado fase interna o dispersa) en otro (llamado fase externa o continua). Este fenómeno produce un aumento importante del área interfacial. En presencia de un surfactante, éste se adsorbe en la interfase líquido/líquido, reduciendo la tensión interfacial y formando una barrera

eléctrica, estérica y mecánica alrededor de las gotas. La dispersión así estabilizada, es llamada emulsión, cuya estabilidad puede variar desde unos segundos hasta años (Sorondo, 2012).

Generalmente, se habla de emulsión para referirse a una macroemulsión en la cual el diámetro promedio de las gotas varía entre 0.2 y 50 $\mu\text{m}$ . Una emulsión generalmente está compuesta de una fase acuosa (llamada W por “water”) y de una fase aceite u orgánica (llamada O por “oil”), y según las condiciones fisicoquímicas y las condiciones de experimentación se pueden obtener diversos tipos. El tipo de emulsión presente en el crudo es W/O, es decir, gotas de agua dispersas en una fase continua de aceite (López, 2004). En la Figura N°. 1, se aprecian los tipos de emulsión simple que es posible formar W/O y O/W.

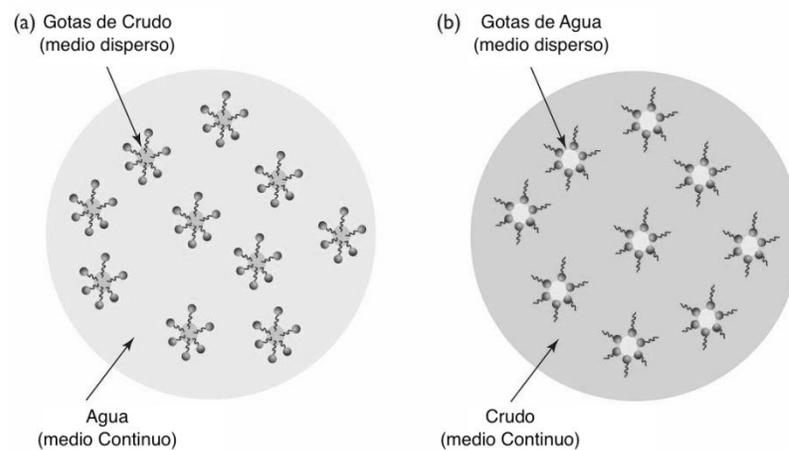


Figura No. 1. a) Emulsión O/W. b) Emulsión W/O. (Nsb Notes, 2011).

### II.3 FORMACIÓN Y ESTABILIDAD DE EMULSIONES W/O

Un agente emulsionante debe estar presente para formar emulsiones estables de W/O. Tales agentes incluyen partículas de arcilla, productos químicos añadidos o los componentes del petróleo como asfaltenos, ceras, resinas y ácidos nafténicos (Sjöblom & Aske, 2002). La física básica de emulsificación de agua en aceite se entendía en la industria de surfactantes, pero no en la industria del petróleo, actualmente se conoce que la formación de emulsiones se debe al contenido de asfaltenos y la resina del

crudo, y entre los principales factores que afectan a la estabilidad de la emulsión está la presencia de dichas sustancias (Fingas & Fieldhouse, 2003).

Las resinas se componen de moléculas polares que a menudo contienen heteroátomos, tales como nitrógeno, oxígeno o azufre. Se define como la fracción de petróleo soluble en alcanos ligeros como pentano y heptano, pero insoluble en propano líquido. Los asfaltenos son moléculas polares similares a las resinas, pero con mayor peso molecular, típicamente entre 500-1500 g/mol, estos definen la fracción del petróleo crudo precipitante en alcanos ligeros como pentano, hexano y heptano (Sjöblom & Aske, 2002).

La característica más importante de una emulsión W/O es su estabilidad. Emulsiones agua en aceite a base de crudos tienen diferentes clases de estabilidad, debido a la presencia de asfaltenos y resinas. Las cuatro clases de estabilidad son: estable, meso-estable, inestable y arrastrado. Estas cuatro clases se pueden diferenciar por la apariencia visual, así como por las mediciones reológicas. Dentro de estos cuatro estados, sólo los estables y meso-estable se pueden caracterizar como emulsiones. Las emulsiones estables poseen una alta viscosidad ya que la estabilidad se deriva de la fuerte interfaz visco-elástica causada por asfaltenos y resinas. Las emulsiones meso-estable son las que carecen de suficientes cantidades de asfaltenos para que resulten completamente estable (Fingas & Fieldhouse, 2003).

Las emulsiones inestables son aquellas que se descomponen en agua y aceite inmediatamente después de la mezcla. En ciertos casos el agua puede ser retenida por el aceite, especialmente si el aceite es viscoso. Las emulsiones inestables no muestran el mismo incremento en la viscosidad como las emulsiones estables (Fingas & Fieldhouse, 2003).

En la mayoría de las emulsiones, se observa que la estabilidad de la emulsión disminuye al aumentar la temperatura, porque a altas temperaturas la viscosidad de la fase continua disminuye con el aumento de la tasa de colisión de las gotas de la fase dispersa. Las emulsiones estables pueden tener de 20 a 80% de contenido de agua, que puede estar en la forma de pequeñas gotitas, pero cuando la temperatura aumenta,

la coalescencia se mejora y en última instancia hay separación de fases (Cormack, 1999). Por lo tanto, la formación y estabilidad de las emulsiones depende en gran medida de la temperatura, las condiciones del agua y la presencia de componentes naturales como asfaltenos, ceras y resinas.

#### II.4 DEMULSIFICACIÓN DE EMULSIONES

La demulsificación es el proceso de separación de una emulsión en sus fases constituyentes. Por lo general, esto implica dos pasos distintos:

- (a) La agregación de las gotitas.
- (b) La coalescencia de las gotitas de agregados.

En el caso de la emulsión W/O, el segundo paso (coalescencia de las gotas de agregados) es a menudo mayor por cualquier factor que permite la rotura de la película que rodea las gotitas de agua como se muestra en la Figura N° 2. Por lo tanto, el proceso de coalescencia es crucial para la separación efectiva de la emulsión.

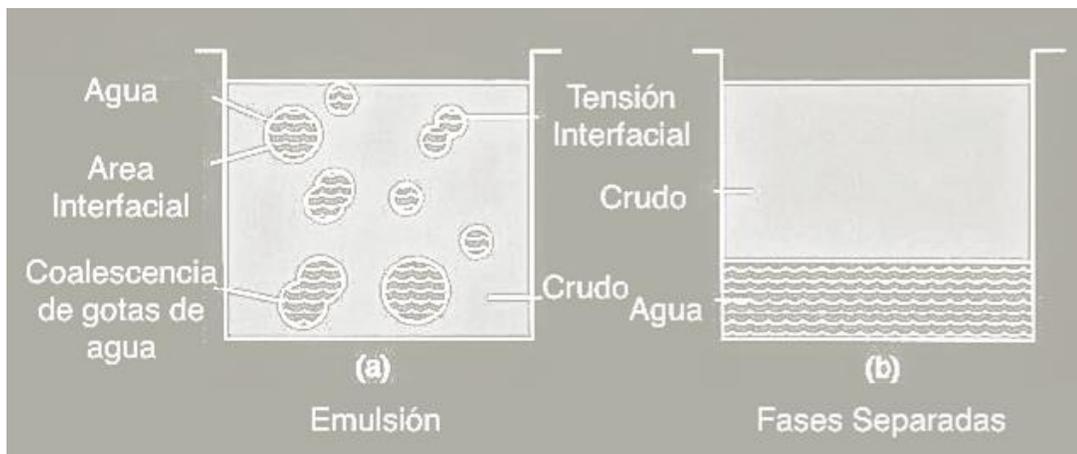


Figura No. 2. Demostración de Coalescencia. (Bishop, 2013)

La coalescencia se refiere al proceso en el que dos o más gotas se funden para formar una sola gota más grande en una forma termodinámicamente irreversible. En las teorías modernas, es generalmente descrito como la realización sucesiva de tres sub-procesos. En primer lugar, las fuerzas externas, tales como la gravedad juegan un papel importante en traer las gotitas a colisión. El segundo sub-proceso implica el

adelgazamiento de la película de líquido intersticial (fase continua) atrapado en el medio de las gotitas que se acercaban. Se observa que es este índice de adelgazamiento (segundo sub-proceso) tiene la influencia más fuerte en colisión o de otra manera; también disminuye con el incremento de la viscosidad de la fase continua, así como con la presencia de agentes surfactantes. El tercer y último subproceso se produce cuando en algún momento, la película alcanza su espesor crítico, donde cualquier alteraciones mecánicas o térmicas harán que se vuelva inestable y rompiéndose y posiblemente resultando en gotas de coalescencia (Stein, 1993).

En términos generales, la demulsificación se logra a menudo en muchos procesos industriales con la aplicación de mecánica (centrifugación, filtración y asociada a la membrana), térmica (intercambiadores de calor directo y descongelación), eléctrico (electrocoalescence), químicos reactivos (desemulsionantes) y procesos electromagnéticos (ultrasonidos y microondas de irradiación). En la literatura, estas técnicas se han empleado en diferentes espectros; para este caso se observará con detenimiento el de los procesos electromagnéticos.

La técnica de irradiación de microondas implica el uso de energía electromagnética no ionizante en la gama de frecuencias entre 300 MHz y 300 GHz para causar movimiento molecular por la migración de los iones y la rotación de los dipolos (sin causar cambios en la estructura molecular). Desde su aplicación con éxito como una técnica de separación de emulsiones por los trabajos de Klaila (1978) y Wolf (1986), su popularidad en las operaciones de separación de emulsión ha crecido con fuerza. Este hecho es evidente en el número impresionante de publicaciones interesantes en los que la aplicación de la irradiación de microondas como una técnica de separación de emulsiones ha sido emprendida.

De todas las técnicas mencionadas anteriormente, el uso de la irradiación de microondas para el propósito demulsificante ha crecido hasta convertirse en una de las técnicas más eficaces de separación de emulsiones. La popularidad de esta técnica se basa firmemente en el hecho de que no requiere la adición de productos químicos,

y lo más importante, la irradiación de microondas ofrece un lugar limpio, cómodo, no contaminantes y de alta calidad, bajo costo y efectos de calentamiento volumétrico casi uniformes que en la mayoría de veces resulta en un procesamiento más rápido y eficiente de separación. De hecho, los métodos convencionales tales como desemulsificación química y calentamiento térmico presentan una carga económica y problemas adicionales de eliminación de agua.

## **II.5 MECANISMO DE DEMULSIFICACIÓN POR MICROONDAS**

La energía de microondas es una irradiación no ionizante que causa el movimiento molecular por la migración de los iones y la rotación de los dipolos, sin causar ningún cambio estructural de las moléculas. En otras palabras, la energía es transferida desde la fuente de radiación de microondas para el material (emulsión) a través de los mecanismos de rotación dipolar y conducción iónica. La rotación dipolo es la interacción del campo eléctrico con el medio que genera calor, dando como resultado la fricción con las moléculas vecinas, mientras que la conducción iónica es el movimiento de los iones disueltos bajo la influencia de un campo eléctrico, lo que resulta un aumento de la frecuencia de colisión y la conversión de calor (Fang & Lai, 1995).

En Nour y Anisa (2012), la eficacia de la irradiación de microondas en la separación de emulsiones agua-aceite se atribuye a los siguientes efectos:

- (a) La reducción de la viscosidad de la fase continua (crudo) debido al aumento de la temperatura que favorece el contacto de las gotas de agua.
- (b) La reducción de la estabilidad de la emulsión como resultado de la rotación inducida por microondas de moléculas de agua, que neutraliza el potencial de las gotas dispersadas.
- (c) La reducción de la estabilidad de la emulsión, como resultado de romper los enlaces químicos entre las moléculas de surfactantes y las moléculas de agua.

- (d) La reducción del espesor de la película de surfactante interfacial debido a la expansión de la fase dispersa provocado por el aumento de la presión interna de las gotitas de agua durante la irradiación de microondas.

Diferentes materiales son conocidos por comportarse de forma diferente cuando se expone a microondas. Los materiales que absorben la irradiación de microondas se denominan dieléctricos, y en función de su interacción con dicha irradiación, se pueden clasificar en conductores, aisladores y absorbedores. Esta clasificación se ilustra en la siguiente Figura N° 3.

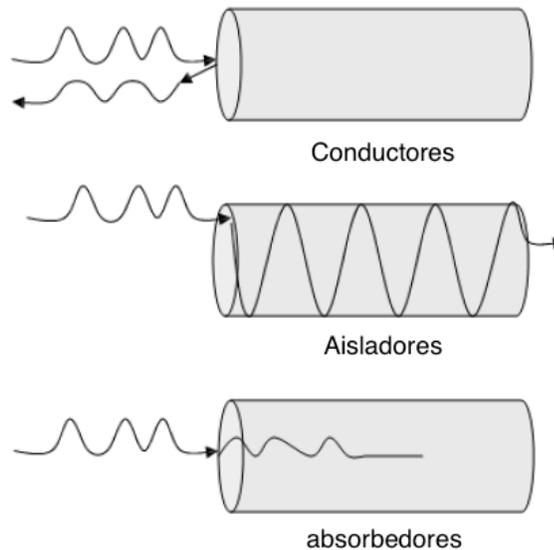


Figura No. 3. Características de absorción de microondas para materiales conductores, aislantes y absorbentes. (Jones, Lelyveld, Mavrofidis, Kingman, & Miles, 2002)

Cuando la radiación de microondas penetra en un material, la energía total absorbida por él viene dada por las propiedades dieléctricas del material. Por lo tanto, se deduce que cuando se utiliza la irradiación de microondas en las operaciones de demulsificación para materiales dieléctricos (por ejemplo, emulsión de W/O), dos mecanismos principales ocurren simultáneamente. Uno de ellos es el rápido aumento de la temperatura en la emulsión dieléctrica (que reduce la viscosidad de la emulsión), y el otro es la rotación molecular, que neutraliza el potencial debido a la reordenación de las cargas eléctricas que rodean las gotas de agua como se ilustra

esquemáticamente en la Figura N°. 4. Estos mecanismos conducen a las gotitas de agua a unirse dando como resultado la sedimentación y la separación del agua y el crudo.

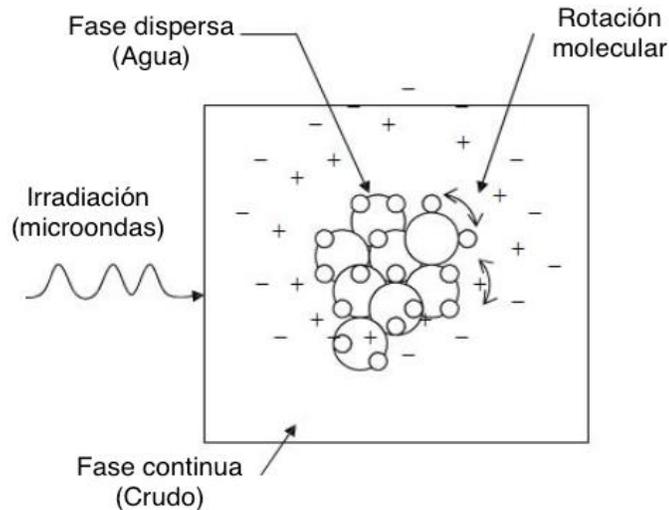


Figura No. 4. Irradiación por microondas, mecanismo de demulsificación W/O (Fang & Lai, 1995).

## II.6 MICROSCOPIA ÓPTICA

El microscopio, es un instrumento óptico destinado a observar una imagen aumentada de objetos minúsculos o detalles muy pequeños de los mismos, la combinación de sus lentes produce el efecto de que lo que se observa aparezca con dimensiones extraordinariamente aumentadas, haciéndose perceptible lo que no lo es a simple vista (Sorondo, 2012).

Al incorporar una cámara de video al microscopio, surge la técnica de la video-microscopía, la cual combina el poder de magnificación de un microscopio con la capacidad de adquisición de imágenes de la cámara de video. De una imagen o serie de imágenes, se obtiene un conjunto de datos con información de la muestra. Para el caso donde la muestra es una emulsión, la información típica que se puede encontrar en las imágenes es el estado de la muestra, geometría y dispersión, tamaño de partícula y concentración. Series de imágenes o video continuo suministran información sobre las interacciones y cinética de las gotas de procesos importantes dentro de las emulsiones, como floculación, percolación y coalescencia, los cuales

son parámetros fundamentales para el entendimiento del comportamiento de la emulsión y la estabilidad de la misma, frente a un campo eléctrico. Es por ello que, la video-microscopía se relaciona con las técnicas de análisis de imágenes, realizadas frecuentemente con la ayuda de un computador. El software de análisis de imágenes 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 (Fung, 2011). Una de estas funciones es la curva de distribución acumulada, la cual es una representación de la fracción o porcentaje de las partículas que se encuentran por debajo o por encima de cierto tamaño.

## **II.7 FRACCIONAMIENTO S.A.R.A**

El análisis S.A.R.A. consiste en determinar la composición del crudo en cuanto a Saturados, Aromáticos, Resinas y Asfaltenos en un porcentaje másico. Existen muchas variantes del análisis identificado por el acrónimo S. A. R. A. aunque no todos dan resultados equivalentes. La primera etapa del fraccionamiento, consiste en la remoción de la fracción de asfaltenos en forma cuantitativa (Sorondo, 2012).

Los asfaltenos del petróleo se separan y cuantifican por precipitación con diferentes solventes de hidrocarburos, usualmente n-parafinas. Los asfaltenos se definen como la porción del crudo insoluble en n-alcanos livianos (n-heptano), pero solubles en solventes aromáticos (tolueno). La cantidad, composición química y distribución de masa molecular del asfalteno obtenido depende de la fuente del crudo y del método de precipitación. Asfaltenos y resinas están asociados por medio de uniones hidrógeno intermoleculares, la adición del solvente precipitante probablemente rompe estas asociaciones, liberando y precipitando los asfaltenos. Las resinas, junto al resto del petróleo, constituyen los maltenos que permanecen solubles en el solvente precipitante.

Luego de separados los asfaltenos, los caminos analíticos más difundidos son tres:

- (a) Cromatografía en columna abierta de adsorción en arcilla – gel descrito en la Norma ASTM D2007–93.

- (b) Cromatografía líquida de alta presión (HPLC) con detector de Índice de Refracción.
- (c) Cromatografía en capa delgada (TLC), este método no requiere separación previa de los asfaltenos.

Luego de estos procesos, se obtiene el porcentaje másico de cada uno de los compuestos.

## CAPÍTULO III

### MARCO METODOLÓGICO

En esta sección se presentan los pasos a seguir para lograr los objetivos planteados en el presente trabajo. En primer lugar se presenta en la Figura N° 5 un esquema general del procedimiento experimental, para posteriormente explicar cada uno de los pasos detalladamente.

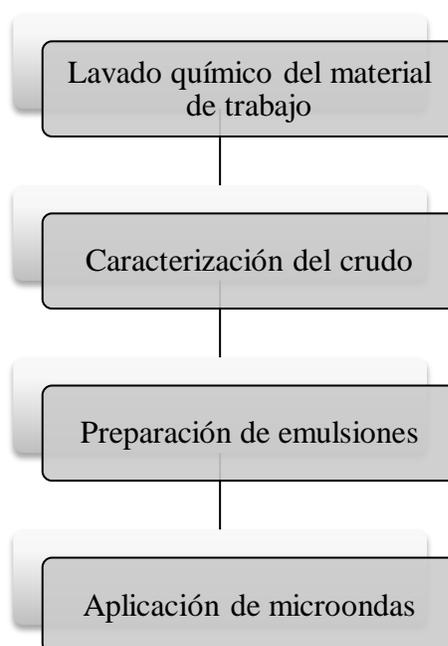


Figura No. 5. Esquema experimental general de la investigación.

#### III.1 PROCESO DE LAVADO QUÍMICO

Con el fin de garantizar que la cantidad de agua presente en los materiales utilizados sea la más baja posible, ya que el estudio depende de la cantidad de agua que presentan las muestras analizadas, es necesario realizar un exhaustivo lavado del material para eliminar toda la posibilidad de agua existente. El proceso de lavado se esquematiza a continuación en la Figura N° 6.



Figura No. 6. Esquema experimental del proceso de lavado químico de los instrumentos.

Inicialmente se lavaron los instrumentos con agua y jabón de manera tradicional, posteriormente se le agregó una pequeña cantidad de xileno y se curó los instrumentos con el mismo, procurando que el compuesto entre en contacto con las paredes del vidrio. De igual modo se realizó el procedimiento de curado con tolueno, con la finalidad de retirar los restos de xileno remanentes, esto se logra debido a la alta solubilidad que existe entre estos compuestos. Como la acetona posee una alta volatilidad, es agregada para obtener un rápido secado de los materiales.

La adición de estos compuestos se realizó dentro de la campana de extracción, por la toxicidad asociada a ellos, utilizando máscaras de seguridad para una mejor protección. Merece comentario especial, que debido a la importancia de este paso, fue necesario realizarlo en cada uno de los instrumentos que se utilizaron en la fase experimental.

### III.2 CARACTERIZACIÓN DEL CRUDO

A continuación en la Figura N°. 7 se presenta un esquema detallado de los pasos para obtener la caracterización del crudo analizado.

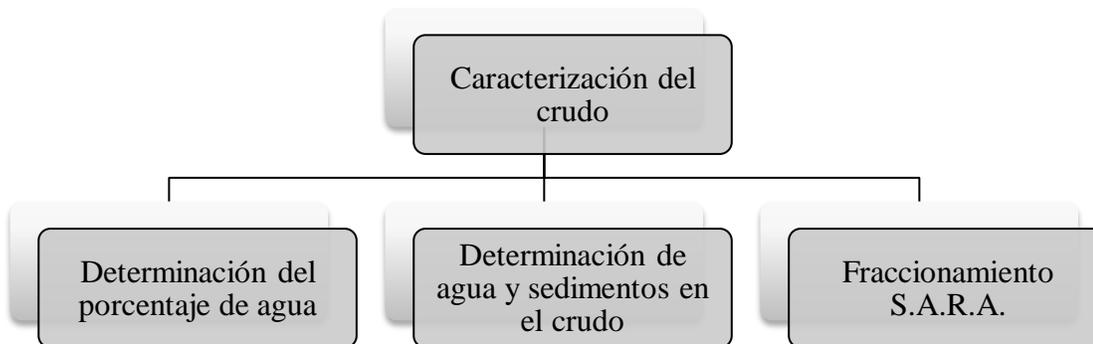


Figura No. 7. Esquema experimental del proceso de caracterización del crudo.

### III.2.1 Determinación del porcentaje de agua

Para determinar la cantidad de agua contenida en la muestra de crudo, se utilizó una técnica similar a la norma ASTM D 4006-81 “Método estándar de prueba de agua en crudo por destilación”. Los pasos a seguir se plantean a continuación:

- (a) Realizar el lavado químico del equipo tal como se planteó en el punto III.1.
- (b) Realizar el montaje del sistema, el cual consta de: una manta de calentamiento, un balón de 500 ml, una trampa o sifón graduado con incrementos de 0,025 ml y un condensador Liebig.
- (c) Hacer pasar el agua de refrigeración por los compartimientos del condensador Liebig.
- (d) En un cilindro graduado de 10 ml, agregar aproximadamente 5 ml de crudo procurando no manchar las paredes internas del cilindro.
- (e) Dentro de la campana de extracción, agregar 50 ml de tolueno saturado en un “beaker” de 100 ml y así mantener la relación 1:10 de crudo y tolueno.
- (f) Agregar el crudo y el tolueno dentro del balón, el cual debe estar reposado dentro de la manta de calentamiento. Al mismo agregar perlas de ebullición para evitar el deterioro del balón.
- (g) Iniciar el calentamiento de la manta a baja velocidad durante 30 minutos y de esta manera prevenir lesiones del equipo por un calentamiento brusco así como también posibles pérdidas de agua.
- (h) Luego de los 30 minutos, ajustar la velocidad de calentamiento a razón de descarga de destilado de 2 a 5 caídas por segundos. Continuar destilando hasta que no se observe restos de agua en ninguna parte del equipo, a excepción del sifón, y que el volumen de agua en el mismo permanezca constante por al menos 5 minutos.

Se realizó esta prueba al menos dos veces por cada muestra para asegurar la repetitividad de los resultados. El porcentaje de agua se calculó con la siguiente ecuación.

$$\% V_{h_2o} = (V_{as}/V_m) \times 100 \quad (\text{ec. 1})$$

Donde:

$\% V_{h_2o}$ : Porcentaje de agua en la muestra (%).

$V_{as}$ : Volumen de agua en el sifón graduado (ml).

$V_m$ : Volumen de la muestra de crudo tomada (ml).

### **III.2.2 Determinación de agua y sedimentos en el crudo**

Para determinar la cantidad de agua libre y de sólidos que se encuentran presentes en la emulsión se utilizó una práctica parecida a la norma ASTM D 4007-81 “Método de prueba estándar para agua y sedimentos en crudo por método centrífugo”. El procedimiento a seguir se presenta a continuación:

- (a) Agregar 5 ml de tolueno en un cilindro cónico de 15 ml (comúnmente llamado “zanahoria”), dentro de la campana de extracción.
- (b) Agregar 5 ml de crudo a la zanahoria, procurando no exceder la marca de los 10 ml del cilindro cónico y evitando que la muestra se adhiera a las paredes del envase.
- (c) Sellar la zanahoria y agitar aproximadamente 10 veces.
- (d) Colocar el cilindro cónico en un baño térmico por al menos 15 min a una temperatura de aproximadamente 60 °C, asegurando que no se encuentre sellado completamente el cilindro, ya que la presión de vapor del tolueno es el doble cuando se encuentra a esa temperatura.
- (e) Asegurar el sellado y agitar nuevamente al menos 10 veces.

- (f) Repetir los pasos desde el (a) hasta el (e) para obtener una segunda muestra a analizar y de esta manera evaluar repetitividad.
- (g) Colocar las mezclas en una centrífuga, como el equipo del laboratorio cuenta con 4 compartimientos, se deberá colocar dos zanahorias con agua destilada, permitiendo equilibrar el peso y evitar daños al mismo.
- (h) Sellar y encender la centrífuga, ajustando la velocidad a aproximadamente 2700 rpm durante 15 minutos. La selección de esta velocidad se debe a la capacidad del equipo, ya que a mayores velocidades se han presentado sobrecargas operacionales al equipo de acuerdo a trabajos anteriores (Sorondo, 2012).
- (i) Transcurrido los 15 minutos, retirar las muestras del equipo y colocarlas en una gradilla y expresar de manera cuantitativa la cantidad de agua libre y sólidos separados en la emulsión de acuerdo a las líneas rotulados de los tubos.

### **III.2.3 Fraccionamiento S.A.R.A**

La caracterización del crudo “BARE”, mediante el método de fraccionamiento S.A.R.A., fue llevado a cabo por la Ing. Blanca Arteaga en el Trabajo Especial de Grado titulado “Mitigación del H<sub>2</sub>S en la tecnología de inyección de vapor mediante el uso de formulaciones con aminas de origen natural”, esta caracterización se tomó como referencia para establecer relaciones entre los resultados obtenidos en la experimentación.

### **III.3 PREPARACIÓN DE EMULSIONES**

Para la preparación de las emulsiones fue necesario seguir pasos específicos a fin de asegurar la estabilidad y correcta formación de las muestras, es por esto que se realizarán siguiendo el procedimiento mostrado en la Figura N°. 8.



Figura No. 8. Esquema experimental del proceso de preparación de las emulsiones.

### III.3.1 Preparación de emulsiones Agua/Crudo a 20,30 y 40 %

El crudo virgen proveniente del pozo “BARE” fue llevado al sistema de emulsión el cual consta de un baño térmico a una temperatura de 70°C para asegurar su fluidez y la formación de una emulsión efectiva. Se cuenta con un agitador de hélice cuyo material es boro silicato, una bureta con la cual se agregará el agua, un envase de aproximadamente 500 ml y dos soportes universales cuya función es sostener tanto el envase como la bureta.

Para obtener la cantidad de agua necesaria que permita cumplir con uno de los objetivos del presente trabajo, es necesario conocer la cantidad de agua que posee el material estudiado, este procedimiento se explicó en la sección III.2.1. Una vez conocido el porcentaje de agua se procede a agregar en el envase, aproximadamente 100g de crudo, de la siguiente manera:

- (a) Pesar el envase vacío.
- (b) Agregar la cantidad necesaria del crudo para que el peso sea aproximadamente 100g.
- (c) Pesar nuevamente el envase con el crudo.

Con la siguiente ecuación se obtendrá la cantidad exacta de crudo que se encuentra depositado en el recipiente.

$$m_c = m_{bc} - m_b \quad (\text{ec. 2})$$

Donde:

$m_c$ : Masa del crudo en el vaso precipitado (g).

$m_{bc}$ : Masa del envase con el crudo (g).

$m_b$ : Masa del envase vacío (g).

Una vez conocido la cantidad de crudo que se encuentra en el vaso, con el uso de la densidad del crudo, se obtiene el volumen del material a estudiar. Para conocer el volumen de agua presente en la muestra basta con multiplicar el volumen total del crudo pesado con el porcentaje de agua obtenido en la ecuación 1, de la siguiente manera:

$$V_{am} = V_{mp} \times (\% V_{h_2o}/100) \quad (\text{ec. 3})$$

Donde:

$V_{am}$ : Volumen de agua en la muestra pesada (ml).

$\% V_{h_2o}$ : Porcentaje de agua en la muestra (%).

$V_{mp}$ : Volumen de la muestra de crudo pesada (ml).

Para conocer cuánta agua debe agregarse a fin de cumplir a cabalidad los requisitos planteados en la primera parte del presente trabajo es necesario realizar los siguientes cálculos.

$$V_{msa} = V_{mp} - V_{am} \quad (\text{ec. 4})$$

$$V_a = V_{msa} \times F \quad (\text{ec. 5})$$

$$V_{aa} = V_a - V_{am} \quad (\text{ec. 6})$$

Donde:

$V_{msa}$ : Volumen de crudo sin agua (ml).

$V_a$ : Volumen de agua necesaria para obtener el porcentaje v/v de agua deseado (ml).

F: Factor para determinar el volumen de agua necesario, para el caso de 20% es 0,25, en el de 30% es 0,43 y para el 40% es igual a 0,67 (adim).

$V_{aa}$ : Volumen de agua a agregar (ml).

Conocido el volumen final de agua que se debe agregar para los diferentes casos planteados se introduce el envase con la muestra en un baño térmico sujetándolo con un soporte universal, hasta una profundidad en donde el agua cubra el espacio ocupado por la muestra de crudo. Se coloca en una bureta la cantidad de agua determinada en la ecuación 6 y se sujeta al segundo soporte universal de manera que las gotas de agua logren caer en el centro del envase.

Se debe encender la agitación a una velocidad media de 6000 rpm, regulada por el medidor que posee el agitador eléctrico dispuesto en el laboratorio, se abrirá el paso de la bureta de manera tal que la incorporación del agua destilada tenga una caída aproximada de 5-6 gotas por minuto (Fingas & Fieldhouse, 2003). Una vez culminada la agitación se dejar reposar la emulsión por 24 horas.

### **III.3.2 Comprobación de estabilidad de la emulsión**

#### III.3.2.1 Determinación de agua y sedimentos en el crudo

Para determinar la cantidad de agua libre y de sólidos que se encuentran presentes en la emulsión se utilizó de igual forma que en la sección III.2.2 la técnica basada en la norma ASTM D 4007-02.

#### III.3.2.2 Determinación del porcentaje de agua

Para determinar la cantidad de agua contenida en la muestra de crudo, se empleó como en la sección III.2.1 una técnica similar a la norma ASTM D 4006-81.

### III.3.2.3 Distribución de tamaño de gota

Este procedimiento se llevó a cabo mediante el uso del microscopio óptico marca NIKON MED-600 que conectado a una cámara digital permite mostrar y digitalizar las imágenes obtenidas en el microscopio; a su vez, las imágenes fueron procesadas con el software Image Pro Plus 6.0 (Media Cybernetics) cuya licencia fue adquirida por el Laboratorio de Separaciones Mecánicas de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad Central de Venezuela. Este software permite llevar a cabo el conteo de las gotas y distribución de tamaño de las mismas, en las diferentes muestras a ser analizadas. El aumento del lente será de 20X, ya que se han demostrado que con la selección de esta magnitud se han llegado a obtener muy buenos resultados (Padrón & Zúñiga, 2005).

## III.4 APLICACIÓN DE MICROONDAS

En esta sección, se muestra el procedimiento experimental a llevar a cabo para lograr la deshidratación del crudo con la aplicación de la radiación por microondas y la comparación con el proceso de separación sin la aplicación del mismo. En la figura N°. 9 se muestra el esquema de los procesos antes mencionados.

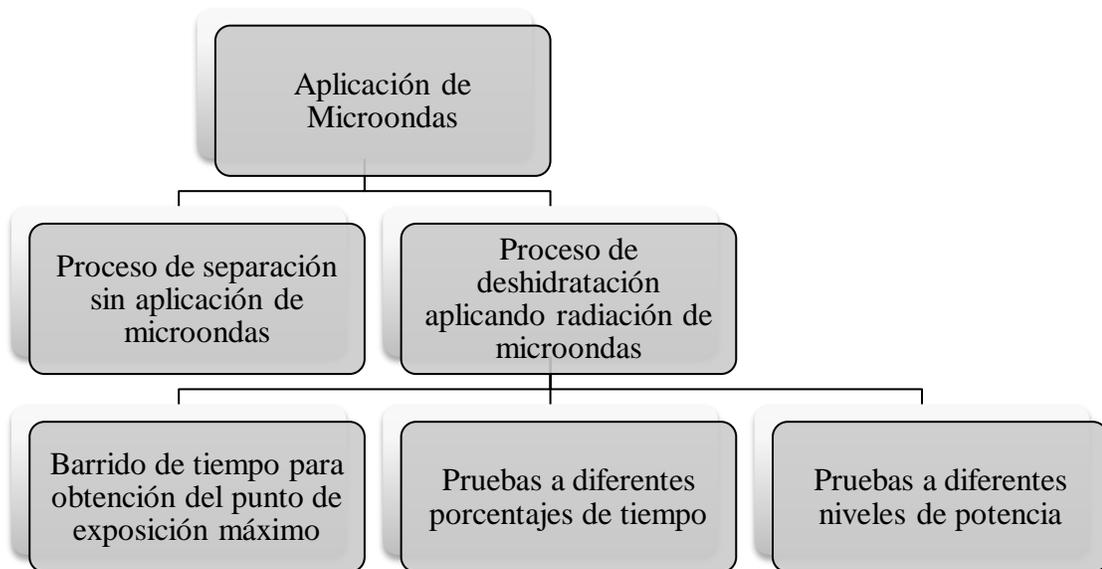


Figura No. 9. Esquema experimental del proceso de aplicación de microondas.

### III.4.1 Proceso de deshidratación sin aplicación de microondas

Este proceso de separación sin aplicación de radiación por microondas, consta básicamente en llevar a cabo la experiencia parecida la norma ASTM D 4007-81 (sección III.2.2), que ya fue explicada anteriormente. Los datos obtenidos de esta sección son utilizados para comparar resultados entre los procesos donde se le aplica radiación a las muestras y este procedimiento, con la finalidad de estudiar y entender la influencia de estas ondas en la demulsificación de crudos.

### III.4.2 Proceso de deshidratación aplicando radiación de microondas

La demulsificación del crudo con la aplicación del microonda se realizó por medio de tres experiencias, en primera instancia se determinó un tiempo máximo de exposición con la potencia máxima del microondas, en el cual se desea que la muestra no alcance la evaporación del agua, obtenido este tiempo se procedió a variar la potencia del equipo para observar las variables afectadas por la disminución de este factor y finalmente se estudió como afecta la variación del tiempo de exposición cuando la potencia está en el límite.

#### III.4.2.1 Barrido de tiempo para obtención del punto de exposición máximo

En la Figura N°. 10 se presentan los pasos a realizar para la obtención del punto máximo de exposición, explicando posteriormente cada paso a ejecutar.

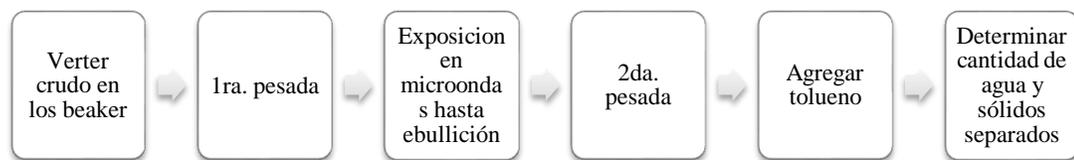


Figura No. 10. Procedimiento del barrido de tiempo para la obtención del punto de exposición máxima.

Se agregó el crudo en los “beaker” de 100 ml, ayudándose del baño térmico para garantizar la fluidez del petróleo; se adicionó aproximadamente 10 g de la emulsión

para la exposición al microondas, previniendo así tener el material necesario para las pruebas posteriores. Se utilizan los vasos precipitados ya que poseen dos factores determinantes para la realización del experimento: primero agrega comodidad en la ejecución de la radiación y segundo, garantiza uniformidad en la exposición de dicha radiación. Se realizó el procedimiento para cada una de las muestras emulsionadas y se identificaron los vasos con el nombre de cada una.

El pesado se llevó a cabo utilizando una balanza digital. En primer lugar se pesaron los “beaker” vacíos y luego con la emulsión. Por diferencia de masa se determinó la cantidad del hidrocarburo contenida en cada uno.

En la aplicación de la radiación por microondas el equipo utilizado fue un microondas casero marca “Midea” con una potencia máxima de salida de 1000 Watts, y una frecuencia de 2450 MHz, valor predilecto en el cual se encuentran los microondas caseros (Mutyala, Fairbridge, Paré, Bélanger, Ng, & Hawkings, 2009). Cuenta además con un panel de control que permite establecer el tiempo de exposición y manipular el nivel de potencia.

Conocida la cantidad de emulsión contenida en cada “beaker”, se procedió a introducir dicha muestra en el microondas, específicamente en el centro del plato giratorio (Chan & Chen, 2002); en principio no se definió un tiempo determinado de exposición, sino que se aplicó radiación con la potencia máxima a diferentes muestras con tiempos de residencia diferentes, de forma ascendente y con intervalo de 20 segundos, de modo lograr alcanzar un delta donde el tiempo final de exposición sea justo en el momento que se logre observar burbujeo y el tiempo más bajo sea el tiempo tomado antes de alcanzar dicho tiempo final. Luego de determinar el delta de tiempo, se procedió a realizar el barrido respectivo por el cual determinó el tiempo de exposición máximo.

La siguiente pesada se realizó como se explicó anteriormente y del cual se obtuvo el porcentaje de agua evaporada con la siguiente ecuación:

$$\% \text{Agua}_{\text{evap}} = [(m_o - m_f) / m_o] \times 100 \quad (\text{ec. 7})$$

Donde:

$\% \text{Agua}_{\text{evap}}$ : Porcentaje de agua evaporada (%).

$m_f$ : Masa de la muestra después de la irradiación (g).

$m_o$ : Masa inicial de la muestra, antes de la irradiación (g).

Una vez obtenido el porcentaje de agua evaporada se determinó la distribución del tamaño de gota con el procedimiento explicado en la sección III.3.2.3. Los pasos siguientes de agregar tolueno y determinar la cantidad de agua y sólidos separados, corresponden a la aplicación explicado anteriormente en el punto III.2.2.

#### III.4.2.2 Pruebas a diferentes porcentajes de tiempo

El procedimiento experimental para las pruebas a diferentes porcentajes de tiempo, se realizó bajo las mismas características que el procedimiento anterior, con la diferencia que al someter la muestras a la radiación de microondas, ya se conocía el valor del punto máximo de exposición de las muestras, por lo que se empleará pruebas al 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 y 90% del valor del tiempo máximo, con el mismo nivel de potencia.

#### III.4.2.3 Pruebas a diferentes niveles de potencia

Igualmente las pruebas a diferentes niveles de potencia se realizaron conocidos los valores de los pasos mencionados anteriormente, pero esta vez manteniendo el tiempo óptimo de exposición logrado en el punto anterior y alterando la potencia, utilizando un 30% y 60% de la potencia máxima. La variación de la potencia se logra a través del panel de control del microondas. Se utilizó estos porcentajes de potencia para abarcar lo más posible el rango de la potencia permitida por el equipo sin excederse en el número de pruebas a realizar.

## CAPÍTULO IV

### RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En esta sección se presentan cada uno de los resultados obtenidos, para el cumplimiento de los objetivos en el inicio del Trabajo Especial de Grado.

#### IV.1 CARACTERÍSTICAS DEL CRUDO

Una vez realizados los pasos descritos en el marco metodológico, para la caracterización del crudo a estudiar, se generó la siguiente información.

##### IV.1.1 Agua en crudo por destilación

Se llevó la prueba a cabo para el crudo del campo “BARE”, tomando como referencia la norma ASTM D4006-81. Se introdujo el crudo en el baño térmico para garantizar la fluibilidad y así poder facilitar la medida del volumen inicial del crudo. El montaje de la experiencia se realizó para tres muestras del mismo crudo, asegurando la repetitividad del mismo. En todos los casos no se obtuvo agua, ya que no se lograba observarla en la trampa de destilación como se muestra en la Figura N°. 11.

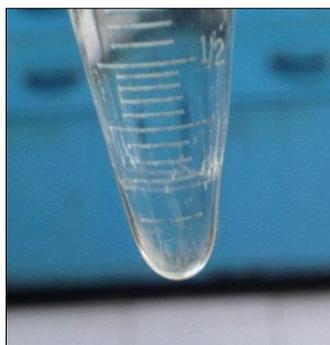


Figura No. 11. Trampa de destilación para prueba de agua por destilación al crudo BARE.

Determinar la cantidad de agua contenida en el crudo “BARE” es muy importante ya que a partir de este resultado se calcula la cantidad de agua que se debe agregar a fin de cumplir con uno de los objetivos, el cual es formular emulsiones en porcentajes del 20, 30 y 40 % v/v de agua.

#### IV.1.2 Fraccionamiento SARA del crudo

Para la realización del fraccionamiento S.A.R.A al crudo “BARE” se tuvieron ciertas limitaciones, se contactó con el técnico del laboratorio capacitado para su realización en el Instituto de Estudios Avanzados (IDEA), el cual confirmó la posibilidad del uso de las instalaciones para dicha práctica, sin embargo no se pudo concretar. Asimismo, se contactaron a los técnicos dentro de las instalaciones de la Universidad Central de Venezuela para realizar el fraccionamiento, pero igualmente no se tuvo éxito en dicha operación. En vista de la importancia de obtener estos datos, se encontraron los datos de la caracterización del petróleo proveniente del campo “BARE” realizado por Arteaga (2011), los cuales se muestran en la Tabla N°. 1.

Tabla No. 1 Caracterización del crudo BARE. (Arteaga, 2011)

<b>Propiedad Valor</b>	<b>Valor</b>
Viscosidad, 50°C (Pa·s)	28,0
Gravedad API (°API)	8,88
Azufre (%p)	3,36
Níquel (ppm)	95
Vanadio (ppm)	378
Relación másica Hidrógeno / Carbono	0,132
<b>Saturados (%p)</b>	<b>9,5</b>
<b>Aromáticos (%p)</b>	<b>36,5</b>
<b>Resinas (%p)</b>	<b>37</b>
<b>Asfaltenos (%p)</b>	<b>17</b>

Este crudo se clasifica como “Extrapesado” debido a que la Gravedad API es menor a 10. La finalidad de realizar el fraccionamiento S.A.R.A. al crudo es conocer la composición del mismo y así poder comprender su comportamiento. En este sentido queda una constancia de las características del crudo y así tener un punto de comparación para futuros estudios relacionados a la desestabilización de emulsiones para crudos extrapesados.

### IV.1.3 Determinación de Agua y Sedimentos

La determinación de agua y sedimentos, similar a la norma ASTM D4007-81, fue contemplada para conocer estas características del crudo “BARE: e igualmente para comparar con los resultados de la prueba de agua por destilación. En la Tabla N°. 2 se presentan los valores obtenidos para las dos muestras realizadas.

Tabla No. 2. Resultados obtenidos luego de la centrifugación para el crudo BARE.

<b>Muestra</b>	<b>Volumen de la muestra (ml)</b>	<b>Sedimentos (ml)</b>	<b>Agua Separada (ml)</b>	<b>Crudo + Tolueno (ml)</b>
1	5,1	0,5	0,0	9,7
2	5,0	0,3	0,0	9,7

La Figura N°. 12 muestra los resultados físicamente observables, los cuales llevaron a establecer las relaciones volumétricas ya mostradas para ambas muestras.

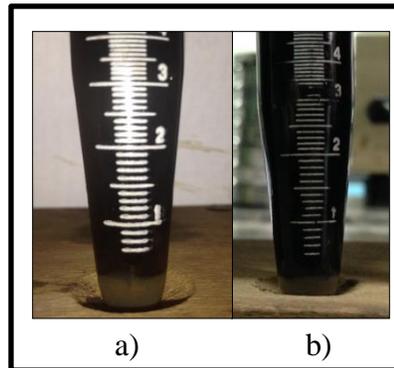


Figura No. 12. Crudo BARE. a) Resultado obtenido luego de la centrifugación para la muestra 1.  
b) Resultado obtenido luego de la centrifugación para la muestra 2

A partir de estos resultados queda demostrado que el crudo con el cual se está trabajando no posee agua en su composición y su cantidad de sedimentos es menor al 10%.

## IV.2 FORMULACIÓN DE EMULSIONES EN PORCENTAJES DE 20, 30 Y 40 % V/V

Para realizar las emulsiones en los diferentes porcentajes v/v fue necesario medir el volumen inicial del crudo con el que se trabajaría y luego calcular el agua a ser agregada a través del sistema planteado en la metodología. Al trabajar con un crudo extrapesado resultó difícil medir el volumen inicial sin que esto trajera consigo errores significativos, por ende se procedió a determinar la densidad del mismo con el uso de un picnómetro especial para crudos. En la Tabla N°. 3 se muestra el promedio de los resultados obtenidos de las 3 pruebas realizadas para la determinación de la densidad.

Tabla No. 3. Densidad promedio del crudo “BARE”.

Volumen del picnómetro (ml)	Peso del picnómetro vacío (g)	Peso del picnómetro lleno (g)	Peso del crudo en el picnómetro (g)	Temperatura (°C)	Densidad (g/ml)
25,0	28,2	59,6	31,4	24,0	1,256

Las emulsiones pueden romperse en fases diferenciadas de aceite y agua debido a que el agua tiene mayor densidad a la mayoría de los crudos, sin embargo para este crudo no ocurre. La ley de Stokes establece que mientras mayor sea la diferencia de densidad entre el crudo y el agua, más rápida será la separación entre esos dos líquidos. El término diferencial de densidad crudo/agua de la ley de Stokes, tiene importancia decisiva en la deshidratación. Se espera entonces que los crudos de baja gravedad API (mayor densidad), como el “BARE”, sea más difícil de deshidratar ya que cuando la densidad del crudo se acerca a la del agua, las gotas viajan a través del crudo a una velocidad mucho menor (Marfisi, 2005).

Una vez conocida la densidad se procedió a preparar aproximadamente 150 ml de la emulsión con diferente contenido de agua, con la finalidad de tener la cantidad necesaria de muestra para las diferentes pruebas a realizar. Se pesó el crudo para cada una de la emulsiones, se determinó el agua necesaria como se explicó en la

metodología y a través del arreglo propuesto por Fingas y Fieldhouse (2003), se procedió a realizar las emulsiones. La Tabla N<sup>o</sup>. 4 muestra los resultados obtenidos.

Tabla No. 4. Cálculo del agua necesaria para realizar las emulsiones.

<b>Emulsión (% v/v)</b>	<b>Peso del crudo (g)</b>	<b>Volumen del crudo (ml)</b>	<b>Volumen de agua agregada (ml)</b>	<b>Volumen final de la emulsión (ml)</b>
20	117,3	93,4	23,3	116,7
30	128,2	102,1	43,7	145,8
40	91,7	73,0	48,7	121,7

Una vez realizada las emulsiones fue necesario comprobar ciertos factores para determinar la estabilidad de dichas mezclas. La formación de una emulsión depende de varios factores y en fines industriales la estabilidad incluye forzosamente la no coalescencia de las partículas de la emulsión y la no sedimentación (Athey, 2005), de acuerdo a lo explicado anteriormente, se presentan los diferentes procedimientos realizados para asegurar la estabilidad y cantidad de agua emulsionada que poseen las diferentes emulsiones.

#### **IV.2.1 Agua en emulsión por destilación**

Como se explicó anteriormente la cantidad de agua presente en las emulsiones preparadas es de crucial importancia para este trabajo, ya que el comportamiento de las emulsiones dentro del campo electromagnético del microondas está directamente relacionada con la cantidad de agua que estos contengan (Nour & Anisa, 2012). De la misma manera, conocer este dato ayuda a determinar el porcentaje de separación de agua que se logra al aplicar microondas, ya que al conocer el agua que posee la emulsión se podrá calcular el agua separada. Para cada una de las emulsiones se realizó dos veces el procedimiento de aguas por destilación explicado en la metodología, para asegurar la repetitividad del mismo. En la Tabla N<sup>o</sup>. 5 se muestra los resultados obtenidos para cada emulsión preparada.

Tabla No. 5. Prueba de agua por destilación para las emulsiones preparadas.

Emulsión (% v/v)	Prueba (adim)	Volumen de emulsión (ml)	Volumen de tolueno (ml)	Agua separada (ml)	Porcentaje de agua separada (%)	Porcentaje promedio de agua separada (%)
20	1	5,8	58,0	1,1	18,9	18,1
	2	5,2	52,0	0,9	17,3	
30	1	4,0	40,0	1,1	27,5	27,2
	2	5,2	52,0	1,4	26,9	
40	1	5,1	51,0	1,9	37,3	37,7
	2	5,0	50,0	1,9	38,0	

Como se puede observar en los resultados de la tabla 5, los porcentajes de agua obtenidos por la prueba de destilación poseen valores diferentes a los valores teóricos. Esto se debe a posibles errores experimentales a la hora de la realización del experimento. Un salpicado de agua afuera del “beaker” en la agitación de la emulsión o una distribución no uniforme del agua en la muestra, es suficiente para alterar los valores del agua separada. Sin embargo, aunque los valores no sean iguales, estos poseen un margen de error aproximado de 10%, lo cual es aceptable para los fines de este experimento.

#### IV.2.2 Distribución del tamaño de gota y estabilidad de las emulsiones

Para conocer aún más la estabilidad de las emulsiones fue necesario utilizar un microscopio óptico conectado a una cámara digital para tomar las imágenes necesarias que permitan evaluar el comportamiento de dichas emulsiones en presencia de agentes externos (microondas) que ayudan a agilizar la desestabilización de las mismas. Igualmente el análisis de las imágenes con el software Imagen Pro Plus 6.0 y con las herramientas de cálculo proporcionadas por Fung (2011), permitió realizar un conteo de gotas y determinar a través del programa, la cantidad de agua que poseen las muestras analizadas. Para entender cada uno de los símbolos que se empleará en el análisis, se presenta la Tabla N°. 6.

Tabla No. 6. Descripción de parámetros utilizados. (Fung, 2011)

Parámetro	Descripción
F <sub>2</sub> (40μm)	Fracción de gotas con diámetro ≤ 40 μm
R <sub>2</sub> (40μm)	Fracción de gotas con diámetro > 40 μm
D <sub>50</sub>	Diámetro de gota para una fracción acumulada del 50 %
Ø <sub>w</sub> (%)	Porcentaje de agua total

En este proceso se tomaron dos muestras de cada una de las diferentes emulsiones, a las cuales se le realizó 20 fotos con el microscopio, es decir para una emulsión se obtuvieron 40 fotos en total. La finalidad de este proceso es poseer datos que logren definir en su totalidad lo que la muestra representa. Merece comentario especial que se distribuyó las fotos por toda la muestra y así lograr abarcarla en su totalidad. Posteriormente se hizo pasar las emulsiones por la centrifugadora, a fin de lograr la coalescencia de las gotas con la ayuda de la fuerza centrífuga aplicada por la máquina y así determinar la estabilidad que poseen las mezclas realizadas. En la Tabla N<sup>o</sup>: 7 se muestra los resultados conseguidos.

Tabla No. 7. Demostración de estabilidad de las emulsiones.

Parámetro	Emulsión 20%		Emulsión 30%		Emulsión 40%	
	Sin CF*	Con CF	Sin CF	Con CF	Sin CF	Con CF
F <sub>2</sub> (40μm)	0,61	0,55	0,69	0,62	0,71	0,65
R <sub>2</sub> (40μm)	0,39	0,45	0,31	0,38	0,29	0,35
D <sub>50</sub>	36,37	50,78	32,55	38,25	52,24	61,84
Ø <sub>w</sub> (%)	9,68	12,8	11,05	18,2	21,4	24,2

\*CF: Centrifugación.

Como se muestra en la tabla 7 las fracciones de las gotas con un diámetro menor a 40μm disminuyeron en las tres emulsiones cuando se le aplicó la centrifuga, es decir, las gotas de mayor diámetro aumentaron, el cual es un paso importante para la desestabilización de las emulsiones W/O. Sin embargo se observó que los cambios no fueron significativos, entonces sigue siendo mayor la fracción con gotas más pequeñas, por ende y como se mostró en la práctica, no fue suficiente la agitación para lograr la separación del agua con el crudo, se esperaba este comportamiento debido a las propiedades del crudo con el cual se estaba trabajando, su viscosidad

hace casi imposible la movilidad de las gotas. Otro aspecto que cabe mencionar es el porcentaje de agua presente en las muestras, como se contempla, dicho parámetro no se corresponde con el obtenido en el experimento de agua por destilación, esto se debe a la inexactitud a la hora de tomar las fotos con el microscopio, lo que requiere una mayor cantidad de imágenes para el análisis de las muestras. En las Figuras 13, 14 y 15 se puede apreciar mejor el cambio obtenido cuando se aplicó la centrifugación a las tres emulsiones y como las gotas se comportaron a la perturbación.

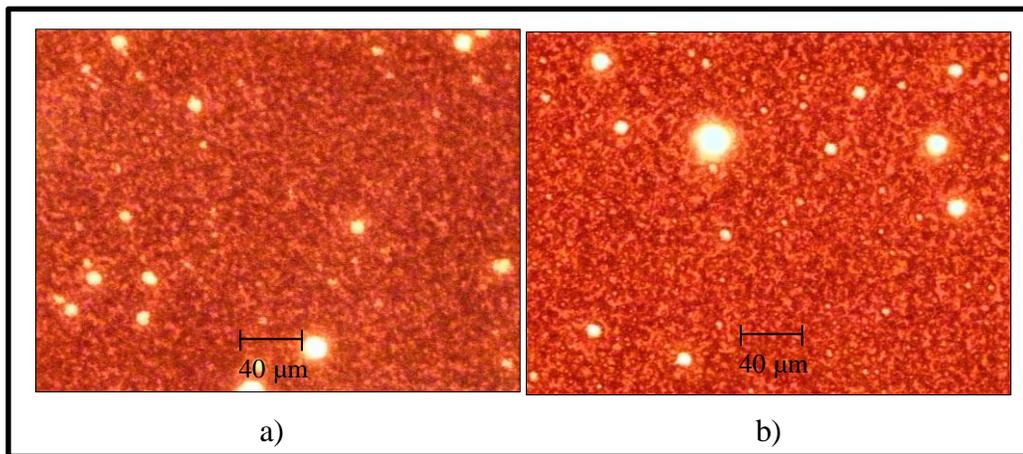


Figura No. 13. Emulsión 20%. a) Resultado obtenido sin centrifugación. b) Resultado obtenido luego de la centrifugación.

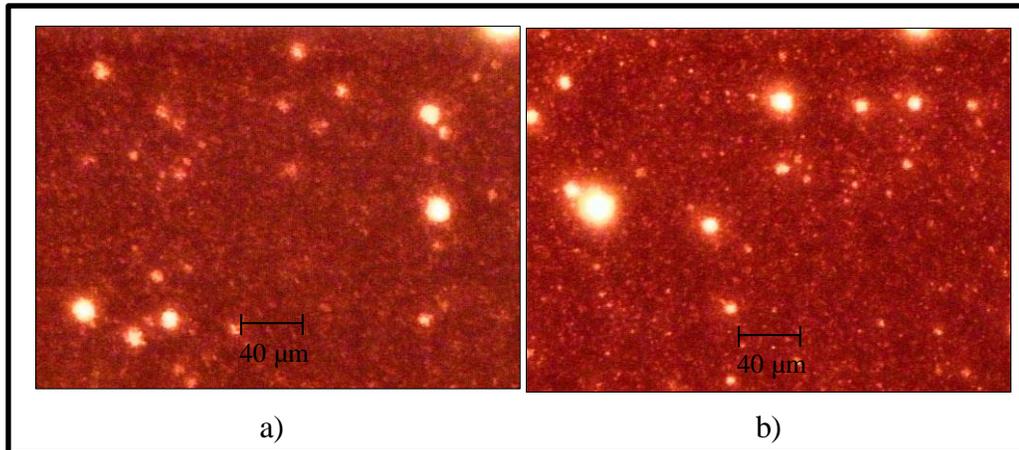


Figura No. 14. Emulsión 30%. a) Resultado obtenido sin centrifugación.  
b) Resultado obtenido luego de la centrifugación.

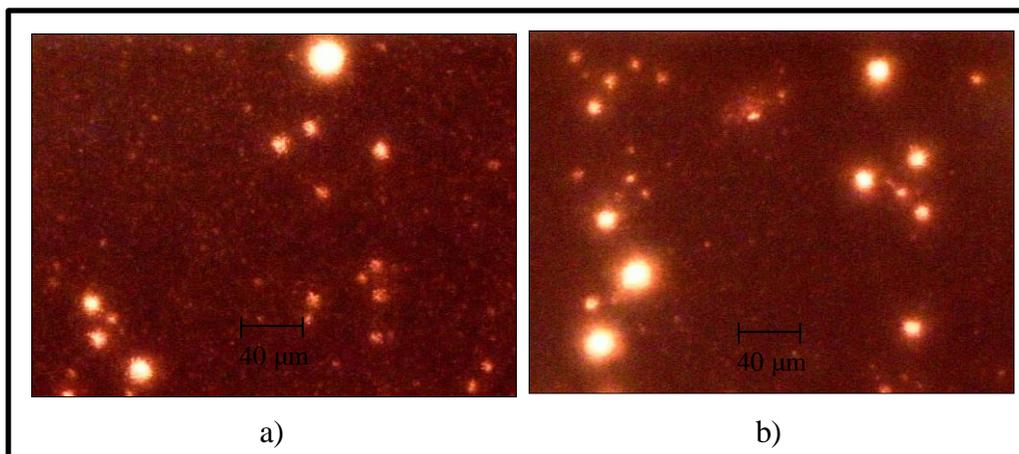


Figura No. 15. Emulsión 40%. a) Resultado obtenido sin centrifugación.  
b) Resultado obtenido luego de la centrifugación.

Se observó entonces que aunque las gotas aumentaron en tamaño no son lo suficientemente grande para producir una separación de fases importante.

#### **IV.2.3 Determinación de agua y sedimentos a las emulsiones.**

Para determinar cómo afecta el uso del microondas en las emulsiones es necesario tener una muestra “base”, en este caso se toma como referencia la norma ASTM D-

4007-02 y se aplica a las emulsiones W/O preparada, a partir de aquí se comparó los resultados con las diferentes pruebas ejecutadas en el microondas.

Al someter las muestras a centrifugación, se obtienen en su mayoría 4 segmentos diferentes, en primer lugar los sedimentos que pueda contener el crudo analizado, luego el agua separada, posteriormente la microemulsión y por último el crudo con el solvente, como se muestra en la Figura N°. 16.

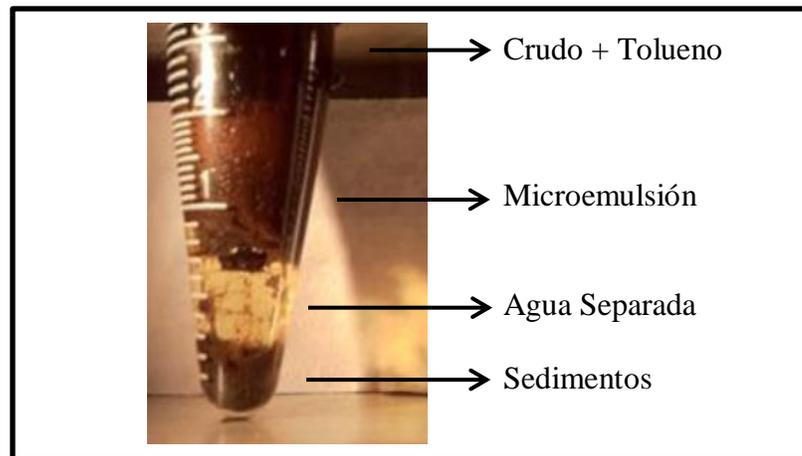


Figura No. 16. Ejemplo de capas formadas en la muestra luego del proceso de centrifugación

Interesa dejar constancia que toda el agua de la muestra, luego de centrifugarla se localiza en el agua separada y en la microemulsión, dicha suposición se establece al estudiar con el microscopio la parte superior de la muestra, en la cual no se observa ninguna gota de agua. Con relación a lo anterior, en la Tabla No. 8 se presentan los datos generales alcanzados para cada caso.

Tabla No. 8. Resultados obtenidos luego de la centrifugación para las diferentes emulsiones.

Emulsión (%)	Vol. Emulsión (ml)	Vol. agua en la muestra (ml)	Vol. crudo en muestra (ml)	Vol. sedimento (ml)	Agua separada (ml)	Vol. microemulsión (ml)	Crudo en el tope (ml)	Agua libre separada (%)
20	5,10	0,97	4,13	0,00	0,10	1,10	3,80	10,27
30	5,00	1,30	3,64	0,20	0,30	2,00	2,70	22,06
40	4,90	1,85	3,05	0,30	0,40	1,50	3,00	21,65

Para el cálculo del volumen de agua en la muestra se tomó como referencia el obtenido en la prueba IV.2.1 (Agua por Destilación), ya que este posee una mejor exactitud y confiabilidad, comparándola con los demás pruebas, igualmente para los estudios posteriores se tomará como referencia dicho valor para las diferentes emulsiones. Se observa en los datos mostrados que las emulsiones con mayor cantidad de agua poseen una separación mayor, cuando no se le aplica las microondas, esto se debe a que al poseer mayor gotas de agua es posible que estas estén más cercas unas de las otras mejorando la coalescencia y su separación Para mayor claridad de los resultados se presenta la Figura N°. 17 que ilustra los resultados físicamente observables obtenidos para las experiencias antes mencionadas.

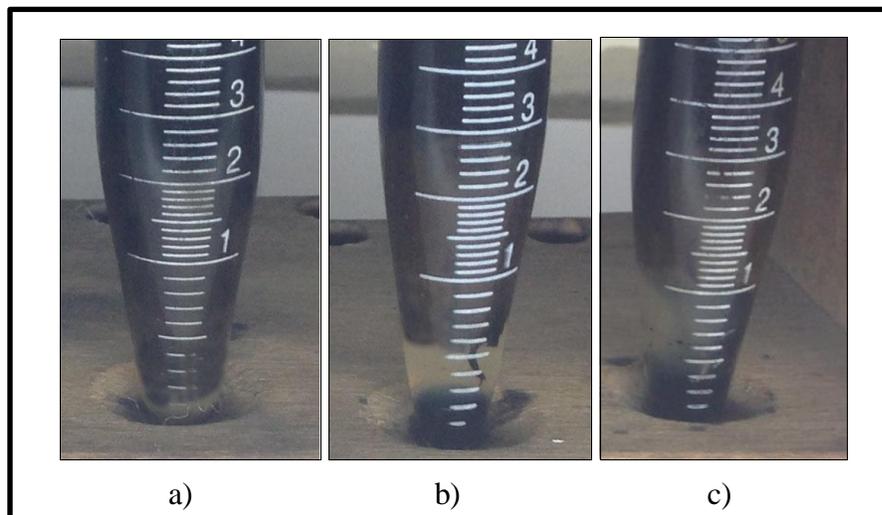


Figura No. 17. Resultados de la centrifugación. a) Emulsión al 20%. b) Emulsión al 30%. c) Emulsión al 40%

### IV.3 TIEMPO DE EXPOSICIÓN MÁXIMO

Para determinar el tiempo de exposición máximo (TEM) se introdujo las diferentes emulsiones en los vasos precipitados, se llevó a cabo el experimento tomando como muestra patrón la emulsión al 40% de volumen de agua, como posee el mayor porcentaje de agua, éste dará inicio al análisis del comportamiento de la mezcla W/O frente a las microondas. Se comenzó la experiencia aumentando progresivamente el tiempo de exposición, hasta observar, cuando se retiraba la muestra del microondas,

un estado de ebullición. El tiempo de exposición máxima es aquel punto cuando la emulsión empieza a ebullicir, para asegurarse que exista el menor escape posible de agua a la atmosfera. Como se quiere estudiar el comportamiento de las emulsiones frente a la irradiación con microondas es necesario evitar que el agua escape y así lograr la coalescencia de las gotas, es por esto que se debe determinar el tiempo para que no ocurra la evaporación. En la Tabla N<sup>o</sup>. 9 se muestran los tiempos correspondientes para cada emulsión realizada.

Tabla No. 9. Tiempo de exposición máxima para las diferentes emulsiones.

<b>Emulsión (%)</b>	<b>Tiempo de exposición máximo (s)</b>
20	95
30	78
40	55

Como se observa en los resultados anteriores, al aumentar la cantidad de agua el TEM disminuye, como se explicó anteriormente el mecanismo asociado con el calentamiento por microondas interfiere exclusivamente con la molécula de agua, produciendo una rotación dipolar y conducción iónica (Liu, 2002), al poseer más cantidad de agua esta interferencia será de mayor proporción, generando un calentamiento más acelerado y por ende una pronta ebullición comparada con las emulsiones de menor cantidad de agua.

Una vez conocido el tiempo de exposición máximo se desea hacer pequeñas variaciones en éste para evaluar la influencia del microondas a diferentes tiempos de exposición y conocer el tiempo ideal donde se logra la mayor separación de agua en la emulsión.

#### **IV.3.1 Variación del tiempo de exposición**

Para obtener un resultado que exprese el comportamiento de la emulsiones en varios tiempos de exposición, se realizaron experiencias a diferentes porcentajes del tiempo de exposición máximo (10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 y 90 %), y manteniendo la potencia a 1000 W. De la misma manera que se realizó en el cálculo de TME, se

comienza teniendo como referencia la emulsión al 40% para la cual se obtuvieron los valores reflejados en la Tabla N°. 10.

Tabla No. 10. Variación de tiempo de exposición para la emulsión con 40% de volumen de agua.

<b>Prueba</b>	<b>Masa inicial (g)</b>	<b>Tiempo exposición (s)</b>	<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Masa final (g)</b>	<b>Masa perdida (g)</b>	<b>Peso de la muestra (g)</b>
1	46,2	6,0	31,2	46,1	0,1	9,4
2	43,9	11,0	34,5	43,7	0,2	9,2
3	43,5	17,0	38,0	43,4	0,1	9,3
4	43,0	22,0	46,1	43,0	0,0	10,4
5	47,2	28,0	55,9	46,8	0,4	11,0
6	44,2	33,0	62,5	43,7	0,5	9,8
7	43,8	39,0	68,7	42,3	1,5	10,4
8	47,9	44,0	74,5	46,1	1,8	9,7
9	46,5	50,0	77,2	44,6	1,9	9,7
10	46,7	55,0	79,8	44,8	1,9	10,8

Como se muestra en la tabla 10 para cada tiempo de exposición se realizaron dos pesadas, una antes de introducir el “beaker” en el microondas y la otra al sacarlo, esto con la finalidad de observar la cantidad de masa perdida. El porcentaje de masa perdida aumenta a medida que aumenta el tiempo de exposición, lo que es de esperarse, pues la muestra al pasar más tiempo sometida a microondas, se calentará más, producto del mecanismo de calentamiento de la fase acuosa y por ende mayor cantidad de agua escapará como vapor (Liu, 2002). Una vez obtenida las muestras para cada tiempo establecido se procedió a realizar la prueba de agua y sedimentos para evaluar los niveles de separación que se lograron obtener para cada tiempo. Dichos valores se encuentra reflejados en la Tabla N°. 11.

Tabla No. 11. Resultados de la centrifugación para la emulsión con 40% de volumen de agua en la zanahoria.

Prueba	Vol. Emulsión (ml)	Vol. agua en la muestra (ml)	Vol. crudo en muestra (ml)	Vol. sedimento (ml)	Agua separada (ml)	Vol. microemulsión (ml)	Crudo en el tope (ml)	Agua Evaporada (%)	Agua libre separada (%)
0	4,90	1,85	3,05	0,30	0,40	1,50	3,00	0,00	21,70
1	3,00	1,13	1,87	0,10	0,30	1,00	1,70	2,17	26,50
2	2,90	1,09	1,81	0,10	0,30	1,00	1,60	1,08	27,40
3	3,10	1,17	1,93	0,10	0,50	1,10	1,50	0,00	42,80
4	3,00	1,13	1,87	0,00	0,30	1,50	1,20	3,63	26,50
5	3,00	1,13	1,87	0,00	0,60	2,00	0,40	5,10	53,10
6	3,20	1,21	1,99	0,20	0,60	1,50	1,10	4,81	49,70
7	3,00	1,13	1,87	0,10	0,70	1,00	1,30	5,10	61,90
8	2,80	1,06	1,74	0,10	0,40	0,90	1,50	14,42	37,90
9	3,10	1,17	1,93	0,20	0,20	1,00	1,90	18,56	17,10
10	3,00	1,13	1,87	0,00	0,10	1,10	1,80	19,60	8,80

Luego de someter las muestras a centrifugación, se obtiene diferentes resultados. La microemulsión aumenta a medida que el tiempo de exposición es mayor, hasta llegar a un valor relativamente estable, cuando la fase de agua cambia, las moléculas que no pudieron escapar evaporándose, quedan dispersas y separadas en el crudo. Estas gotas, al retirarle la energía del microondas, comienzan a estabilizarse restableciendo la película protectora que da lugar a la no coalescencia en el proceso de centrifugación. Esta microemulsión son gotas de agua de tamaño considerablemente grandes que contienen otras gotas más pequeñas de agua dentro de ellas, que no coalescen debido a que estas gotas internas aún se encuentran rodeadas por una muy delgada película de crudo que no pudo ser debilitada y destruida (Fung, 2011).

Otro aspecto importante es la relación que tiene el agua libre separada y el agua evaporada, se observa que el agua que se separa de la emulsión aumenta a medida que la muestra pierde relativamente poco agua, hasta llegar a un tope donde disminuye la separación, esto se debe en parte al agua que se retira por consecuencia

del calentamiento del microondas como se muestra en el aumento del porcentaje de agua evaporada.

Los valores de los sedimentos separados son constantes, lo que da indicio que las microondas no actúan directamente en estas partículas, sino que debe tratarse más de la interacción del crudo con el solvente. En los datos presentados anteriormente se puede observar que se agregaron las pruebas 0 y 10, la primera es el resultado de lo planteado en el punto IV.2.3, la cual es el estudio de la emulsión sin presencia de microondas. La prueba 10 es cuando ocurre la ebullición de la muestra, es decir el tiempo máximo de exposición.

Para observar más claramente el comportamiento del agua separada en los diferentes tiempos de exposición se presenta la Figura N°. 18.

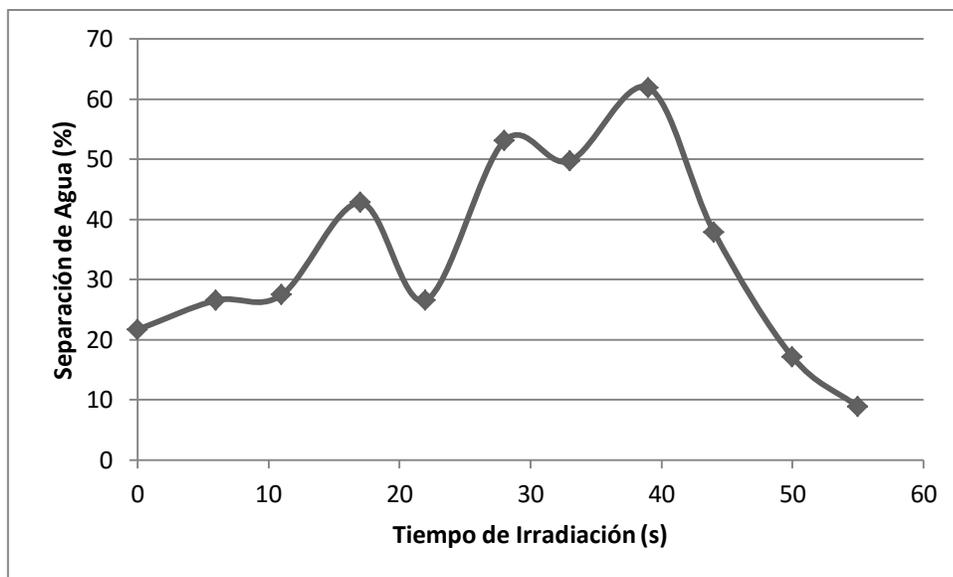


Figura No. 18. Porcentaje de separación en función del tiempo de irradiación al 100% de potencia para la emulsión con 40% de agua.

Se observa claramente que el porcentaje de agua separada aumenta a medida que se incrementa el tiempo de irradiación, hasta llegar a un máximo en 40 segundos, donde la separación comienza a ser menos eficiente. La evaporación del agua por la exposición prolongada se ve afectada ya que las moléculas de agua contenidas en la muestra reciben tanta energía que algunas son evaporadas antes de coalescer, como se muestra en la pérdida de masa de la Tabla N°. 9. Aunque se espera que a medida que

aumenta el tiempo de exposición al microondas la separación se favorezca, esto no ocurre así por lo antes explicado, otro factor determinante son las moléculas que no logran escapar del crudo debido a la alta viscosidad y que se encuentran en la parte superior del mismo, luego de la centrifugación quedan atrapadas sin coalescer en la microemulsión. En este sentido, se puede comentar que existen dos etapas en el proceso de deshidratación una donde la separación se da por consecuencia de la coalescencia de las gotas a un tamaño suficiente para descender en la muestra y otro donde existe el proceso de coalescencia con evaporación.

La Figura N°. 19 muestra los resultados obtenidos durante esta experiencia, los cuales llevaron a la realización de las relaciones volumétricas ya mostradas. Las fotografías de los tubos se encuentran en el mismo orden de aparición al reportado en la Tabla N°. 10, incluyendo el primer valor de la prueba 0.

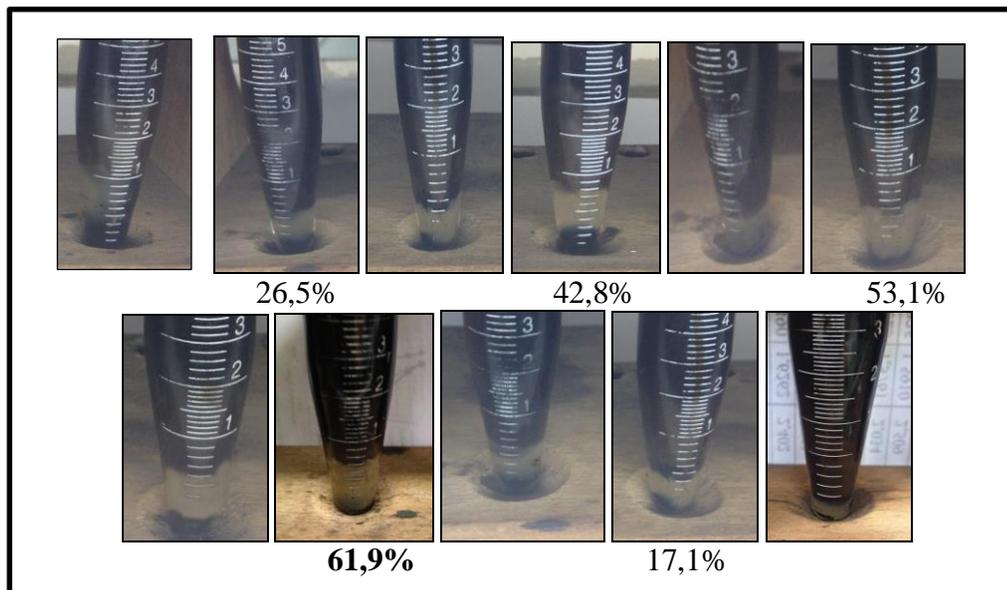


Figura No. 19. Fotos de los resultados de la prueba de centrifugación para las variaciones del tiempo máximo de exposición para la emulsión con 40% de agua, especificando la evolución del agua separada.

Luego de analizar los resultados obtenidos para la emulsión al 40%, se presentan las demás tablas y figuras logradas utilizando las otras dos emulsiones, comenzando por la de 30%. Serán presentados los resultados y luego analizados. La Tabla N°. 12 muestra la variación de tiempo de exposición para la emulsión al 30%.

Tabla No. 12. Variación de tiempo de exposición para la emulsión con 30% de volumen de agua.

<b>Prueba</b>	<b>Masa inicial (g)</b>	<b>Tiempo exposición (s)</b>	<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Masa final (g)</b>	<b>Masa perdida (g)</b>	<b>Peso de la muestra (g)</b>
1	46,3	8,0	30,9	46,2	0,1	9,6
2	44,1	16,0	33,6	43,9	0,2	9,6
3	48,4	23,0	39,4	48,3	0,1	12,4
4	43,2	31,0	45,7	43,1	0,1	10,7
5	46,7	39,0	55,8	46,4	0,3	10,6
6	62,4	47,0	62,4	61,5	0,9	9,5
7	43,4	55,0	65,2	41,9	1,5	10,1
8	50,5	62,0	68,2	48,7	1,8	12,3
9	45,0	70,0	76,4	43,6	1,4	8,2
10	42,3	78,0	78,5	40,4	1,9	10,1

La Tabla N°. 13 presenta los resultados obtenidos al realizar la prueba de aguas y sedimentos a las muestra provenientes del microondas para la emulsión con 30% de agua.

Tabla No. 13. Resultados de la centrifugación para la emulsión con 30% de volumen de agua en la zanahoria.

Prueba	Vol. Emulsión (ml)	Vol. agua en la muestra (ml)	Vol. crudo en muestra (ml)	Vol. sedimento (ml)	Agua separada (ml)	Vol. microemulsión (ml)	Crudo en el tope (ml)	Agua Evaporada (%)	Agua separada (%)
0	5,00	1,36	3,64	0,20	0,30	2,00	2,70	0,00	22,06
1	3,00	0,82	2,18	0,00	0,20	1,00	1,80	1,04	24,50
2	2,80	0,76	2,04	0,00	0,10	1,50	1,20	2,08	13,10
3	3,00	0,82	2,18	0,10	0,20	1,00	1,80	0,81	24,50
4	3,10	0,84	2,26	0,10	0,30	1,10	1,70	0,93	35,60
5	3,90	1,06	2,84	0,00	0,50	1,20	2,20	2,83	47,10
6	3,00	0,82	2,18	0,20	0,30	1,00	1,70	9,47	36,80
7	2,90	0,79	2,11	0,10	0,10	0,90	1,90	14,85	12,70
8	3,20	0,87	2,33	0,10	0,10	1,00	2,10	14,63	11,50
9	3,10	0,84	2,26	0,20	0,00	1,50	1,60	17,07	0,00
10	3,00	0,82	2,18	0,00	0,00	1,50	1,50	18,81	0,00

Para observar más claramente el comportamiento del agua separada en los diferentes tiempos de exposición se presenta la Figura N°. 20.

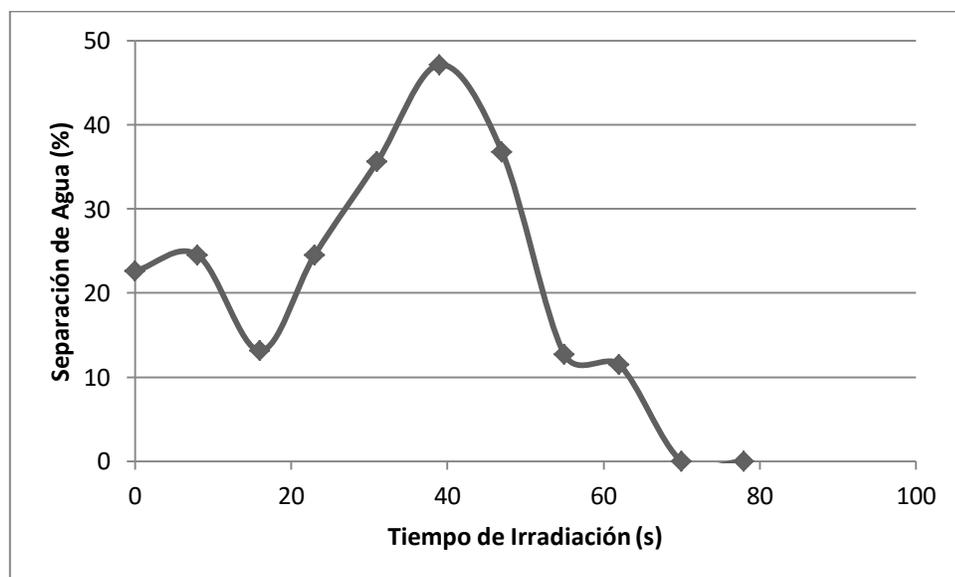


Figura No. 20. Porcentaje de separación en función del tiempo de irradiación al 100% de potencia para la emulsión con 30% de agua

Se presenta ahora la Figura N°. 20 que ilustra los resultados físicos obtenidos para la experiencia realizada con la emulsión al 30% con relación a la prueba de aguas y sedimentos.

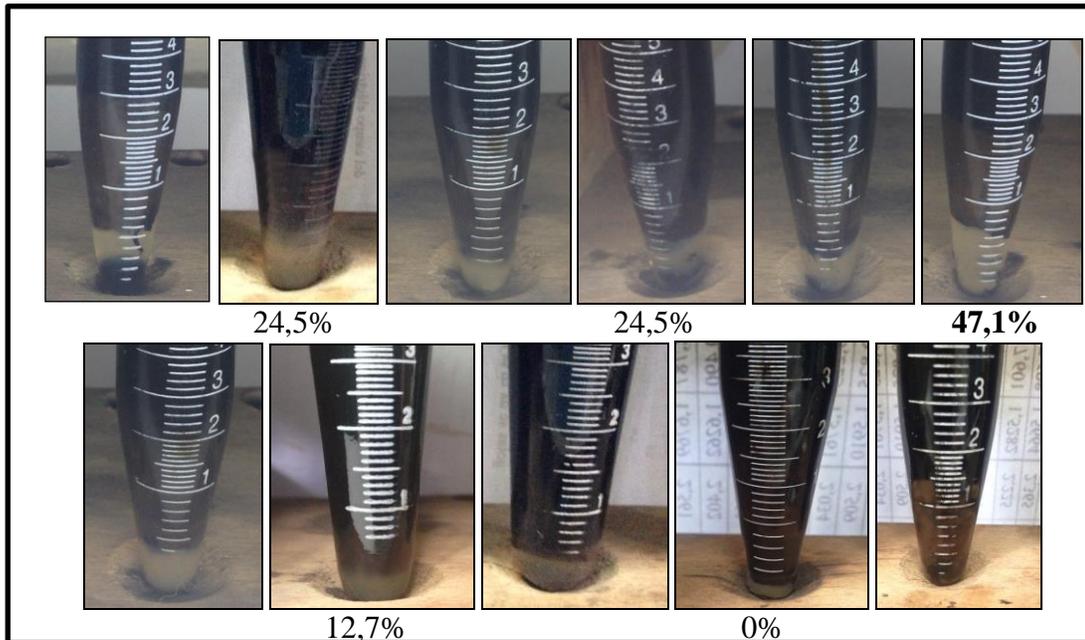


Figura No. 21. Fotos de los resultados de la prueba de centrifugación para las variaciones del tiempo máximo de exposición para la emulsión con 30% de agua, especificando la evolución del agua separada.

El mismo procedimiento para obtener las tablas y figuras anteriores se realizaron con la emulsión con 20% de agua, los resultados se muestran en la Tabla N°. 14.

Tabla No. 14. Variación de tiempo de exposición para la emulsión con 20% de volumen de agua.

Prueba	Masa inicial (g)	Tiempo exposición (s)	Temperatura (°C)	Masa final (g)	Masa perdida (g)	Peso de la muestra (g)
1	46,7	10,0	35,8	46,7	0,0	9,9
2	45,0	19,0	38,1	44,7	0,3	10,3
3	41,5	29,0	42,0	41,0	0,5	7,3
4	43,8	38,0	47,3	42,9	0,9	11,2
5	50,3	48,0	50,1	48,4	1,9	14,1
6	47,8	57,0	67,4	45,1	2,7	13,4
7	43,7	67,0	69,1	40,9	2,8	10,3
8	52,2	76,0	69,5	49,0	3,2	14,0
9	49,3	86,0	70,2	45,6	3,7	12,5
10	46,1	95,0	93,8	41,8	4,3	13,9

La Tabla N°. 15 presenta los resultados obtenidos al realizar la prueba de aguas y sedimentos a las muestra provenientes del microondas para la emulsión con 30% de agua.

Tabla No. 15. Resultados de la centrifugación para la emulsión con 20% de volumen de agua en la zanahoria.

Prueba	Vol. Emulsión (ml)	Vol. agua en la muestra (ml)	Vol. crudo en muestra (ml)	Vol. sedimento (ml)	Agua separada (ml)	Vol. microemulsión (ml)	Crudo en el tope (ml)	Agua Evaporada (%)	Agua libre separada (%)
0	5,10	0,97	4,13	0,00	0,10	1,10	3,80	0,00	10,30
1	2,00	0,38	1,62	0,00	0,10	1,00	0,90	0,00	26,30
2	1,20	0,23	0,97	0,00	0,10	1,00	0,10	2,91	43,50
3	2,50	0,48	2,02	0,10	0,20	1,50	0,80	6,84	41,70
4	2,80	0,53	2,27	0,10	0,10	2,10	0,60	8,03	18,90
5	3,20	0,61	2,59	0,20	0,10	2,00	1,10	13,47	16,40
6	3,40	0,65	2,75	0,10	0,00	2,00	1,40	20,15	0,00
7	3,00	0,57	2,43	0,10	0,00	2,10	0,90	27,18	0,00
8	3,20	0,61	2,59	0,20	0,00	1,50	1,70	22,86	0,00
9	3,80	0,73	3,07	0,00	0,00	1,00	2,80	29,60	0,00
10	3,00	0,57	2,43	0,10	0,00	1,00	2,00	30,94	0,00

Para observar más claramente el comportamiento del agua separada en los diferentes tiempos de exposición se presenta la Figura N°. 22.

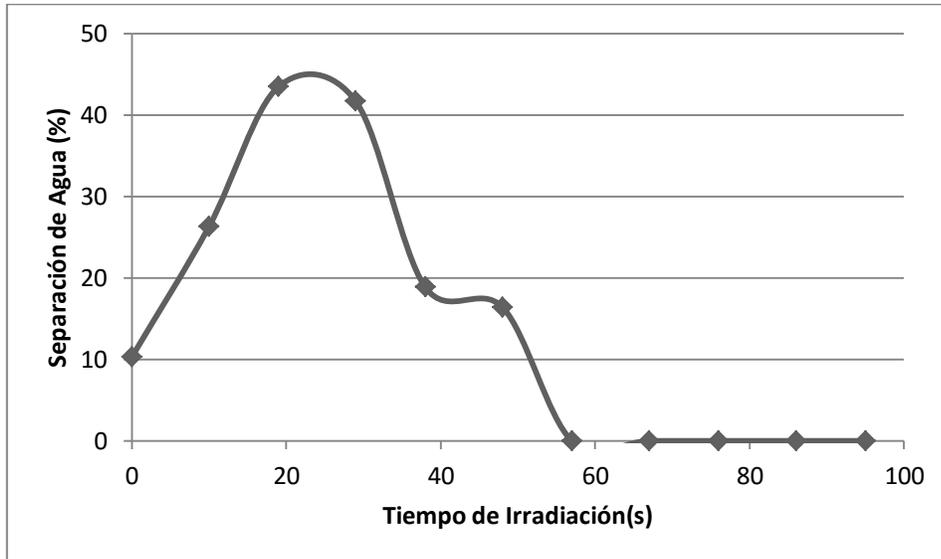


Figura No. 22. Porcentaje de separación en función del tiempo de irradiación al 100% de potencia para la emulsión con 20% de agua.

Se presenta ahora la Figura N°. 23 que ilustra los resultados físicos obtenidos para la experiencia realizada con la emulsión al 20% con relación a la prueba de aguas y sedimentos.

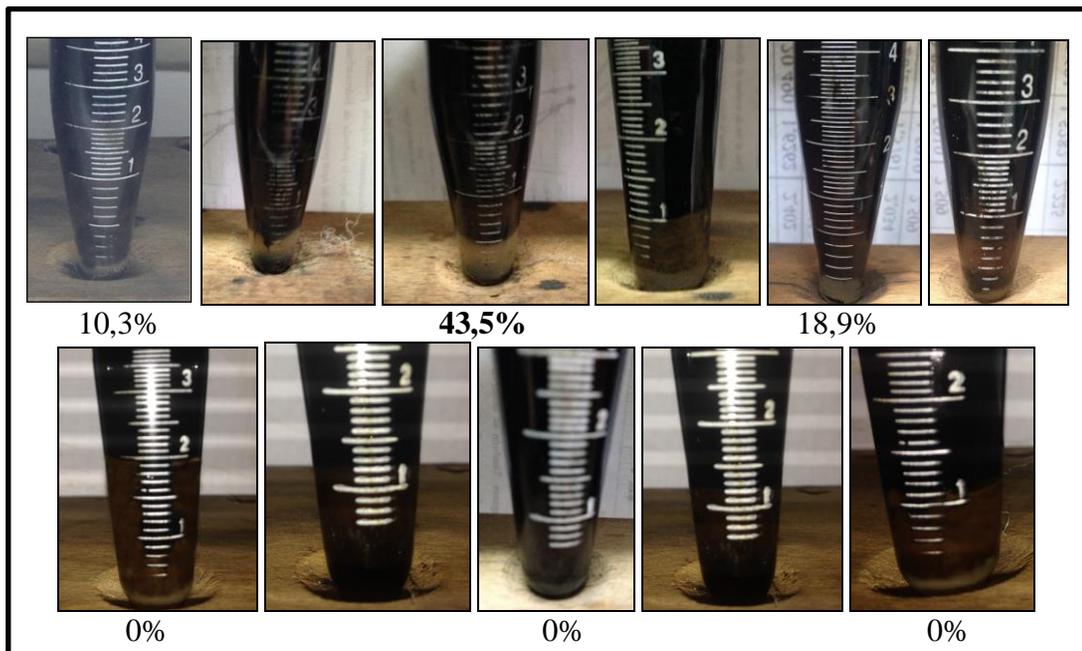


Figura No. 23. Fotos de los resultados de la prueba de centrifugación para las variaciones del tiempo máximo de exposición para la emulsión con 20% de agua, especificando la evolución del agua separada.

Como se observa en las tablas expuestas anteriormente la emulsión con 30% de agua tiene un comportamiento parecido al de 40%. Ha media que el tiempo de exposición aumenta se logra una mayor separación del agua hasta llegar a un punto óptimo donde decrece hasta hacerse nula. Como se explicó anteriormente los altos tiempos de exposición en el microondas no generan una mayor separación, debido a la pronta evaporación del agua, como se muestra en la masa pérdida. Los sedimentos no varían y la zona de microemulsión aumenta con el tiempo de residencia, al igual que en la emulsión con 40%

Para la emulsión con 20% de volumen de agua, ocurre la separación de una forma distinta, al poseer poco agua esta se evapora rápidamente sin dar oportunidad a la coalescencia de las mismas. Requiere solo de un 20% del tiempo máximo de exposición para lograr una mayor separación y para mayores tiempo no se logra obtener agua separada. Por otra parte el comportamiento de los sedimentos es

parecido a las dos emulsiones anteriores y las microemulsiones se ven aumentada por la gran presencia de agua que no se logra separar.

Para entender el comportamiento de las emulsiones dentro del microondas y comparar el comportamiento de las tres emulsiones preparadas se presenta la Figura N°. 24.

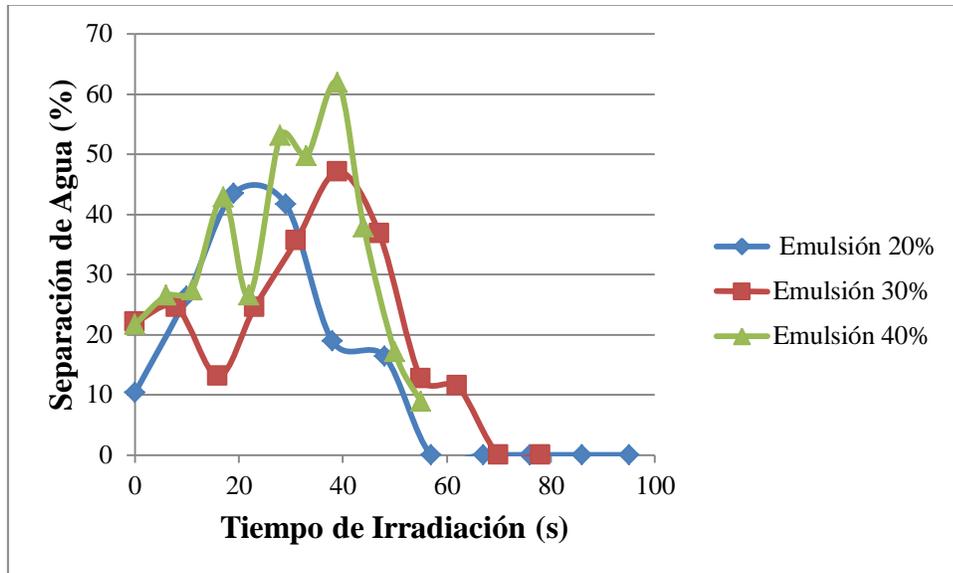


Figura No. 24. Porcentaje de separación en función del tiempo de irradiación al 100% de potencia para las tres emulsiones preparadas.

Conforme a lo mostrado se puede distinguir que se obtiene una mayor separación con la emulsión del 40% de volumen de agua. Aunque la emulsión al 20% requiere de un tiempo de exposición menor no alcanza el porcentaje de separación visualizado en el de la emulsión al 40%. Para un mismo tiempo de residencia (40 segundos), la emulsión del 30% de volumen de agua no supera en porcentajes de separación de agua a la del 40%. Las tres emulsiones presentan el mismo comportamiento al final de la curva, consecuencia de la pérdida de agua por evaporación, alterando así la separación.

Se realizaron las experiencias variando el tiempo de irradiación para conocer el tiempo óptimo de exposición para cada una de las emulsiones y lograr la máxima

separación de agua. En la Tabla N°. 16 se presenta los mejores tiempos a 1000 W de potencia, en cuanto a separación de agua se logra, para cada emulsión.

Tabla No. 16. Tiempos óptimos de separación para las distintas emulsiones.

<b>Emulsión (%)</b>	<b>Tiempo de Exposición (s)</b>	<b>Porcentaje de separación de agua (%)</b>
20	19,0	43,5
30	39,0	47,1
40	39,0	61,9

#### **IV.3.2 Variación de la potencia.**

Una vez determinado el tiempo máximo de exposición, para conocer la influencia de la variación de la potencia en las muestras, se tomó como referencia el tiempo óptimo de exposición y manteniendo ese valor se disminuyó la potencia del microondas a 30 y 60% del valor máximo. Se realizó estas pruebas para cada emulsión preparada, lo cual trae como resultado las Tablas N°. 17,18 y 19.

Tabla No. 17. Resultados volumétricos obtenidos con el 30 y 60% de la potencia máxima para la emulsión con 20% de volumen de agua.

<b>Potencia (%)</b>	<b>Vol. Emulsión (ml)</b>	<b>Vol. agua en la muestra (ml)</b>	<b>Vol. crudo en muestra (ml)</b>	<b>Vol. sedimento (ml)</b>	<b>Agua separada (ml)</b>	<b>Vol. microemulsión (ml)</b>	<b>Crudo en el tope (ml)</b>	<b>Agua separada (%)</b>
30	3,00	0,57	2,43	0,00	0,10	1,10	1,80	17,50
60	3,10	0,59	2,51	0,20	0,20	1,00	1,90	33,80
100	1,20	0,23	0,97	0,00	0,10	1,00	0,10	43,50

Tabla No. 18. Resultados volumétricos obtenidos con el 30 y 60% de la potencia máxima para la emulsión con 30% de volumen de agua.

<b>Potencia (%)</b>	<b>Vol. Emulsión (ml)</b>	<b>Vol. agua en la muestra (ml)</b>	<b>Vol. crudo en muestra (ml)</b>	<b>Vol. sedimento (ml)</b>	<b>Agua separada (ml)</b>	<b>Vol. microemulsión (ml)</b>	<b>Crudo en el tope (ml)</b>	<b>Agua separada (%)</b>
30	3,4	0,92	2,48	0,1	0,2	1	2,20	21,6
60	3,2	0,87	2,33	0,2	0,3	1,2	1,70	34,5
100	3,9	1,06	2,84	0	0,5	1,2	2,2	47,1

Tabla No. 19. Resultados volumétricos obtenidos con el 30 y 60% de la potencia máxima para la emulsión con 40% de volumen de agua.

Potencia (%)	Vol. Emulsión (ml)	Vol. agua en la muestra (ml)	Vol. crudo en muestra (ml)	Vol. sedimento (ml)	Agua separada (ml)	Vol. microemulsión (ml)	Crudo en el tope (ml)	Agua separada (%)
30	3,2	1,19	2,01	0,1	0,4	0	2,80	33,5
60	3,2	1,19	2,01	0	0,3	1,5	1,40	25,1
100	3	1,13	1,87	0,1	0,7	1	1,3	61,9

Los datos de la tabla 17, 18 y 19 sirvieron para realizar la Figura N°. 25, 26 y 27.

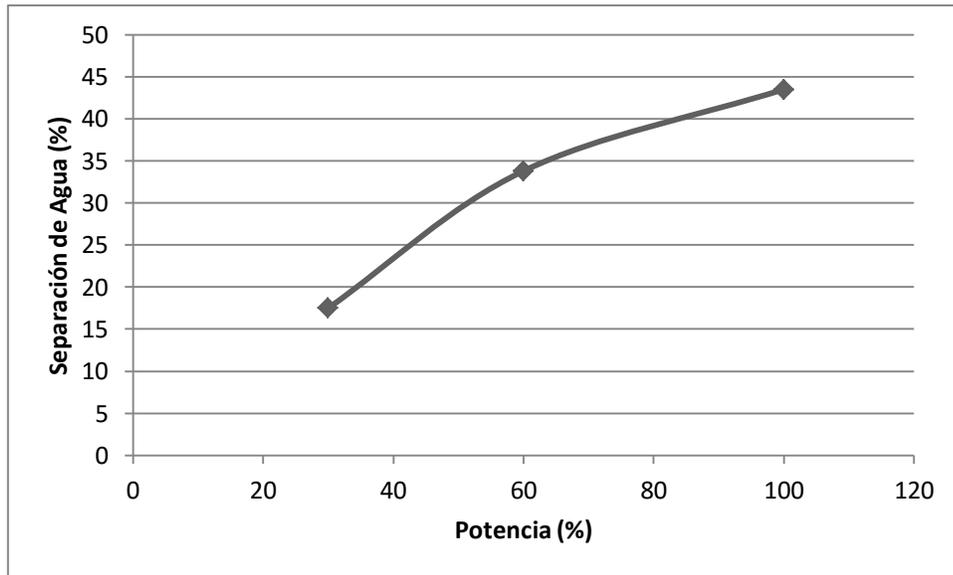


Figura No. 25. Emulsión del 20%. Porcentaje de separación de agua en función de la variación de la potencia para un tiempo de exposición de 19 segundos

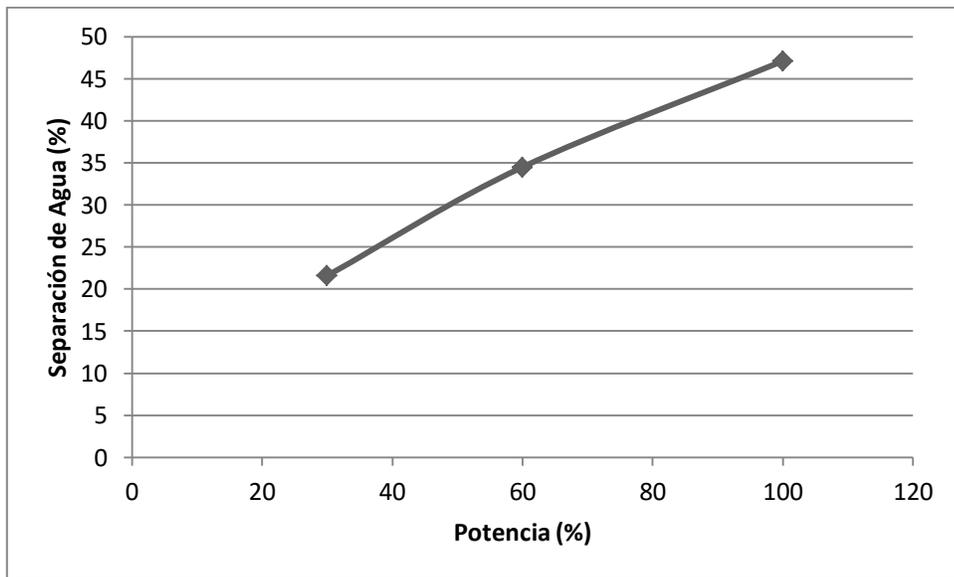


Figura No. 26. Emulsión del 30%. Porcentaje de separación de agua en función de la variación de la potencia para un tiempo de exposición de 39 segundos.

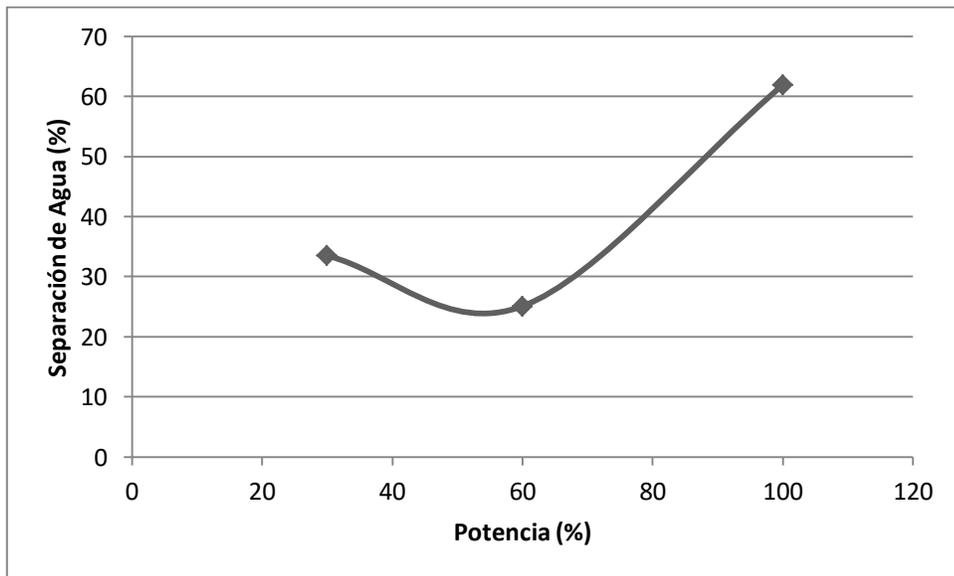


Figura No. 27. Emulsión del 40%. Porcentaje de separación de agua en función de la variación de la potencia para un tiempo de exposición de 39 segundos.

Como se muestra en los tres estudios realizados, el calentamiento para el 30 y 60% del máximo de la potencia es muy bajo, quiere decir que las muestras no llegan a una temperatura elevada que logre mejorar la separación del agua en ellas. A mayor potencia, mayor vibración molecular y mayor calentamiento se producirá en la

mezcla, lo que ayuda a disminuir la viscosidad, entre otros factores, y por ende la separación es más efectiva. Sin duda alguna y como se esperaba, para generar una mejor separación en la emulsión es necesario entonces una mayor potencia aplicada (Chan & Chen, 2002).

#### **IV.4 COMPARACIÓN EN LA DESESTABILIZACIÓN DE LAS EMULSIONES SIN APLICACIÓN DEL MICROONDAS Y LAS SOMETIDAS AL MISMO**

Como se menciona en el marco metodológico, se realizó el conteo de gotas utilizando el microscopio óptico y el software correspondiente. Se mostrarán los resultados más importantes así como también los resultados obtenidos sin la irradiación de microondas. Igualmente se utilizará los parámetros explicados en el punto IV.2.2 para describir las diferencias entre ambas técnicas. Como se explica en la metodología la comparación será basada en muestras de cada emulsión, para cuando se aplica el centrifugado sin haberle aplicado la microonda (IV.2.2), contra la centrifugación cuando se emplea el microondas para la mejor potencia y tiempo de exposición de cada emulsión.

Una vez conocido las indicaciones, se presenta, en la Tabla N°. 20, los resultados obtenidos en el análisis de microscopía de las diferentes emulsiones sin aplicación del microondas y la mejor separación obtenida al aplicar esta radiación.

Tabla No. 20. Resultados obtenidos del análisis de microscopía aplicando y sin aplicar microondas.

<b>Parámetro</b>	<b>Emulsión 20%</b>		<b>Emulsión 30%</b>		<b>Emulsión 40%</b>	
	Con Mw*	Sin Mw	Con Mw	Sin Mw	Con Mw	Sin Mw
F <sub>2</sub> (40µm)	0,33	0,55	0,27	0,62	0,18	0,65
R <sub>2</sub> (40µm)	0,67	0,45	0,73	0,38	0,82	0,35
D <sub>50</sub>	98,34	50,78	115,15	38,25	187,19	61,84
Ø <sub>w</sub> (%)	13,5	12,8	19,35	18,2	18,4	24,2

\*Mw: Microondas.

Estos valores fueron obtenidos mediante el uso de las herramientas de cálculo mencionadas anteriormente y se puede apreciar como el incremento del diámetro de gota, para cualquiera de las tres fracciones acumuladas, es mayor cuando se le ha

aplicado microondas a la muestra. Queda evidenciado el aumento de las gotas, por acción de las microondas, al comparar los valores  $F_2$  y  $R_2$ , donde la fracción de gotas con diámetros menores o iguales a  $40\mu\text{m}$  ( $F_2$ ) disminuye al aplicar la radiación, lo que quiere decir que la cantidad de gotas con diámetros mayores a  $40\mu\text{m}$  ( $R_2$ ) debe aumentar. En este estudio es importante evaluar los cambios en tamaño de gotas antes y después de aplicado el campo electromagnético, es por ello que se emplea el factor de desestabilización (FD) establecido por Fung (2011), el cual es calculado mediante la ecuación 8 y denota lo indicado en la Tabla N°. 21.

$$FD = \frac{\Phi W(XA)}{\Phi W_0(XA)} \quad (\text{Ec. 8})$$

Tabla No. 21. Factor de desestabilización. (Fung, 2011)

FD < 1	Disminución de la cantidad de agua en gotas grandes
FD = 1	No hay cambio
FD > 1	Aumento de la cantidad de agua en gotas grandes

Recordando que  $\Phi W(XA)$  representa el porcentaje del área de la imagen en gotas mayores que (XA), FD representa físicamente la cantidad de veces que las gotas después de aplicado el microondas, son del tamaño de las gotas sin aplicar campo electromagnético; por tanto da una idea de que tan efectivo es el microondas en la desestabilización de las gotas emulsionadas.

En la Tabla No. 22 se muestran los valores obtenidos con relación al factor de desestabilización para las diferentes emulsiones preparadas.

Tabla No. 22. Factor de desestabilización para las emulsiones preparadas.

	Emulsión 20%		Emulsión 30%		Emulsión 40%	
	Con Mw	Sin Mw	Con Mw	Sin Mw	Con Mw	Sin Mw
FD( $40\mu\text{m}$ )	1,72	1,15	2,35	1,23	2,83	1,21

Para el caso estudiado, en las tres emulsiones el FD cuando se le aplica microondas es mayor a uno, abarcando las gotas mayores de 40 micras de un 60 a 80% del área

estudiada para cada uno de los casos. También es comparable el porcentaje total de agua de la foto, que lejos de parecerse al contenido total de agua, nos dice la cantidad de agua que existe en la foto para cada emulsión, y como se observa claramente en la los valores de la Tabla N°. 20, para los tres casos este porcentaje aumenta para las muestras irradiadas. Aunque las muestras sin aplicación de microondas poseen un factor de desestabilización mayor a uno, como se expresa en la tabla 22, las gotas no logran obtener un tamaño suficiente para la separación. Igualmente comparando los valores de uso del microondas para las diferentes emulsiones contra la sola centrifugación se observa que los FD son mayores en el uso del microondas, reflejando una mayor y mejor separación.

Conforme a comprender aún mejor el comportamiento de las emulsiones frente al campo electromagnético del microondas, se presenta las distribuciones acumuladas de tamaño de gota para cada emulsión. En las Figura N°. 28 se observa la distribución acumulada de la emulsión con 40% de agua.

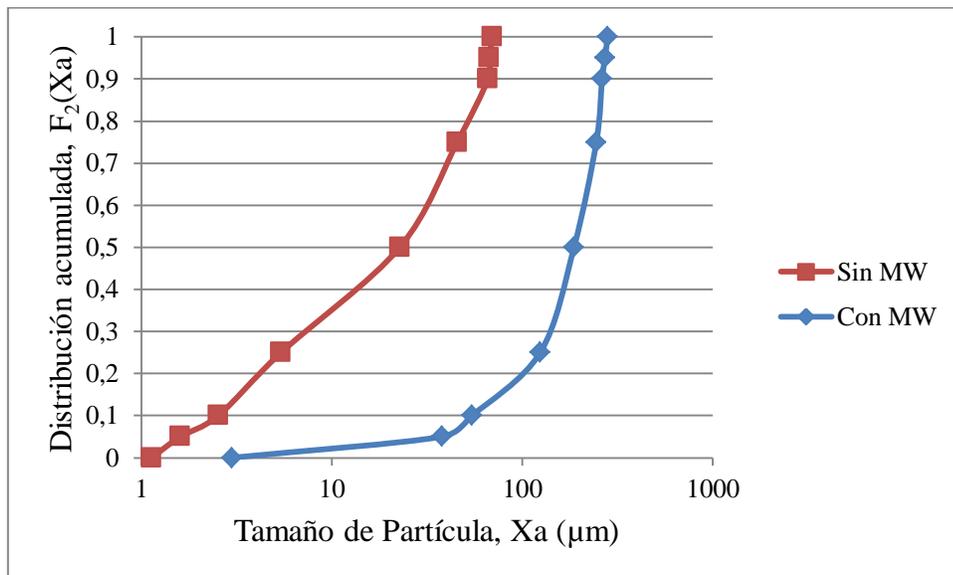


Figura No. 28. Emulsión con 40% de agua. Distribución acumulada de tamaño de gota de la muestra sin recibir microondas y la separación obtenida aplicando la radiación por 39 segundos y 1000 W de potencia.

La gráfica presentada muestran una distribución acumulada de gotas, en las que se incluyó además, para ilustrar de mejor manera, la comparación de la muestra sometida a microondas para el mejor tiempo de exposición y potencia obtenido en la emulsión (Con MW) y las mismas sin recibir radiación (Sin MW), como se observa en la leyenda de la figura. La distribución acumulada muestra la cantidad de datos que tienen un valor menor o igual al límite superior de cada clase. Por lo tanto, la distribución acumulada en la muestra emulsionada, se refiere a la cantidad de partículas (gotas de agua) que son más pequeñas que un cierto tamaño de partículas (Sorrentino, 2002).

Se tiene que la distribución de tamaño de gota era baja para la emulsión antes de aplicarle el microondas, presentando además un diámetro de gotas pequeño. Cuando se le aplica la microonda el tamaño de gota aumenta para todos y cada uno de los valores de distribución. Lo que sucede es que las gotas que antes se encontraban dispersas y separadas en el crudo, con la aplicación de la energía de microondas, la película protectora de las gotas emulsionadas se rompe o debilita dando lugar a la coalescencia de las gotas (Mutyalá et. al., 2010).

Otro aspecto importante es la influencia del microondas en el tamaño de gota más pequeño, comparando ambas curvas, una de ellas (Con MW) se desplaza hacia la derecha, es decir, el campo electromagnético afecta a las gotas más pequeñas de la emulsión aumentando su tamaño en un 38% contrastado con el tamaño de gota más pequeño de la curva sin microondas, lo que trae como consecuencia una mayor efectividad a la hora de coalescer. El desplazamiento de la curva nos indica que no solo las gotas grandes se ven afectadas por el microondas, mostrando que el calentamiento volumétrico es alcanzable (Fang & Lai, 1995).

De la misma manera, se realizó la curva de distribución acumulada para las emulsiones de 30 y 20% de agua, las cuales se presentan en las Figuras N°. 29 y 30 respectivamente.

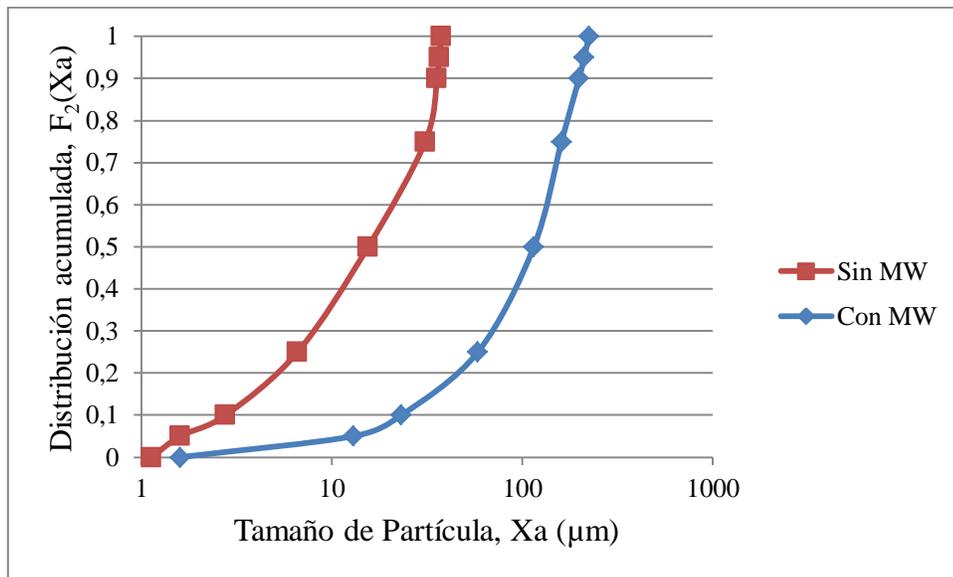


Figura No. 29. Emulsión con 30% de agua. Distribución acumulada de tamaño de gota de la muestra sin recibir microondas y la separación obtenida aplicando la radiación por 39 segundos y 1000 W de potencia.

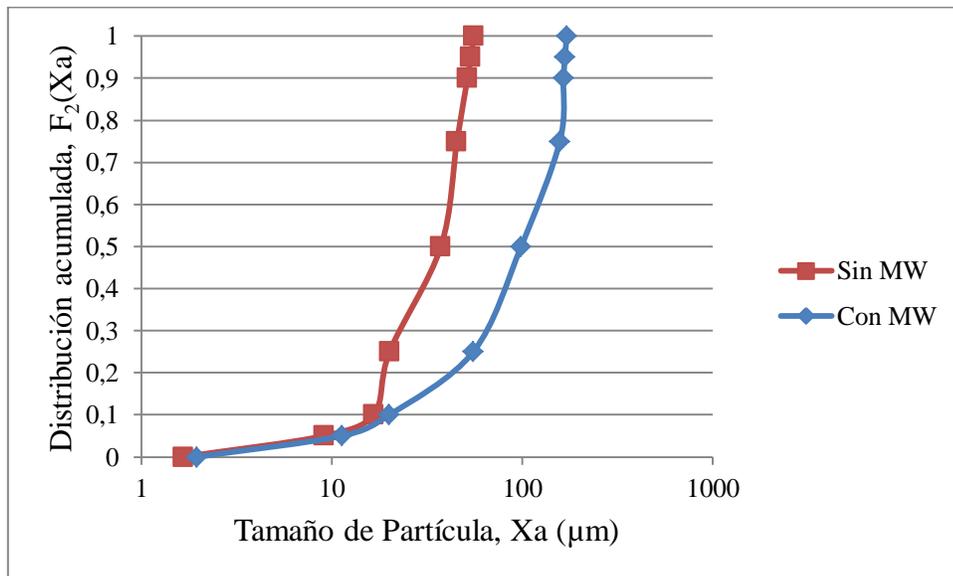


Figura No. 30. Emulsión con 20% de agua. Distribución acumulada de tamaño de gota de la muestra sin recibir microondas y la separación obtenida aplicando la radiación por 19 segundos y 1000 W de potencia.

La emulsión con 30% de agua presenta un comportamiento parecido a la de 40%, la curva se desplaza hacia la derecha cuando se le aplica el microondas por el aumento del tamaño de las gotas e igualmente las gotas más pequeñas se ven afectadas aumentando un 27% del tamaño original. Por otra parte, la emulsión con 20% de agua

presenta un comportamiento ligeramente diferente, las gotas pequeñas no presentan gran cambio en su tamaño, pero si existe un aumento en el diámetro de las gotas más grandes logrando la separación obtenida para esta emulsión.

Finalmente la emulsión al 20% inicialmente poseía un diámetro medio de 50,78 micrones, llegando luego de las microondas a 98,34 micrones, representando un aumento de 190%. La emulsión de 30% agua obtiene un aumentos del 300% en el tamaño de diámetro de las gotas y para la emulsión del 40% inicialmente se tenían 61,84 micrones de diámetro, pasando a 187,19 micrones, es decir, un aumento del 300% al aplicarle microondas. Estos valores sugieren una influencia bastante notable en el aumento del diámetro máximo por parte de las microondas.

Lo anteriormente mencionado se muestra en las siguientes Figuras N°. 31, 32 y 33, son imágenes comparativas del estudio para cada emulsión, complementando lo explicado anteriormente.

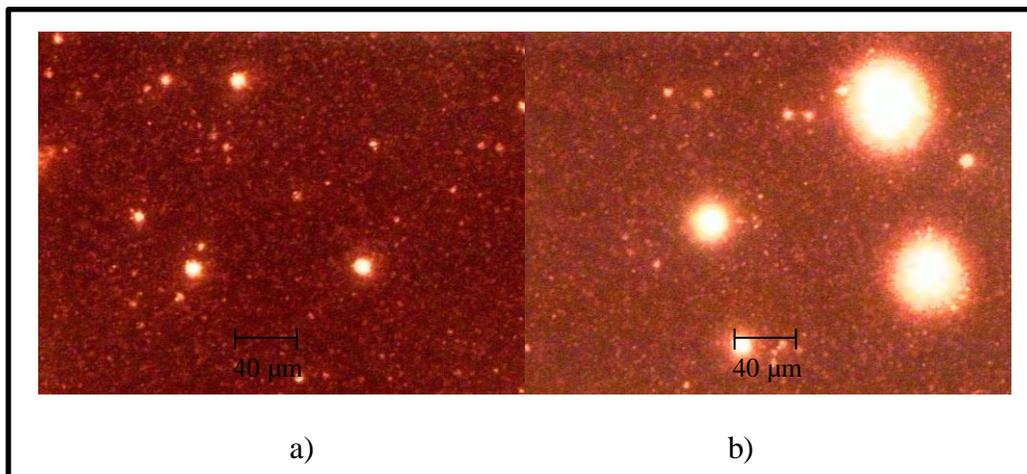


Figura No. 31. Emulsión 20%. a) Resultado obtenido sin microondas. b) Resultado obtenido luego del microondas.

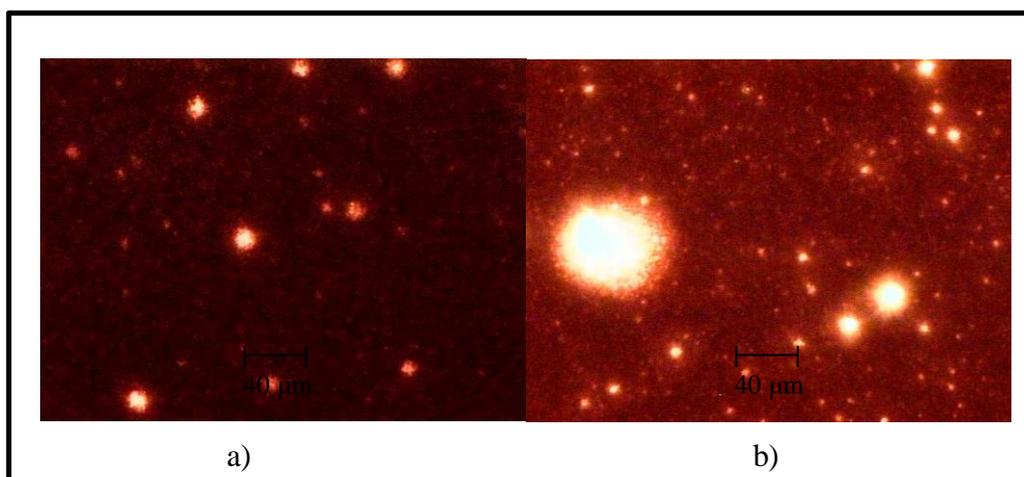


Figura No. 32. Emulsión 30%. a) Resultado obtenido sin microondas. b) Resultado obtenido luego del microondas.

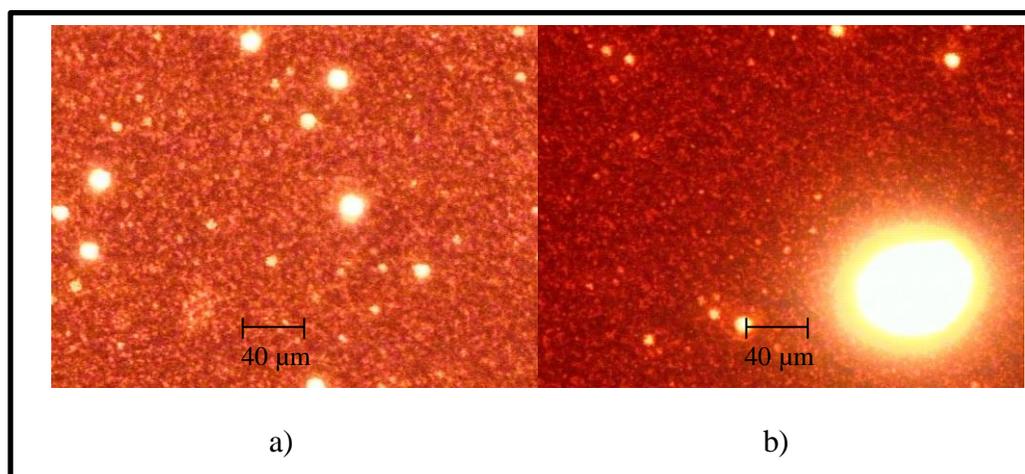


Figura No. 33. Emulsión 40%. a) Resultado obtenido sin microondas. b) Resultado obtenido luego del microondas.

El análisis con las herramientas de cálculo y conteo de gotas luego de la centrifugación para el tope de las muestras no se realizaron ya que en la parte superior de la emulsión sólo quedó el hidrocarburo disuelto en tolueno. La Figura N°. 34 muestra la emulsión con 20% de agua la cual fue la única que se encontró pequeñas cantidades de agua en el tope, se espera conseguir esta pequeña cantidad de agua por los resultados expuestos sobre el grado de separación de la muestra. El color oscuro también corresponden con su viscosidad, cuanto más viscoso más oscura se verá la muestra, a pesar de que este disuelta con tolueno.

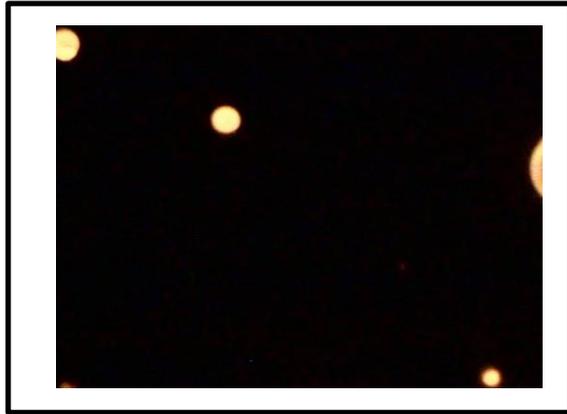


Figura No. 34. . Imagen del tope de las muestras al final de la centrifugación para la emulsión con 20% de agua.

En líneas generales las microondas son capaces de generar un enorme calentamiento tras una aplicación muy breve. Este calentamiento tiene una gran ventaja sobre el calentamiento convencional, pues debido a que las microondas actúan únicamente sobre sustancias polares, al aplicarlas sobre una emulsión directa que tiene un contenido de agua bajo se observará un rápido calentamiento de las gotas de agua y de la región adyacentes a estas, sin necesidad de calentar todo el crudo para que, por medio de un gradiente térmico, el calor alcance las gotas. Es decir, el calentamiento se realiza directamente en el interior de la emulsión y no en la superficie exterior de esta. Con esto se consigue una notable disminución en el consumo energético y en la duración de los procesos, pues el calentamiento ocurre casi instantáneamente.

Sobre la base de lo expuesto se determina que las ventajas de uso de las tecnología de microondas son: el calentamiento sin limitaciones de transferencia de calor superficial, calentamiento rápido y selectivo de áreas húmedas y eliminación de la oxidación en la superficie del material donde se está tratando el crudo, ahorros energéticos y de material, alta eficiencia de transformación de la energía de las ondas electromagnéticas, además que las microondas solamente calientan el producto desplazando menor energía al ambiente.

Sin embargo existe también algunas desventajas en el uso del mismo en el campo industrial, el uso de las ondas electromagnéticas presenta limitaciones como: Si se tiene el crudo guardado en un material conductor no se produce el efecto de calentamiento interior, debido a que el campo no puede penetrar el metal, sino que se transmite a través de la superficie del conductor. Algunos sólidos presentes amortiguan las vibraciones inducidas por las MW y otros continúan adsorbiendo energía aun en ausencia de solventes polares, haciendo los materiales susceptibles a sobrecalentamiento, igualmente se imposibilita medir la temperatura dentro de la cavidad, ya que las termocuplas son afectadas por el campo eléctrico intenso y sensores tales como termómetros infrarrojos pueden únicamente sondear la temperatura superficial, lo que impide un control en la temperatura dentro del proceso de desestabilización.

## CAPÍTULO V

### CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

En este capítulo se presentan las conclusiones y recomendaciones establecidas por los resultados obtenidos.

#### V.1 CONCLUSIONES

- Es importante conocer las características del crudo con el que se trabaja para estimar el comportamiento dentro del microondas y lograr una mejor separación de las fases.
- Para asegurar la creación de emulsiones W/O a partir de crudo extrapesado se debe realizar un proceso de goteo lento y agitación rápida a fin de evitar la desestabilización por efectos de la gravedad.
- El porcentaje real de agua agregado para crear las emulsiones W/O es menor al calculado teóricamente.
- Es necesarios comprobar la estabilidad y la cantidad de agua de las emulsiones para conocer los resultados reales cuando se expone al campo del microondas.
- El proceso de centrifugación provee energía adicional que logra que la fase más densa decante más rápido.
- El tiempo de exposición máximo (TEM) varía con relación a la cantidad de agua contenida en cada emulsión, cuando más agua tenga menor será su TEM.
- El comportamiento de las emulsiones posee la misma tendencia para los diferentes porcentajes de agua agregado, la separación se hace más efectiva a medida que aumenta el tiempo de exposición en el microondas hasta llegar a un punto máximo, luego comienza a descender producto de la evaporación.
- Se logró una mejor separación cuando las emulsiones de 40 y 30% en volumen de agua permanecen en el microondas durante un 70 y 50% del TEM respectivamente, para la emulsión del 20% este tiempo es de 20% el tiempo de exposición máximo.

- Un mayor tiempo de irradiación no se traduce en mayores porcentajes de separación.
- Para las tres emulsiones preparadas, la mejor separación se da a la potencia más alta del microondas, bajas potencias no proporcionan la energía suficiente para la coalescencia de las gotas.
- La distribución del tamaño y diámetro medio de las gotas es considerablemente mayor para las muestras que recibieron microondas, comparándolas con el proceso normal de centrifugación
- El uso del microondas ayuda significativamente a la desestabilización de la emulsiones W/O para el crudo extrapesado, comparándolo con un proceso de centrifugación.

## V.2 RECOMENDACIONES

- Automatizar la captura de imágenes mediante el uso de una platina motorizada en el microscopio.
- Utilizar un microondas que permita visualizar la muestra mientras se calienta para determinar el tiempo de exposición máximo con más exactitud.
- Disponer de una centrifuga que permita mantener la muestra a una cierta temperatura para asegurar una mejor separación de los componentes de la emulsión.
- Preparar un sistema donde se logre realizar la operación de desestabilización en un proceso continuo, para observar el comportamiento de la muestra.
- Incluir medios coalescedores en el proceso, para ayudar a la separación.
- Combinar la experiencia con un tratamiento químico que ayude a la coalescencia de las gotas y poder lograr una mejor separación.
- Buscar eliminar las microemulsiones con un segundo paso por el microondas.
- Realizar un barrido más extenso de la potencia con períodos de tiempo más amplios.
- Comprobar los valores del fraccionamiento S.A.R.A. del crudo “BARE”, para asegurar que sea iguales a los reflejados en el trabajo.

## BIBLIOGRAFÍA

- Ali, M. F., & Alqam, M. H. (2000, septiembre). The role of asphaltenes, resins and other solids in the stabilization of Water-in-Oil Emulsions and its effects on oil production in Saudi oil fields. *Fuel*, 79(11), 1309-1316.
- Arteaga, B. (2011). *Mitigación del H<sub>2</sub>S en la tecnología de inyección*. Caracas.
- Athey, R. (2005, junio). *Textos Científicos*. Retrieved abril 20, 2015, from <http://www.textoscientificos.com/emulsiones/introduccion>
- Bishop, A. (2013). *Production Technology, A lecture note on PETR 6040*. . University Halifax, Dalhousie .
- Chan, C. C., & Chen, Y. C. (2002). Demulsification of W/O emulsions by microwave radiation. *Sep. Sci. Technol*(37), 3407-3420.
- Cormack, D. (1999). Response to marine oil pollution – review and assessment. Dordrecht , The Netherlands.
- Doerffer, J. W. (1992). *Oil spill response in the marine environment* . Technical University of Gdansk , Poland.
- Fang, C. S., & Lai, P. M. (1995). Microwave heating and separation of water-in-oil emulsion. *J. Microw. Power Electromagn* (30), 46-57.
- Fingas, M., & Fieldhouse, B. (2003). Studies of formation process of water-in-oil emulsions . *Marine pollution bulletin* , 47, 9-12.
- Fung, E. (2011). *Separación electrostática con corriente directa para desestabilizar emulsiones w/o de distintas fosas de producción mezcladas con solventes* . TEG, Universidad Central de Venezuela , Escuela Ingeniería Química , Caracas.
- Johansen, E. J. (1988). Water-in-crude oil emulsions from the Norwegian Continental Shelf: Part 1 . *Colloids and Surfaces* , 34(4), 353-370.
- Johnsen, E. E., & Ronningsen, H. P. (2003). Viscosity of ‘live’ water in crude oil emulsions: Experimental work and validation of correlations. *ournal of Petroleum Science & Engineering* , 38, 23-36.

- Jones, D. A., Lelyveld, T. P., Mavrofidis, S. D., Kingman, S. W., & Miles, N. J. (2002). microwave heating applications in env. engr. – a review . *Res. Cons. Recyc.*, 75-90 .
- Lissant, K. J. (1988). Emulsification and De-emulsification, A Historical Overview. *Colloids and surfaces* , 29, 15.
- Liu, C. (2002). *Microwave assisted organic synthesis*. LS.
- López, E. (2004). *Influencia de la Formulación sobre la Estabilidad de Emulsiones*. Tesis Magistral, Universidad de Los Andes, Mérida.
- Marfisi, S. (2005). *Estabilidad de Emulsiones Relacionada con el Proceso de Deshidratación de Crudo*. Mérida: Trabajo Especial de Grado.
- Mutyala, S., Fairbridge, C., Paré, J., Bélanger, J., Ng, S., & Hawkings, R. (2009). Microwave applications to oil sands and petroleum: A review. *Fuel Processing Technology*, 91(2), 127-135.
- Nour, A., & Anisa, I. (2012). Demulsification of Water-in-Oil (W/O) Emulsion via Microwave Irradiation: An Optimization. *Scientific Research and Essay*, 231-243.
- Nsb Notes. (2011). Retrieved Febrero 20, 2015, from Soap, Water and Oil: <http://nsb.wikidot.com/c-9-5-5-4>
- Padrón, A., & Zúñiga, P. (2005). *Aplicación de la técnica de microscopía óptica para la caracterización de sistemas dispersos formados por crudo, agua y sólidos*. TEG, Universidad Central de Venezuela, Caracas.
- Raisin, J. (2011). *Electrocoalescence in Water-in-Oil Emulsions: Toward an Efficiency Criterion*. PhD Thesis, University of Grenoble .
- Sjöblom, J., & Aske, N. (2002). Our current understanding of water in crude oil emulsions: Recent characterization techniques and high pressure performance . *Advances in Colloid and Interface Science* , 399-473.
- Sorondo, A. (2012). *Desestabilización de emulsiones w/o aplicando microondas en el material de distintas fosas* . TEG, Universidad Central de Venezuela, Caracas.

Sorrentino, J. A. (2002). Advances in correlating filter cake properties with particle collective characteristics. Shaker Verlag, Alemania: Tesis Doctoral Universidad de Karlsruhe.

Stein, H. N. (1993). The drainage of free liquid films. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* . 79, 71-80.

