

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

**EVALUACIÓN DE INHIBIDORES ANTI-INCRUSTANTES EN
TUBERÍAS DE AGUA DE PRODUCCIÓN**

Presentado ante la Ilustre

Universidad Central de Venezuela

Por los Br. López V., Xuxangela del V.,

Rojas B., José G.

Para optar al Título

De Ingeniero Químico

Caracas, Mayo de 2010

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

EVALUACIÓN DE INHIBIDORES ANTI-INCRUSTANTES EN TUBERÍAS DE AGUA DE PRODUCCIÓN

TUTOR ACADÉMICO: Ing. Francisco Yáñez.

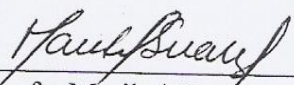
Presentado ante la Ilustre
Universidad Central de Venezuela
Por los Br. López V., Xuxangela del V.,
Rojas B., José G.
Para optar al Título
De Ingeniero Químico.

Caracas, Mayo de 2010

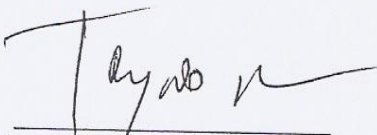
Los abajo firmantes, miembros del Jurado designado por el Consejo de Escuela de Ingeniería Química, para evaluar el Trabajo Especial de Grado presentado por los Bachilleres Xuxangela del V. López V. y José G. Rojas B., titulado:

“EVALUACIÓN DE INHIBIDORES ANTI-INCRUSTANTES EN TUBERÍA DE AGUA DE PRODUCCIÓN”

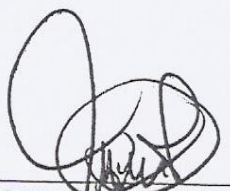
Consideran que el mismo cumple con los requisitos exigidos por el plan de estudios conducente al Título de Ingeniero Químico, y sin que ello signifique que se hacen solidarios con las ideas expuestas por los autores, lo declaran **APROBADO.**



Prof. Maribel Suarez
Jurado



Prof. Trino Romero
Jurado



Prof. Francisco Yáñez
Tutor Académico

**UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA**

Caracas, 11 de Mayo de 2010

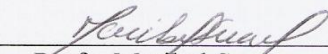
**ACTA
MENCIÓN HONORÍFICA**

Los miembros del jurado examinador del Trabajo Especial de Grado para optar al Título de Ingeniera Química presentado por los bachilleres **Xuxangela del V. López V.** (17.074.784) y **José G. Rojas B.** (C.I. 17.576.012) y cuyo título es **“EVALUACIÓN DE INHIBIDORES ANTI-INCORUSTANTES EN TUBERÍA DE AGUA DE PRODUCCIÓN”** consideramos que merece ser reconocido con una **Mención Honorífica**.

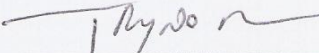
Luego de finalizada la defensa pública y considerando que:

1. El trabajo realiza un aporte significativo, desde el punto de vista técnico y de investigación, en el área de desarrollo de inhibidores anti-incrustantes que impacta directamente a la mejora de la industria nacional por medio de innovación en productos orgánicos.
2. Es un trabajo de alto nivel que involucra el uso correcto de las herramientas de evaluación y análisis que un Ingeniero Químico debe manejar. Así como también, supera los requerimientos establecidos en la normativa para Trabajos Especiales de Grado de la Facultad de Ingeniería - UCV.
3. Los bachilleres se involucraron con el tema, obteniendo un amplio conocimiento tanto a nivel de experimentación, análisis y evaluación rigurosa de las condiciones que favorecen la formación de incrustaciones en diferentes áreas de contacto.
4. Los bachilleres realizaron una presentación de su trabajo de forma excelsa y respondieron todas las preguntas que tuvieron a bien realizar el jurado mostrando un dominio del trabajo que realizaron.

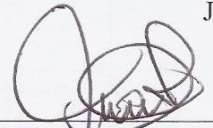
Acordado y firmado a los once días del mes de Mayo del dos mil diez.



Prof. Maribel Suárez
Jurado



Prof. Trino Romero
Jurado



Prof. Francisco Yáñez
Tutor Académico

Ciudad Universitaria de Caracas- Patrimonio Cultural de la Humanidad

DEDICATORIAS

DEDICATORIAS DE XUXANGELA LOPEZ VASQUEZ

A Dios, por su inmenso amor derramado sobre mí, demostrándome que con empeño, dedicación y fé podemos cumplir todas nuestras metas y ayudándome a nunca decaer a pesar de las pruebas que siempre nos encontramos en el camino de la vida.

A mi mamá y hermanas por creer en mí y apoyarme en todo momento, este logro es tan suyo como mío.

DEDICATORIAS DE JOSÉ G. ROJAS BENITEZ

A Dios por haberme dado la vida, salud, inteligencia y derramar sobre mi todos aquellos dones y bendiciones que me han ayudado a ser mejor persona y ahora un profesional.

A mis padres por darme todo lo que tengo y lo que soy, gracias a ellos mi vida ha sido más fácil y han hecho que lo malo se vea bonito, que todo problema tiene solución y de cada experiencia se aprende, son mi vida y mi razón de ser. Los AMO!

A mis hermanos por enseñar que con sacrificio se logran los mejores sueños y metas, por su apoyo incondicional y por siempre estar a mi lado, son los mejores hermanos.

A mi familia por enseñar valores, unión, respeto y amor, que lo mejor de la familia es estar siempre unidos en todo momento, los quiero mucho, siempre doy gracias a Dios por la gran familia que me dio.

A mis amigos por su apoyo incondicional y siempre creer en mí y darme confianza cuando la necesitaba.

AGRADECIMIENTOS

AGRADECIMIENTOS DE XUXANGELA LOPEZ VASQUEZ

A Dios y La Virgen del Valle por protegerme y guiar mis pasos en todo momento para convertirme en la persona que soy hoy en día.

A la Ilustre Universidad Central de Venezuela, donde no solo recibí conocimientos académicos y me forme como profesional. En ella viví muchas experiencias que me ayudaron a madurar y crecer cada día más como persona.

A mi mami, que puedo decirte..... GRACIAS por haberme dado la vida y estar ahí para mí SIEMPRE que lo he necesitado, haciendo lo imposible para que estemos bien y facilitarnos al máximo lo dura, que en algunos casos puede resultar la vida. Eres mi ejemplo a seguir y la mujer en la que me quiero convertir en un futuro! Simplemente TE AMO.

Papá, gracias por brindarme la oportunidad de formarme en esta universidad, estar pendiente de mí y luchar para hacerme crecer cada día como persona, por ser el profesional exitoso e intachable que eres, te admiro y espero ser así en mi carrera. Gracias por todo!! Te quiero muchísimo.

A Dascha, Jos y Mert, babies => mis puntos de apoyo.... gracias por estar ahí en las buenas y en las malas..... gracias por siempre poder contar con ustedes en cualquier momento, no sé qué sería de mi vida si me faltara alguna!! Las amo!!!

A Pepi, amiga, llegaste en el momento justo a mi vida, no sabes cuánto agradezco a Dios el haberte colocado en mi camino, eres de esas personas inolvidables, y me demostraste que existe la amistad verdadera, incondicional y desinteresada. Siempre estas dispuesta a ayudar sin importar lo que sea y no solo a mi sino a mi familia a los que adoptaste como tuyos. Es por esto y tantas cosas más que te convertiste en otra hermana para mí! Te quiero!!!!

A mis tías y tíos, Judith, Henry y Marcos. Gracias por siempre estar pendientes de mí, así como mis propios padres. A mis primos Vane, Clau, Mike, Gregorio, Val, gracias niños, los quiero. Sé que todos están acá conmigo llenos de energías positivas.

A mi tutor, Yeyo, gracias por compartir tus conocimientos y ayudarnos a culminar esta etapa de nuestras vidas. También a todos aquellos profesores que de alguna u otra forma pusieron su granito de arena para mi formación como profesional, Mariluz, Leo, Jhonny, Trino, Johliny, Kum, Maribel... Al sr Armando, sin su ayuda y

experiencia no hubiese sido posible la culminación de este trabajo de investigación. Gracias por todo.

A PDVSA-INTEVEP y el Laboratorio de Química instrumental de la Escuela de Metalurgia por su apoyo en la realización de los análisis necesarios para el desarrollo de esta investigación

A José Gregorio, mi compañero de tesis, siempre te estaré agradecida por haberme ayudado a culminar esta etapa, sin ti no hubiese sido lo mismo, este logro es de ambos!! Te quiero.

A Marietta y Migue gracias por brindarme siempre su apoyo y estar pendiente de nosotras, ayudando en lo que se necesite, siempre con las palabras exactas en el momento necesario, logrando levantar el ánimo por muy caído que esté.

A la familia Marinelli, por haber abierto las puertas de su hogar y habernos recibido a mí y a mis hermanas como unas hijas más.... Muchas gracias!

A la Sra. Mina Alonso; por toda su colaboración y disposición en la realización de este tomo, los resultados no hubiesen sido los mismos de no ser por usted! Muchas gracias!

A Bonnie y el sr Gustavo, no solo por haberme brindado la oportunidad de desarrollarme laboralmente, sino por todo su apoyo y comprensión, GRACIAS.

Por mucho esfuerzo, ganas y dedicación jamás hubiese podido lograr esto sin la ayuda de tantas personas lindas que tuve el placer de conocer durante esta etapa, personas llenas de energías positivas que supieron darme aliento en los momentos en que más lo necesité, con los que compartí en salones de clase, fuera de ellos, alegrías, tristezas... tantos momentos que nunca olvidaré....

A mis amigos de primer semestre con los que inicié esta aventura =)... Andre, amiga, gracias por brindarme tu amistad, apoyo y abrir las puertas de tu hogar, te quiero muchísimo. Dani, siempre serás una persona súper especial para mí!! Marquito gracias por estar siempre pendiente de mi, incluso desde otro continente ;) te quierooo. ArDu, Make, Perú, Pumba.. gracias por todo, nada hubiese sido igual sin ustedes.

Daye... AMIGA, no sabes lo inmensamente agradecida que estoy por tu amistad, igual de ácida que yo y criticadas por eso jajajajajajaja... SIEMPRE estás ahí para lo que necesite sin importar lo que sea, mi otra compañera de tesis... Conoces mis más oscuros secretos jajajajajajajajajaja de no ser porque eres mujer creo que serías el novio perfecto para mí! ;) TE QUIERO!!!!

Amiguis gracias por todo tu apoyo, por aguantar todas mis necesidades y estar conmigo en los momentos que más necesite de un amigo sincero, siempre dispuesto a consolarme o hacerme reír cuando la situación lo ameritaba. Te quiero mucho.

Alberto y Oscar muchísimas gracias por su amistad =). Alain, mi novio ficticio =) gracias por estar pendiente a través de la Pepi y por todos tus detalles, eres una persona súper especial y de excelentes sentimientos, por eso no sabes lo orgullosa que estoy de que te conviertas en el esposo de mi otra hermana mayor ;). Ramonsito gracias por tu amistad y por tu alegría con la que contagias a todos a tu alrededor haciendo todo aún más divertido, gracias por tus palabras de apoyo cuando lo necesite, te quiero muchísimo =). Andrés amigoooooooo te quierooo, gracias por estar ahí! Siempre pendiente de lo que salga!! Tu y Auri han hecho mi vida mucho más divertida, hemos compartido muchos momentos y espero poder seguir contando con su amistad!!! Gabitoooo! Mi compañero de diseño, se que te hubiese encantado estar acá en este momento... lo estás!!! Con tu personalidad única hiciste de los momentos más aburridos, una situación inolvidable... nunca olvidare las sesiones de estudio en mi casa, parque central con tus ocurrencias, sustos, etc, etc, etc. Te quiero muchísimo!!! Pedrito gracias por tu amistad y todos los momentos compartidos, en poco tiempo te ganaste mi cariño y confianza =).

Auri amigaaa, siempre dulce y con una sonrisa para todos (lo opuesto a mi jajajajajaj) gracias por brindarme tu amistad y abrirme las puertas de tu hogar! Eres súper importante para mi!!! TE QUIERO. Andrea amiga, todo un personaje...se que aunque no estás aquí físicamente, desde tu casa estas enviando tus mejores energías para que todo salga bien!! Gracias por tu amistad y tus ocurrencias, aunque me la pase peleando contigo jajajajaj te quiero!! Vane, mi otra hermanita, siempre pendiente de nosotras y cuidando a Dascha, gracias por todo!! Te quiero mucho!

Y por último pero no por eso menos importante a todas aquellas personas que día a día contribuyeron a lo mejor sin saberlo a que esta experiencia fuera mucho más llevadera e inolvidable, de verdad espero no olvidar a ninguno ya que todos y cada uno son igual de importantes, de ser así, por favor discúlpeme, igual los tengo presente y los quiero! Fung, Yaque, Richard, Oscar, María, Carlos S., Hussein, Angela L, Ariadna, Julia, Sergio, Diana, Lessa, Haydee, Edita, Irmí.... Todos EXCELENTES personas y amigos!!!

AGRADECIMIENTOS DE JOSÉ G. ROJAS BENITEZ

A DIOS por ser lo más grande que existe, por darme salud, inteligencia, sabiduría, confianza y fé en todo momento, siempre gracias a él confié que todo iba a salir bien y aquí estoy cumpliendo una de mis mayores metas y sueños. Gracias!!!

A la Virgen de Betania, la Virgen del Valle, la Virgen de la Rosa Mística y la Beata Madre María de San José, por darme salud, sabiduría y confianza en el proceso de esta carrera.

A la ilustre Universidad Central de Venezuela, por darme la oportunidad de ser mejor persona tanto integral o espiritualmente, por haberme formado profesionalmente. A la Escuela de Ingeniería Química a todos los profesores, amigos y personal, por siempre darme apoyo en todo lo que llegue a necesitar.

A mis padres, por siempre apoyarme, inspirarme confianza, valores inteligencia, ética y moral, a valorar la vida, saber sobre llevar los problemas, a levantarme cada vez que me he caído, gracias Madre por tu mano amiga, TE QUIERO MUCHO, Dios te bendiga y la virgen te de mucha salud, eres lo más grande que Dios me ha dado sin ti sencillamente no sería nada, Padre te extraño muchísimo, pero sé que desde el cielo me acompañas y estas muy orgulloso de mi, de lo grande y de la gran persona que me has hecho ser, Te QUIERO MUCHO, PADRES LOS AMO!!!

A mis hermanos (Osmarelia y Osmar) por su gran apoyo para poder seguir con mis estudios cuando nuestro padre ya no estaba, por ser mi ejemplo a seguir y siempre estar a mi lado, por cuidar de mamá cuando no he podido, los Quiero muchísimo.

A mi hermana Nelly, por ser mi segunda madre, Dios te Bendiga y la virgen te colme siempre de muchas bendiciones, te multipliquen todo los sacrificios, madrugadas, trasnochos y apoyo que siempre me has dado, TE QUIERO HERMANA. A mi cuñado Sr. Oswaldo y mi Sobrina Osmelly por abrirme las puertas de su casa, apoyarme y brindarme una mano amiga cuando la necesite, muchas gracias, los quiero mucho. A mi hermano Luis por ser mi ejemplo y gran parecido a mi padre.

A Yaneth por ser uno de mis mayores ejemplo, de constancia, sabiduría, fé y esperanza de que todo siempre puede salir bien con el favor de Dios, ahora no solo somos familia si no hermanos ucevistas, que éxito!! Te Quiero mucho y Extraño!

A mi primi Zulibeth, gracias por ser como una hermana mayor, contigo he vivido momentos inolvidables, hemos reído y llorado, contigo he compartido gran parte de mi vida, GRACIAS por siempre estar a mi lado, por todos tus consejos, sencillamente eres muy importante para mí. A Karina gracias por demostrarme que cuando se quiere se puede, que cuando se tiene una meta con esfuerzo, trabajo y dedicación se puede lograr, madrina, primi y casi hermana mayor eres muy especial, gracias por tu

hermosa familia (Albenys, Marielsy y Christian) siempre nos han alegrado los momentos. Tibisay gracias por todo tu apoyo, por tus bellas hijas y siempre darme una mano amiga cuando lo necesite. LOS QUIERO MUCHO!!! GRACIAS!!!

A mis Tíos Pedro y Vicente por ser mis segundos padres, a mis Tías (Mary, Juanita, Emilia, Ana e Isabel) por ser mis amigas e inspirarme que con esfuerzo obtenemos lo que queremos, y a todos mis primos y sobrinos son muchos disculpen por no nombrarlos, Gracias a mi gran familia Rojas Benitez siendo todos profesionales en los que me orgullece tener a mi lado y han sido inspiración para llegar a ser un excelente profesional.

A mi tutor y profesor Francisco Yáñez, por todo su apoyo, comprensión y confianza en la realización de esta investigación, Gracias por todos tus consejos y asesoría.

A mi compañera de tesis y amiga, Xuxangela GRACIAS por todo tu apoyo, por ser incondicional en todo momento, por todos los momentos que hemos compartido, hemos reído, llorado, trasnochado, entre otras cosas que nos han hecho ser mejor personas y ahora profesionales, gracias por ser parte de este sueño y meta que juntos estamos llevando a cabo, recordemos que de todo siempre aprendemos, gracias por todos los abrazos y brindarme confianza, abrirme las puertas de tu casa y familia, DIOS TE BENDIGA!!! TE QUIERO MUCHO!!!. A tu hermana Dasha por siempre alegrarnos los momentos, brindarnos apoyo y ayuda, gracias por siempre darnos una sonrisa cuando pensábamos que todo iba mal, gracias por acompañarnos en todo momento, eres muy especial Te Quiero y a tus demás hermanas (Milka y Josmil) muchas gracias y en general a la familia López Vásquez.

A mi amiga Dayenni, gracias por todo tu apoyo, hemos reído, llorado, gracias por siempre estar a mi lado, por demostrarme que no importa lo que piensen los demás que lo que realmente importa es sentirse bien y que hay que vivir la vida a nuestra manera, que no existe un manual para ella, MIL GRACIAS. TE QUIERO MUCHO!!

A mi amiga Andrea, te extrañaré mucho este día tan especial, estoy muy orgulloso de ti, eres una chica súper agradable con una bella familia, compartimos muchos momentos inolvidables, gracias por siempre estar a mi lado, en todo momento bien sea de estudio, etc., gracias por tu apoyo y confianza, gracias por llegar a mi vida y ser parte de esta etapa, sin ti no hubiese sido lo que fue, excelente!!. TE QUIERO MUCHO!!!

A mi amiga de toda la carrera, Yaquelin!!! Amiga te convertiste en una persona súper importante para mí, tanto que casi una hermana, hemos llorado, reído, compartido muchos momentos demostrando que somos incondicionales el uno para el otro, de verdad que sin ti esta carrera no hubiese sido lo que fue, Dios te bendiga hoy y siempre, te de mucha salud y derrame sobre ti mucho éxito te lo mereces, TE QUIERO MUCHO!!! GRACIAS AMIGA!!!

A mi Tamis (Tamara) Gracias por convertirte en una amiga súper incondicional, desde que te conocí me inspiraste mucha confianza, gracias por demostrarme que siempre que se quiere se puede, hemos compartido muchos momentos, éxitos y cosas buenas!!! Dios te bendiga a ti y a mi mamá postiza (Carmen) y tu bella familia, Los Quiero Mucho, gracias por abrirme las puertas de su casa, nunca los olvidaré.

A mi Siames (Mayerling), amiga gracias por siempre estar a mi lado, desde comienzos de esta meta te convertiste en una amiga inseparable, compartimos momentos inolvidables donde reímos y lloramos, generando confianza cada día más, gracias por tu hermosa familia, que siempre nos brindaron mucho apoyo, Los quiero muchísimo, gracias por siempre estar cuando los necesité. Los extraño!!!

A Saúl, gracias hermano por siempre estar a mi lado, recuerda que no importa cuando se llegue a la meta sino saber llegar y nunca decaer, te quiero mucho.

A Gabriel, gracias por siempre ser como eres, un pana incondicional, compartimos muchos momentos juntos en los que fuimos como hermanos. Gracias amigo, se te quiero ful!!!

A Ramón Losada, gracias por el apoyo que siempre me diste, por tu sentido del humor, optimismo, confianza y ayuda incondicional, has demostrado ser un buen amigo y compañero de la universidad y ahora de trabajo, te admiro y gracias por tu amistad, Se te quiero mucho hermano!!!

A mi amiga Julia, por abrirme las puertas de su corazón, gracias por ser incondicional y apoyarme siempre, gracias totales y a tu esplendida familia!!! Dios los Bendiga.

A mi amiga Andreina, gracias por ser incondicional, por siempre estar a mi lado, por brindarme mucho apoyo, por abrirme las puertas de tu casa, siendo este como otro de nuestros hogares. Gracias TE QUIERO MUCHO!!

A mi amiga Aurimar por todos los momentos que pasamos juntos de estudio, distracción y por todas aquellas develadas para poder tener el éxito que ahora tenemos, estoy muy orgulloso de ti, Ingeniera. A mi amiga Sorely muchas gracias por ser incondicional. Las Quiero Mucho.

A mi querida amiga María Cabrera (Pepi), siempre tan servicial y pendiente de ayudarnos, muchas gracias por estar a mi lado, eres muy importante, Te Quiero Full.

Mildred, Sayidh, Vanessa, Jhirvida, Lessa, Betty, Ángela, Diana Hidalgo, Anyenaily, Verónica, Denise, Ariadna, Lizza, Erika, Nathalie, María, Nohelys y Vanessa, a mis panas Andrés, Richard, Sergio, Fung, Oscar Fraute, Alain, Flavio, Albex y Anaya. A mis amigas del colegio Ana, Ismery y Dohana gracias por siempre ser incondicionales las extraño mucho y las quiero, siempre las tengo presente, las extraño mucho. Gracias a mis amigos Miguel y Hector gracias por ser mis hermanos y compadres en todo momento, disculpen si se me escapa alguien, Los quiero.

A mi amiga Fiorella, Gracias por entrar a mi vida, apoyarme en muchos aspectos, te has convertido en una amiga inseparable y me has inspirado una confianza enorme, gracias por ser un ejemplo a seguir mi coordinadora estrella, gracias por estar a mi lado cuando lo he necesitado y en todo momento, gracias por ser especial. TE QUIERO MUCHO!!! Gracias por estar aquí. A mi pana Jaen por ser incondicional y ser como un hermano menor y amigo en todo momento, gracias por siempre estar de buen humor y saber sobrellevar las cosas con buen ánimo, Te quiero mi pana. A Francisco Salles por ser siempre comprensivo e incondicional, eres un ejemplo a seguir, cuando sea jefe quiero ser como tú. Gracias se te quiere mucho.

A PDVSA INTEVEP y Laboratorio Químico Instrumental de la Escuela de Metalurgia y Ciencias de los Materiales por su apoyo en realizarnos estudios experimentales. Al señor Armando por su apoyo y los Profesores Luis García, Trino, Kum, Oropeza, Jhony, Maribel Suarez, Mary Luz Alonso, Anubis y María Rodríguez, Iradía y Leudith.

López V. Xuxangela del V., Rojas B. José G.

EVALUACIÓN DE INHIBIDORES ANTI-INCRUSTANTES EN TUBERÍAS DE AGUA DE PRODUCCIÓN.

Tutor Académico: Ing. Francisco Yáñez. Tesis. Caracas, U.C.V. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Química. 2010. N° Pág. 179.

Palabras clave: Incrustaciones, inhibidores, agua de producción, precipitados de calcio, extracto de mango.

Resumen. El objetivo de la presente investigación es la evaluación de diferentes inhibidores (orgánicos y sintéticos) anti-incrustantes en tuberías de agua de producción, y la determinación de las condiciones que favorecen la formación de incrustaciones. Se realizaron pruebas en estado estático y dinámico, en las que se colocó en contacto anillos Pall (simulando tuberías) con agua sintética preparada según lo indicó la Norma NACE TM0374. Evaluando la repetitividad de los resultados y analizando las variables establecidas para que se generaran depósitos de minerales sobre las superficies en estudio.

Se realizaron pruebas en estado estático para un volumen constante y variación de la cantidad de anillos, ensayos dinámicos con variación de flujo y cantidad constante de anillos y viceversa, a condiciones ambientales. Posteriormente según los resultados obtenidos (20 anillos y proporción de incrustación) se procedió a realizar experiencias estáticas a un volumen de 500 mL y se inyectaron los inhibidores orgánicos (Aloe Vera y Extracto de mango), y sintéticos Bi-fosfato y Tri-fosfato, a temperatura de 40 a 50 °C y presión ambiente, aunado a esto se realizó un blanco (en estático y dinámico) a estas condiciones para determinar la proporción de incrustación. Estas pruebas también se realizaron en dinámico a un flujo de 30 L/min, resultado obtenido por la primera etapa de ensayos. Se ejecutaron pruebas para evaluar la remoción de incrustaciones ya formadas en los anillos con Extracto de mango y Tri-fosfato que generaron los mejores resultados en la segunda etapa de pruebas. Se midió pH y conductividad de la solución sintética inicial y final, para corroborar como varían en el sistema. Las conclusiones obtenidas fueron que la proporción de incrustación no depende de la cantidad de superficies (anillos), siendo este un parámetro confiable que indica si hay presencia de incrustaciones, el estudio de la conductividad indicó que su disminución es señal de la deposición de calcio, se demostró que al disminuir el flujo de operación en estado dinámico y aumentar la temperatura tanto en estado estático como dinámico favorece la formación de incrustaciones. Existe repetitividad en los resultados al variar las condiciones de temperatura, área de contacto, flujos y volumen en las pruebas realizadas. El Tri-fosfato evitó en mayor proporción el proceso de formación de incrustaciones, el segundo mejor inhibidor fue el extracto de mango, el tercero Aloe Vera y cuarto el Bi-fosfato. La morfología presentada por los cristales coincidió con la estructura de la aragonita para todos los inhibidores aplicados, los espectros obtenidos por EDS, revelan gran cantidad de calcio en las estructuras y además cloro y sodio en los cuerpos amorfos, Los inhibidores modificaron los cristales las muestras estudiadas y presentaron estabilidad térmica.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE FIGURAS.....	viii
ÍNDICE DE TABLAS.....	xiv
INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO I.....	3
FUNDAMENTO DE LA INVESTIGACIÓN	3
1.1.- Planteamiento del Problema	3
1.2.- Antecedentes	5
1.3.- Objetivos.....	8
1.3.1.- Objetivo General.....	8
1.3.2.- Objetivos Específicos	8
CAPÍTULO II	10
MARCO TEÓRICO	10
2.1.- Agua de producción.....	10
2.2.- Dureza del agua	11
2.2.1- Tipos de dureza.....	11
2.2.1.1.- Dureza temporal.....	11
2.2.1.2.- Dureza permanente.	12
2.2.3.- Clasificación de la dureza del agua.....	13
2.3.- Incrustaciones	13
2.3.1.- Formación de incrustaciones	14
2.3.1.1.- Disolución.....	15

2.3.1.2.- Solubilidad del carbonato de calcio.....	16
2.3.1.3.- Súper saturación.....	17
2.3.1.4.- Nucleación	18
2.3.1.5.- Tipos de nucleación.	18
2.4.- Tipos de incrustaciones.....	20
2.4.1.- Carbonato de Calcio.....	20
2.4.2.- Sulfato de Calcio.....	21
2.4.3.- Sulfato de Bario	22
2.4.4.- Sulfato de Estroncio.....	23
2.4.5.- Incrustaciones de Hierro (Fe_2O_3 y Fe_2O_4)	23
2.5.- Estructuras de calcio	23
2.6.- Control de las incrustaciones	25
2.6.1.- Métodos mecánicos.....	25
2.6.2.- Métodos químicos.....	26
2.6.2.1.- Acidificación.....	26
2.6.2.2.- Agentes Quelantes.	27
2.6.2.3.- Inhibidores de incrustación.....	28
2.7.- Tipos de inhibidores	30
2.7.1.- Polifosfatos.	30
2.7.2.- Bio-Inhibidores de incrustaciones.	30
2.7.2.1.- Aloe Vera.....	31
2.7.2.2.- Composición química del aloe vera.....	32
2.8.- Características de los inhibidores de incrustaciones.....	33

2.9.- Mecanismos de acción de los inhibidores.....	34
CAPÍTULO III.....	36
MARCO METODOLÓGICO.....	36
3.1.- Evaluar y verificar la repetitividad de los parámetros fisicoquímicos que favorecen la formación de incrustaciones en diferentes áreas de contacto.	36
3.2.- Preparación y acondicionamiento de los anillos Pall.....	38
3.3.- Preparación del agua sintética que simule el agua de producción.....	38
3.4.- Pruebas para evaluar la formación de incrustaciones en diferentes condiciones de trabajo.....	39
3.4.1.- Pruebas de incrustaciones en régimen estático.....	39
3.4.1.1.- Pruebas en estado estático evaluando el área de contacto de los anillos Pall con el agua de producción.....	40
3.4.2.- Pruebas de incrustaciones con flujo en estado dinámico.....	43
3.4.2.1.- Descripción del equipo para pruebas dinámicas de incrustaciones. .	43
3.4.2.2.- Operación y puesta en marcha del sistema de pruebas de incrustación en régimen continuo.....	51
3.4.2.3.- Lista de las pruebas dinámicas de incrustaciones a realizar.	53
3.5.- Evaluación y aplicación de un tratamiento químico para evitar que se formen incrustaciones.	55
3.6.- Inyección de los diferentes inhibidores anti-incrustantes en flujo dinámico y estático.....	56
3.6.1.- Pruebas de inyección de inhibidores y evaluación de su eficiencia anti-incrustante con flujo en estado estático.....	56
3.6.1.1.- Lista de las pruebas estáticas de incrustaciones con inyección de inhibidores realizadas.....	58

3.6.2.- Ensayos de inyección de inhibidores y evaluación de su eficiencia anti-incrustante con flujo en estado dinámico.....	60
3.6.2.1.- Descripción del equipo para pruebas dinámicas de incrustaciones con temperatura y con inyección de inhibidores.....	64
3.6.3.- Operación y puesta en marcha del sistema de pruebas de incrustación con inyección de inhibidores en régimen continuo de trabajo.....	69
3.6.3.1.- Listado de las pruebas realizadas en estado dinámico evaluando incrustaciones con inyección de inhibidores.....	72
CAPÍTULO IV	80
RESULTADOS Y DISCUSIÓN	80
4.1.- Condiciones que favorecen la formación de incrustaciones.....	80
4.2.- Influencia de la temperatura en la formación de incrustaciones.....	91
4.2.1.- Influencia de la temperatura en la formación de incrustaciones en pruebas en estado estático.....	91
4.2.2.- Influencia de la temperatura en la formación de incrustaciones en pruebas en estado dinámico.....	93
4.3.- Tratamiento químico para inhibir la formación de incrustaciones.	95
4.3.1.- Tratamiento químico para inhibir la formación de incrustaciones en estado estático.	96
4.3.1.- Tratamiento químico para inhibir la formación de incrustaciones en estado dinámico.....	100
4.6.- Capacidad de los inhibidores de retirar formaciones de incrustaciones ya adheridas en las superficies de contacto.....	111
4.6.1.- Capacidad de los inhibidores de retirar formaciones de incrustaciones ya adheridas en las superficies de contacto, en estado estático.	111

4.6.1.- Capacidad de los inhibidores de retirar o evitar formaciones de incrustaciones ya adheridas en las superficies de contacto, en estado dinámico.	114
CONCLUSIONES.....	122
RECOMENDACIONES.....	125
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	126
APÉNDICES.....	131
APÉNDICE A. Manual de operación de la planta desmineralizadora de agua, ubicada en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Central de Venezuela.	131
APÉNDICE B. Manual de operación de lavado y acondicionamiento del equipo de prueba de incrustaciones, ubicada en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Central de Venezuela.	133
APÉNDICE C. Manual de operación del equipo de pruebas de incrustación, ubicada en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Central de Venezuela.	134
APÉNDICE D. Manual de lavado y acondicionamiento de los anillos Pall de acero inoxidable.	136
APÉNDICE E. Cálculos tipo.	137
APÉNDICE F. Resultados de Espectroscopía de Energía Dispersiva.	142
APÉNDICE G. Tablas de resultados de los análisis para cada prueba realizada.	143
ANEXOS	148

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Incrustación CaCO_3	14
Figura 2. Formación de incrustaciones.....	15
Figura 3. Efecto de la temperatura en la solubilidad para el CaCO_3	16
Figura 4. Efecto de la presión parcial del CO_2 sobre la solubilidad del CaCO_3	17
Figura 5. Incrustaciones en tuberías.	20
Figura 6. Proceso de quelación para moléculas de BaSO_4	28
Figura 7. Composición química del Aloe Vera.	32
Figura 8. Anillos Pall de 5/8” de acero inoxidable (Elaboración Propia).	38
Figura 9. Recipientes plásticos donde se almacenaron las muestras iniciales y finales de la solución carbonatada (Elaboración propia).	42
Figura 10. Tanque (T-102) para almacenamiento de agua desmineralizada (Elaboración propia).....	44
Figura 11. Tanque (T-201) contenedor de la solución carbonatada (Elaboración propia).	44
Figura 12. Bomba centrífuga Pedrollo (Elaboración propia).	45
Figura 13. Tubería de Plexiglás (Elaboración propia).....	46
Figura 14. pHmetro METTLER TOLEDO MP 220 (Elaboración propia).	46
Figura 15. Conductímetro OAKTON (Elaboración propia).....	47
Figura 16. Planta de tratamiento de agua desmineralizada (Vista Oeste-Este) (Elaboración propia).....	48
Figura 17. Diagrama de flujo de proceso (DFP-02) del sistema de pruebas de incrustaciones en estado dinámico (Elaboración propia).....	49

Figura 18. Esquema gráfico del equipo de sistema de pruebas de formación de incrustaciones en estado dinámico (Elaboración propia)..... 50

Figura 19. Diagrama de flujo de proceso (DFP-03) del sistema de pruebas de incrustaciones con inhibidores en estado dinámico (Elaboración propia)..... 61

Figura 20. Esquema gráfico del equipo de sistema de pruebas de formación de incrustaciones suministrándole temperatura en estado dinámico (Elaboración propia).
..... 62

Figura 21. Tanque con serpentín (T-301), contenedor de la solución carbonatada e inhibidor correspondiente (Elaboración propia). 64

Figura 22. Bomba centrífuga Domosa y interruptor de encendido (Elaboración Propia). 65

Figura 23. Tanque de aluminio (T-302) vista de frente (Elaboración propia)..... 65

Figura 24. Tanque de aluminio (T-302) vista aérea (Elaboración propia). 65

Figura 25. Resistencia de calentamiento (Elaboración propia). 66

Figura 26. Termostato y bombillo, para regular la temperatura en el tanque (T-302) (Elaboración propia)..... 66

Figura 27. Tuberías y uniones de PVC, reductores y mangueras en el sistema (Elaboración Propia). 67

Figura 28. Sistema de calentamiento y prueba de inhibidores anti-incrustantes en tuberías de agua de producción (Elaboración propia). 68

Figura 29. Proceso de filtrado de todas las muestras de las soluciones, tanto iniciales como finales (Elaboración propia). 77

Figura 30. Balones aforados de 10 mL, conteniendo, muestras de solución cálcica para su medición, elaboración propia..... 77

Figura 31. Proceso de Absorción Atómica (Elaboración propia)..... 77

Figura 32. Espectroscopio de absorción atómica (Elaboración propia).	78
Figura 33. Espectroscopio de absorción atómica Perkin Elmer AAnalyst 300, en uso, elaboración propia.	78
Figura 34. Pruebas en estado estático (condiciones ambientales).	81
Figura 35. Concentraciones de Calcio de las pruebas realizadas en estado estático (variación del número de anillos).	82
Figura 36. Proporción de incrustación de pruebas realizadas en estado estático (variación del número de anillos).	82
Figura 37. Muestras, inicial y final, del agua sintética, para pruebas dinámicas (Condiciones ambientales).	84
Figura 38. Muestras A, B y C de los anillos en cada una de las etapas de los ensayos en estado dinámico (temperatura y presión ambiental).	85
Figura 39. Concentraciones de Calcio de las muestras iniciales y finales para los ensayos realizados variando el número de anillos y flujo constante.	86
Figura 40. Proporción de incrustación de pruebas realizadas en estado dinámico, variando la cantidad de anillos.	87
Figura 41. Proporción de incrustación para pruebas dinámica, con variación de flujo y cantidad de anillos constante.	88
Figura 42. Velocidades de flujos para cada prueba dinámica realizada (variación de flujo y cantidad de anillos).	90
Figura 43. Concentraciones de calcio en pruebas estáticas con diferente rango de temperatura.	92
Figura 44. Proporción de incrustación en pruebas estáticas, con distintos rangos de temperatura.	92
Figura 45. Concentraciones de Calcio en pruebas dinámicas variando temperatura.	93

Figura 46. Proporción de incrustación de pruebas dinámicas, con variación de temperatura.....	94
Figura 47. Muestra de los ensayos A, B y C realizados con diferentes inhibidores y temperatura en estado estático.	97
Figura 48. Concentraciones de Calcio de las pruebas estáticas con temperatura y distintos inhibidores	98
Figura 49. Proporción de incrustación en pruebas estáticas con temperatura y distintos inhibidores.	99
Figura 50. Estado inicial de los anillos para las pruebas estáticas.....	100
Figura 51. Muestra de los anillos al finalizar las pruebas estáticas con diferentes inhibidores (Aloe Vera, extracto de mango, bi-fosfato y tri-fosfato) y el blanco.	100
Figura 52. Concentraciones de Calcio de ensayos dinámicos con diferentes inhibidores.	102
Figura 53. Muestra inicial de agua sintética para ensayos dinámicos.	102
Figura 54. Muestras de agua sintética al finalizar los ensayos con cada uno de los inhibidores en estudio.	103
Figura 55. Proporción de incrustación de pruebas dinámicas con diferentes inhibidores.	104
Figura 56. Muestra A, B, C y D de los anillos con depósitos de minerales.	104
Figura 57. Cristales de carbonato de calcio con y sin tratamiento químico. (<i>Castillo, 2008</i>)	105
Figura 58. Microscopía electrónica de barrido de muestras tratadas con diferentes inhibidores de incrustación.	106

Figura 59. Potencial químico de las reacciones de transformación entre calcita y aragonita.	107
Figura 60. MEB de muestras obtenidas en los ensayos con inhibidores en régimen dinámico.	107
Figura 61. Espectros 1 de los elementos contenidos en los cristales presentes en los ensayos con diferentes inhibidores.....	109
Figura 62. Espectros 2 de los elementos contenidos en las muestras de los ensayos con distintos inhibidores en régimen estático.	109
Figura 63. Estándares uno y dos de carbonato de calcio y cloruro de sodio, respectivamente.....	111
Figura 64. Muestras A y B del estado final de las pruebas realizadas para remoción de incrustaciones (régimen estático).	112
Figura 65. Concentraciones de calcio de los ensayos realizados para la remoción de incrustaciones (dinámico).	113
Figura 66. Proporción de incrustación en los ensayos estáticos para remover depósitos de calcio.	114
Figura 67. Muestras de agua sintética inicial y final de los ensayos con Tri-fosfato y aloe vera como inhibidor para anillos ya incrustados), elaboración propia.....	115
Figura 68. Concentración de calcio inicial y final, de las experiencias realizadas para la remoción de incrustaciones (dinámico) con Tri-fosfato y aloe vera.	116
Figura 69. Proporción de incrustación de las pruebas ejecutadas para la remoción de incrustación en estado dinámico, con Tri-fosfato y aloe vera.....	117
Figura 70. MEB de las estructuras formadas de carbonatos de calcio y cuerpos amorfos, de las pruebas dinámicas realizadas con aloe vera y extracto de mango.	118

Figura 71. Espectros uno (1) para el estudio de EDS, realizado a los resultados de las pruebas en estado dinámico removiendo la formación de incrustaciones. 119

Figura 72. Espectros dos (2) para las pruebas en estado dinámico removiendo la formación de incrustaciones con inhibidores de Tri-fosfato y aloe vera.. 119

Figura 73. Diagrama de flujo de proceso (DFP-01) de la planta desmineralizadora de agua (Elaboración propia). 132

Figura 74. Espectros 1 de los elementos contenidos en los cristales presentes en los ensayos con diferentes inhibidores..... 142

Figura 75. Espectros 2 de los elementos contenidos en los cristales presentes en los ensayos con diferentes inhibidores..... 142

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.	Salas que determinan el tipo de dureza del agua.....	12
Tabla 2.	Clasificación de la dureza del agua	13
Tabla 3.	Características de las estructuras de Calcio.....	24
Tabla 4.	Características de inhibidores de uso frecuente.	29
Tabla 5.	Limitaciones de los inhibidores.....	34
Tabla 6.	Composición química del agua sintética usada en las experiencias de precipitación de Carbonato de Calcio, según lo indica la Norma NACE TM0374.	39
Tabla 7.	Composición química para dos litros de agua sintética a usar en las experiencias de precipitación de Carbonato de Calcio, según lo indica la Norma NACE TM0374.....	40
Tabla 8.	Composición química para quince (15) litros de agua sintética a usar en las experiencias de precipitación de Carbonato de Calcio, según lo indica la Norma NACE TM 0374.....	52
Tabla 9.	Composición química para dieciocho (18) litros de agua sintética a usar en las experiencias de inhibición de incrustaciones, según lo indica la Norma NACE TM 0374	70
Tabla 10.	Resumen de todas las pruebas dinámicas y estáticas de incrustaciones a realizar, con y sin aplicación de inhibidores.	79
Tabla 11.	Datos de pH y conductividad (inicial y final) de pruebas en estado estático con variación de área de contacto.	83
Tabla 12.	Propiedades fisicoquímicas de las soluciones iniciales y finales de pruebas dinámicas (variación de flujo y número de anillos).....	89

Tabla 13. Datos de pH y conductividad en pruebas estáticas con variación de temperatura.....	95
Tabla 14. Datos de pH y conductividad en pruebas dinámicas con variación de temperatura.....	95
Tabla 15. Datos de pH y Conductividad de pruebas realizadas con temperatura y distintos inhibidores.	96
Tabla 16. Datos de pH y conductividad de las pruebas dinámicas con diferentes inhibidores.....	101
Tabla 17. Datos de pH y conductividad de las pruebas de remoción de incrustaciones con Tri-fosfato y extracto de mango.	112
Tabla 18. Datos de pH y conductividad de pruebas dinámicas para remover incrustaciones.....	114
Tabla 19. Resultados de proporción y área de incrustación de la primera etapa de pruebas.	143
Tabla 20. Resultados de proporción y área de incrustación de la segunda etapa de pruebas.	144
Tabla 21. Resultados de proporción y área de incrustación de la tercera etapa de pruebas.	145
Tabla 22. Resultados de concentraciones de calcio de las pruebas en estado estático.	146
Tabla 23. Resultados de concentraciones de calcio de las pruebas en estado estático.	146
Tabla 23. Resultados de concentraciones de calcio de las pruebas en estado estático (Continuación).....	147
Tabla 24. Resultados de parámetros fluido-dinámicos de la mezcla para las pruebas en estado dinámico, en la que se varió el flujo en estudio.	147

INTRODUCCIÓN

Para la producción y extracción de petróleo es importante referirse al agua de producción, debido a que a los pozos productores se le introduce agua para estimular el crudo con la finalidad de disminuir su viscosidad y otras variables que alteran el proceso, es por ello que se facilita la succión de petróleo, aunado a esta extracción se debe retirar el agua sintética que se suministra a los campos y la que puede contener el pozo originalmente, estando en contacto con el crudo, rocas y minerales, es por ello que el agua extraída contiene una cantidad abundante de minerales en solución, lo que genera taponamientos en las tuberías siendo un problema de movilización de flujo, por la precipitación de iones calcio disueltos en la solución.

Estos problemas de deposición de minerales en las paredes internas de las tuberías, causan disminución del rendimiento y productividad de las empresas, generan un aumento en el tiempo de parada de las plantas para dar mantenimiento y lavado en los ductos, crean un aumento de costos asociados a la reparación de equipos, es por ello que en las industrias se deben enfocar en el aseguramiento de flujo, con el fin de garantizar un diseño adecuado de las instalaciones y reducir costos tanto de operación, mantenimiento y de tratamientos químicos que mitiguen este fenómeno. Es por ello que existe la necesidad de realizar el presente trabajo especial de grado, con la finalidad de determinar las condiciones de temperatura, flujo y proporción de incrustación en las que se favorecen la formación de incrustaciones, aunado a esto se aplicará un tratamiento químico (inyección de inhibidores) para evitar que haya incrustaciones en el sistema, se determinará las propiedades, efectividad y mecanismo de estos productos anti-incrustantes en tuberías de agua de producción.

Para cumplir con los objetivos de esta investigación se llevan a cabo pruebas en estado estático y dinámico en las que se evaluará la formación de incrustaciones sobre

muestras que simulan tuberías de agua de producción, en un tiempo de contacto de 24 horas, luego de estudiar y verificar la repetitividad de las mejores condiciones a la que se ve favorecido el proceso se prosigue a evaluar la capacidad de los inhibidores de evitar que se formen precipitados de carbonato de calcio. Por lo que se utilizarán inhibidores comerciales (Tri-fosfato y Bi-fosfato) y orgánicos (Aloe vera y Extracto de mango). Resaltando que el extracto de mango es un producto innovador de materia nacional y siendo una tecnología verde (amigable con el ambiente), la cual previamente no se ha utilizado para dicho estudio, al igual que anteriormente no se ha estudiado la efectividad del aloe vera en ensayos dinámicos, por lo que servirán de pruebas piloto para ver si mitigan la problemática o no.

Es por ello que existe la necesidad de generar tecnologías propias, que puedan solventar la problemática ocasionada por la formación de incrustaciones, mediante el uso de materias primas biodegradables como lo son el aloe vera y el extracto de mango, que puedan tener un impacto mínimo en el ambiente y que a su vez permitan incentivar la agroindustria en el país, promoviendo la actividad productiva y el bienestar social.

Motivado a esto se genera la presente investigación de evaluación de inhibidores anti-incrustantes en tubería de agua de producción, en el que se desglosará los fundamentos teóricos, metodología usada, resultados obtenidos, su análisis, posteriormente las conclusiones a las que se pudo llegar y recomendaciones, con la finalidad de garantizar el aseguramiento de flujo en las instalaciones de tuberías de agua de producción, previniendo el fenómeno de formación de incrustaciones.

CAPÍTULO I

FUNDAMENTO DE LA INVESTIGACIÓN

1.1.- Planteamiento del Problema.

En la industria petrolera es común referirse al agua de producción, como aquella que ha permanecido geológicamente en contacto con el petróleo, minerales y rocas de formación; incluyendo también otros tipos de agua que son producto de procesos de explotación de hidrocarburos y que estarán presentes en aquellos yacimientos que han sido estimulados artificialmente. Ésta contiene cantidades significativas de cationes inorgánicos tales como calcio, magnesio, bario y estroncio, y aniones como carbonato, bromuro y sulfato (*Ceci, 2003*). Es importante destacar que el factor de recuperación del petróleo depende del volumen de agua inyectada en el sistema (*Arnold et. al, 2004*), por lo que al extraerlo viene con una gran cantidad de agua de producción (conteniendo una cantidad elevada de sales minerales), que es conducida a sistemas de tuberías de un punto a otro y por lo que es necesario realizar un efectivo tratamiento de depuración para su posterior uso y recirculación.

Bajo ciertas condiciones, como lo son: flujos poco turbulentos y/o bajos, valores de pH elevados, tiempos de exposición prolongados y temperaturas elevadas (*Medina y Zea, 2008*), los cationes y aniones pueden dejar de estar en disolución, pueden contener concentraciones de soluto disueltas, más altas que su concentración en equilibrio, dando origen a una supersaturación, siendo esto causa primaria de deposición de minerales, pudiéndose formar unos cristales duros y densos que se denominan incrustaciones; los cuales se pueden formar a lo largo de ductos o tuberías

de producción así como en calderas, torres de refrigeración, bombas e intercambiadores de calor.

El efecto primario de la formación de incrustaciones en las tuberías y equipos es la reducción de la tasa de producción, al aumentar la rugosidad de la superficie interior del ducto, reducir el área de fluencia y disminuir la transferencia de calor; esto origina un aumento en la caída de presión y, en consecuencia la producción disminuye (*Selene y Jimenez, 2004*). Estas formaciones también originan accidentes de seguridad operacional cuando se depositan o se forman incrustaciones en válvulas de seguridad bien sea de superficie y/o de fondo (*Larrea y Malave*). Es por esto que las incrustaciones representan una gran problemática en la industria petrolera y en diferentes campo de manufactura, es decir en la industria en general, donde se trabaje o se transporte agua o fluidos con una cantidad elevada de sales minerales, dando origen a que se pueda generar este tipo de fenómeno, lo que conlleva a problemas de operación o de instalaciones, traduciéndose en un incremento de los costos de mantenimiento e incluso reemplazo de tuberías y equipos afectados.

Una vez formadas las incrustaciones, independientemente de la superficie donde haya afectado, se hace necesario el uso de una técnica de remoción y prevención que sea rápida y eficiente. Entre los sistemas de eliminación de esta acumulación de sedimentos existen diferentes métodos como lo son químicos, mecánicos y mixtos, y la elección del mismo dependerá de la ubicación de las incrustaciones y sus propiedades físicas y químicas.

Uno de los métodos más usados en la actualidad es el químico, resaltando la aplicación e inyección de inhibidores, bien sean orgánicos o sintéticos, como supresores de incrustación. Es importante destacar que se genera la iniciativa en buscar, explorar e indagar sobre alternativas no convencionales como lo son productos orgánicos, siendo una excelente opción de trabajo.

El presente Trabajo Especial de Grado se enfocará en el proceso de tratamiento químico del agua de producción, mediante el uso de diferentes tipos de inhibidores “anti-incrustantes”, para poder evaluar el comportamiento y eficiencia de los mismos y así remediar, o reducir los efectos de los problemas mencionados.

1.2.- Antecedentes

Para el desarrollo del presente estudio se toman como antecedentes los siguientes trabajos realizados, con el objetivo de tomar referencia de la investigación conceptual en el área de incrustaciones.

Castillo M. Luis A. (2005) “**Estudio de la factibilidad técnica de aplicación de biopolímeros y efecto de las nanopartículas en el tratamiento de incrustaciones y corrosión en la industria del gas**”. Se evaluaron biopolímeros como posibles inhibidores de corrosión e incrustaciones, por medio de análisis elementales e infrarrojos buscando un solvente apropiado y se determinó su estabilidad térmica y química. Los resultados demostraron que el biopolímero está formado por una estructura hidrocarbonada con grupos carboxílicos y alcohólicos, resultando soluble en agua y térmicamente estable hasta aproximadamente 125 °C. El biopolímero empleado no es corrosivo en las condiciones estudiadas y además como inhibidor de incrustaciones alcanza eficiencia hasta de 80% a las condiciones establecidas por la Norma NACE TM0374, siendo superiores de incrustaciones y posee eficiencia mayor a las obtenidas por los inhibidores comerciales, de esta forma se encontró que evita la formación de carbonatos de calcio y aglomeración de material poliméricos en la superficie. Se recomendó realizar pruebas en dinámico para evaluar la influencia del régimen del flujo y la rugosidad del material sobre la precipitación de carbonatos de calcio.

Mata O. Carlos A. (2007) “**Polisacáridos naturales como agentes anti-incrustantes**”. Se estudiaron las características fisicoquímicas con el fin de identificar el rango de acción de los mismos como inhibidores de incrustaciones.

También se determinó el grado de gravedad de esta problemática en aguas de producción con tendencia incrustante provenientes de los Distritos de Producción de PDVSA Occidente, Oriente y Centro-Sur y se evaluaron inhibidores basados en geles de aloe vera con distintos grados de procesamiento; estos, a su vez, fueron comparados con inhibidores sintéticos frecuentemente empleados en las operaciones de campo.

Se obtuvo que los polisacáridos presentes en los geles de *Aloe vera* estudiados, presentan una estructura hidrocarbonada con grupos funcionales carboxílicos e hidroxílicos, con un peso molecular que varía según el grado de deshidratación de las muestras. El inhibidor de incrustaciones basado en el gel de *Aloe vera* 200X presenta una estabilidad térmica hasta los 100 °C y una eficiencia para inhibir la formación de CaCO₃ mayor a cualquiera de los productos comerciales evaluados. Esta eficiencia se ve disminuida con el aumento de la concentración de calcio en el agua y con el aumento de la temperatura en el medio. El mecanismo de inhibición viene asociado a la concentración miscelar crítica del inhibidor y actúa modificando la morfología de los cristales de CaCO₃, haciéndolos menos incrustantes.

Medina V. Luis F., Zea A. Luis A. (2008) **“Determinación de los parámetros físico-químicos que favorecen la formación de incrustaciones en superficies de hierro, simulando el comportamiento de aguas de producción”**. En este trabajo se determinaron las condiciones físico-químicas que favorecen el proceso de incrustación en superficies de hierro. Para esto se simuló agua de producción que cumpliera con la norma NACE TM0374 y se realizaron pruebas en un equipo operando a flujo continuo, variando las condiciones de pH, conductividad, temperatura y flujo. Se llegó a la conclusión, que valores elevados de pH y temperatura, la presencia de sales disueltas en el agua sintética empleada y flujos poco turbulentos son condiciones que favorecen la formación de incrustaciones.

Castillo M. Luis A. (2008) **“Escalamiento tecnológico de un inhibidor de incrustaciones a base de gel de Aloe Vera para el aseguramiento de flujos en la**

industria del crudo y gas natural". La finalidad de este trabajo fue, evaluar la aplicación de tecnologías no convencionales y pocas estudiadas para evitar las incrustaciones en tuberías de producción, líneas de transmisión y de distribución, todo esto basándose en el uso de polisacáridos del gel de Aloe Vera, realizando un estudio detallado de este compuesto para observar y evaluar cual es su mecanismo de acción, estabilidad microbiológica y su tendencia incrustante en aguas de producción.

Se obtuvo que los polisacáridos contenidos en el gel de Aloe Vera, presentan una estructura hidrocarbonada con grupos funcionales carboxílicos e hidroxílicos. Se determinó que el mecanismo de inhibición se adapta al modelo caja de huevo, debido a que se modifica la morfología de los cristales, es importante destacar que este proceso es relevante para concentraciones críticas del inhibidor de incrustación en la solución. En este trabajo especial de grado se pudo concluir que, el gel de Aloe Vera deshidratado se adapta mucho mejor para formulaciones de inhibidores de incrustaciones que el gel hidratado, aunque presenta cambios de morfología de los sólidos formados en su presencia; pudiendo ser estabilizado microbiológicamente y aplicado en distintas instalaciones de producción de PDVSA. El inhibidor de incrustaciones evaluado según formulaciones de gel de Aloe Vera, presentó una buena eficiencia y alto desempeño evitando incrustaciones en aguas de producción de Occidente, Oriente y Centro Sur del país, previniendo la formación de carbonato de calcio y se pudo determinar que no había presencia de sólidos en las instalaciones y pozos estudiados en dicha experiencia de trabajo.

1.3.- Objetivos

1.3.1.- Objetivo General

- Estudiar, evaluar y determinar las condiciones que favorecen la formación de incrustaciones (temperatura, flujo) en tuberías con flujo de agua de producción (sintética).
- Estudiar, evaluar y determinar las propiedades y eficiencia de diferentes inhibidores que eviten la formación de incrustaciones en tuberías con flujo de agua de producción.

1.3.2.- Objetivos Específicos

1. Verificar la repetitividad de los resultados de las pruebas con flujo continuo, y condiciones específicas de temperatura, pH, conductancia; y tiempo en el que se forman incrustaciones en tramos de tuberías y superficies de hierro a diferentes flujos.
2. Preparar agua sintética con propiedades físicas y químicas, similares al agua de producción, que cumpla con las normas NACE TM 0374 que aplican.
3. Analizar las variables establecidas, que favorecen la formación de incrustaciones en pruebas en estado estático y dinámico.
4. Evaluar las propiedades físicas y químicas que constituyen los diferentes inhibidores, a usar como tratamiento químico, con la finalidad de determinar la estructura que mejor se adapten a las condiciones, para evitar la formación de incrustaciones.
5. Determinar las condiciones en las que se estabiliza térmicamente los inhibidores, para fijar el campo de aplicación.

6. Evaluar el desempeño del extracto de mango como posible inhibidor de incrustaciones.
7. Evaluar la eficiencia de los diferentes inhibidores anti-incrustante, trabajando a flujo continuo y en sistema estático.
8. Estudiar y seleccionar uno o dos inhibidores con mayor rango de efectividad para trabajar en régimen en condiciones estáticas y dinámicas, para evaluar su eliminación de incrustaciones presentes con un determinado tiempo de deposición o actuación.
9. Establecer los mecanismos óptimos de trabajo de los diferentes inhibidores que eviten o eliminen la deposición de sales minerales formando incrustación, evaluando si se presentan cambios en la morfología o estructura de los cristales precipitados.

CAPÍTULO II

MARCO TEÓRICO

2.1.- Agua de producción.

La mayoría de los campos petroleros maduros tienen algo en común: el agua producida, y en grandes cantidades. Globalmente, con cada barril de petróleo se generan como mínimo tres barriles de agua. Aunque se disponga de las mejores técnicas de manejo de campo, tarde o temprano la producción de agua puede aumentar al punto de representar más del 90% del volumen de líquidos que se lleva a la superficie (*Arnold et al., 2004*).

El agua de producción es la combinación del agua de formación (aquella que ha permanecido geológicamente por un largo período de tiempo en contacto con el petróleo, minerales y rocas (*Ceci, 2003*)), y la empleada en la estimulación de pozos para los procesos de explotación de hidrocarburos. Es por esta razón que el agua de producción contiene gran cantidad de minerales e impurezas.

Además de gotas de petróleo dispersas y compuestos orgánicos disueltos, el agua de producción contiene también cantidades significativas de cationes inorgánicos tales como calcio, magnesio, bario y estroncio, y aniones tales como carbonato, bromuro y sulfato.

2.2.- Dureza del agua

Originalmente se reconoció la dureza del agua por su capacidad para precipitar el jabón, es decir, que se requería de grandes cantidades de jabón para producir espuma. A nivel industrial las aguas duras presentan grandes inconvenientes principalmente en equipos donde la temperatura del agua es alta y se producen incrustaciones, provocando una menor eficiencia debido a la reducción de la conductividad térmica y con ello, un mayor consumo de energía (*Arce, 2008*).

La dureza de una muestra de agua puede ser definida como la concentración de todos los cationes metálicos no alcalinos presentes en la misma, esta concentración se expresa en equivalentes de carbonato de calcio (*Megaozono, Web*). Se dice que mientras mayor sea la dureza, mayor será su poder incrustante. Si el agua posee alto contenido de bicarbonatos y sulfatos de calcio, y magnesio, se dice que se trata de un agua dura; por otro lado, si el contenido es bajo o está libre de estos compuestos se dice que es blanda.

2.2.1- Tipos de dureza

De acuerdo al tipo de “impurezas” que contenga el agua, se puede clasificar en dos tipos de dureza: la dureza temporal (de carbonatos) y la dureza permanente (de no-carbonatos).

2.2.1.1.- Dureza temporal.

Está determinada por el contenido de carbonatos de calcio y magnesio. Puede eliminarse por ebullición del agua y posterior separación de los precipitados por filtración (*Díaz, 2006*)

El bicarbonato de calcio es menos soluble en agua caliente que en agua fría, por lo que al hervir precipita el carbonato de calcio dejando el agua menos dura. Los carbonatos pueden precipitar cuando la concentración de ácido carbónico disminuye,

con lo que la dureza temporal disminuye, y si el ácido carbónico aumenta puede aumentar la solubilidad de fuentes de carbonatos como piedras calizas con lo que la dureza temporal se incrementa. Esto está en relación con el pH de equilibrio de la calcita y con la alcalinidad de los carbonatos. Este proceso de disolución y precipitación es el que provoca la formación de estalagmitas y estalactitas (Arce, 2008).

2.2.1.2.- Dureza permanente.

La dureza permanente está determinada por el contenido de otras sales de calcio y/o magnesio y no se puede eliminar por ebullición. Se puede eliminar esta dureza, añadiendo carbonato de sodio (Na_2CO_3) en una cantidad adecuada para precipitar los iones calcio como carbonato de calcio, y luego separar este precipitado por filtración (Díaz, 2006).

Dependiendo de los iones presentes en las sales contenidas en el agua se puede determinar a qué tipo de dureza se refiere, como se muestra en la Tabla 1.

Tabla 1. Sales que determinan el tipo de dureza del agua.

Dureza temporal	Dureza permanente
Carbonato de Calcio (CaCO_3)	Sulfato de Calcio (CaSO_4)
Carbonato de Magnesio (MgCO_3)	Sulfato de Magnesio (MgSO_4)
Bicarbonato de Calcio ($\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$)	Cloruro de Calcio (CaCl_2)
Bicarbonato de Magnesio ($\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$)	Cloruro de Magnesio (MgCl_2)
Hidróxido de Calcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$)	
Hidróxido de Magnesio ($\text{Mg}(\text{OH})_2$)	

2.2.3.- Clasificación de la dureza del agua

Según su grado de dureza, el agua puede clasificarse en seis categorías, como se muestra en la Tabla 2.

Tabla 2. Clasificación de la dureza del agua

Descripción	Dureza (mg/l como Ca)	Dureza (mg/l como CaCO ₃)
Suave	0 – 20	0 – 50
Moderadamente suave	20 – 40	50 – 100
Ligeramente dura	40 – 60	100 – 150
Moderadamente dura	60 – 80	150 – 200
Dura	80 – 120	200 – 300
Muy dura	> 120	>300

2.3.- Incrustaciones.

Se puede definir las incrustaciones como un recubrimiento denso de material predominantemente inorgánico, formado por las impurezas disueltas en el agua; que bajo ciertas condiciones, se concentran y precipitan de forma adherente, formando depósitos duros y térmicamente aislantes.

Las impurezas del agua se refiere a la presencia de iones disueltos, en especial iones de Calcio (Ca⁺²), de Bario (Ba⁺²) e iones de Magnesio (Mg⁺²) cuyas cargas netas son positivas (cationes); así como también la presencia de iones con carga neta negativa (aniones), de los cuales los más influyentes son los bicarbonatos (HCO₃⁻) y los carbonatos (CO₃) disuelto en el agua.

La mayor parte de las incrustaciones que se encuentran en las tuberías de los campos petroleros se forman por precipitación de minerales presentes en el agua de formación, o bien como resultado que el agua producida se sobresatura de componentes minerales cuando dos aguas incompatibles se encuentran en el fondo del pozo (*Crabtree, 1999*).

Estos depósitos traen consigo gran cantidad de inconvenientes en las operaciones de campo; ya que pueden llegar a obstruir el flujo normal en las tuberías al formarse una capa espesa en las paredes de la misma, pueden cubrir y deteriorar las válvulas y accesorios presentes en el sistema, tanques, etc. Reducen considerablemente la transferencia de calor en los equipos y causan grandes caídas de presión en las líneas de producción. Es importante destacar que esto se traduce en un incremento de costos de operación en el caso de mantenimiento y tratamiento del sistema afectado, además de causar grandes pérdidas en términos de producción.



Figura 1. Incrustación de CaCO_3 .

2.3.1.- Formación de incrustaciones.

La formación de incrustaciones comienza cuando el estado de cualquier fluido natural es perturbado de forma tal que se exceda el límite de solubilidad de uno o más de sus componentes (*Crabtree, 1999*). Este proceso se lleva a cabo luego de una serie de etapas, como se muestra en la Figura 2

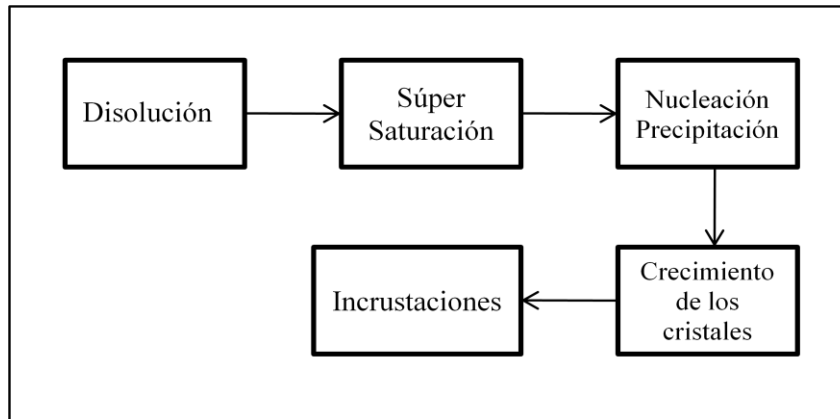
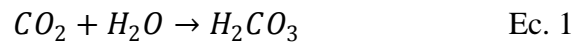


Figura 2. Formación de incrustaciones

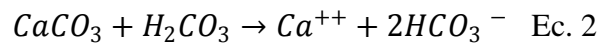
Fuente: RAPIDMATIC 2000,2007

2.3.1.1.- Disolución.

Al llover, el agua que se encuentra en contacto con el aire, absorbe dióxido de carbono, llevándose a cabo la siguiente reacción:



Cuando el agua de la lluvia ácida toca la superficie, penetra la misma, creando a su paso iones de calcio y de bicarbonato, por medio de la siguiente reacción química:



Alguna modificación de las condiciones del sistema, ocasionaría la precipitación del Carbonato de Calcio, dando origen a la formación de incrustaciones.

Frecuentemente, a medida que disminuye la presión, el dióxido de carbono (CO_2) deja la fase acuosa, provocando el aumento de pH, lo que conduce a la formación de incrustaciones calcáreas (Zhang y Dawe, 1997).

2.3.1.2.- Solubilidad del carbonato de calcio.

- **Efecto de la temperatura.**

La solubilidad de muchos compuestos incrementa con la temperatura; sin embargo, para el carbonato de calcio esta relación es inversa y se ve favorecida la formación de incrustaciones con aumentos en la temperatura (*Oftroff, 1979*), como se muestra en la Figura 3. Debido a esto, la inyección, desde la superficie hacia una formación caliente, aumenta la posibilidad que se deposite CaCO_3 . Su solubilidad aumenta a medida que se eleva el contenido de sólidos totales en el agua.

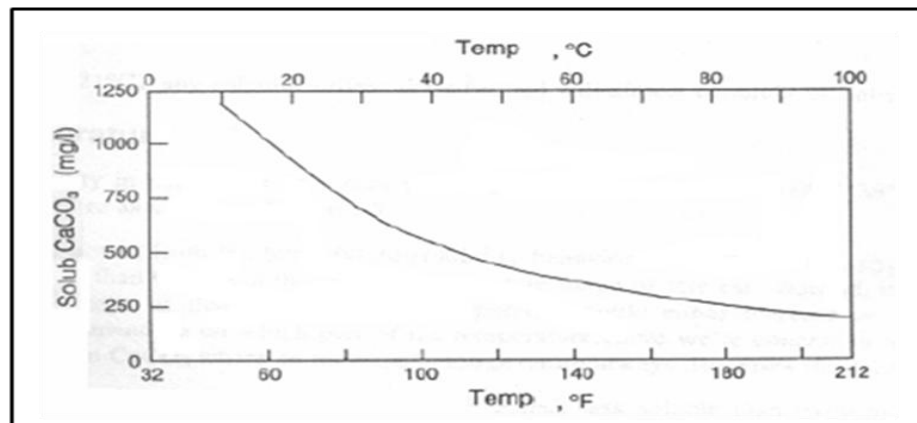


Figura 3. Efecto de la temperatura en la solubilidad para el CaCO_3 .

Fuente: Pérez, 2005

- **Efecto de la presión**

Los gases presentan una solubilidad que es función de la temperatura, la presión y la salinidad. La solubilidad de CO_2 en agua aumenta con el incremento de la presión y la disminución de la temperatura, y disminuye sistemáticamente con el incremento de la fuerza iónica (*Perozo y Rodríguez, 1995*). Este comportamiento se muestra reflejado en la Figura 4

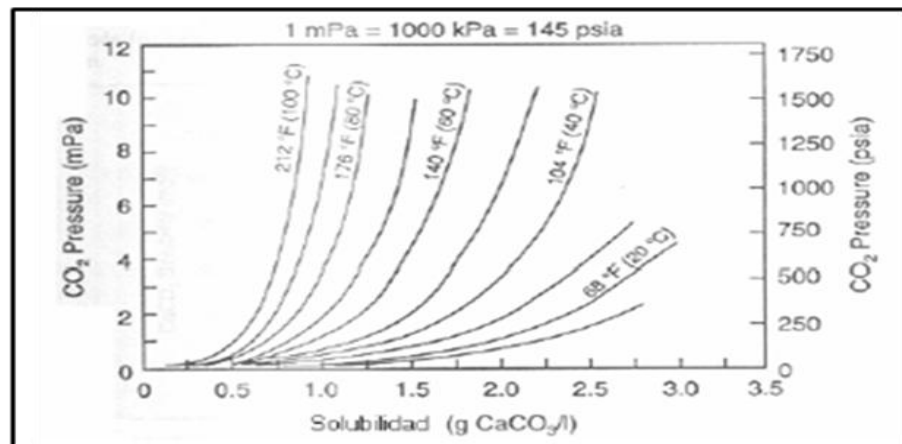


Figura 4. Efecto de la presión parcial del CO_2 sobre la solubilidad del CaCO_3

Fuente: Pérez, 2005.

Las caídas de presión son una de las principales causas de la deposición de CaCO_3 en las instalaciones de producción. Estas caídas pueden generarse a través de válvulas, accesorios y deformaciones geométricas, induciendo turbulencia en el agua, lo cual ayuda a superar los efectos de sobresaturación e iniciar la precipitación (Castillo, 2008).

2.3.1.3.- Supersaturación.

Saturación

El término saturación se refiere a la máxima concentración en equilibrio de un compuesto, que se disolverá en una solución, bajo condiciones específicas de temperatura, presión, etc.

Supersaturación

La supersaturación se define como la condición donde la concentración de sal excede los límites de solubilidad en agua, ocasionando un cambio en el equilibrio; esto viene dado principalmente debido a fluctuaciones de pH, cambios de temperatura y cambios en la concentración de los iones (Mata, 2005).

Existen dos estados de sobresaturación que se diferencian de acuerdo al material y presentan una dependencia de la concentración y la temperatura, estos son:

- Estado metaestable: representa una condición estable en el cual la precipitación ocurre solo si existe un proceso de sedimentación.
- Estado inestable: en el cual ocurre la precipitación.

2.3.1.4.- Nucleación

Aunque se ha establecido que la formación de incrustaciones puede ser consecuencia de un cambio en la temperatura, la presión, la liberación de un gas, una modificación del pH o la mezcla de aguas incompatibles, también existen aguas de producción que si bien se encuentran en condiciones de sobresaturación o son propensas a las incrustaciones, las mismas no muestran inconveniente alguno.

Se puede decir que la nucleación es el paso inicial para la formación del precipitado o de los depósitos insolubles; éste proceso se inicia con la aglomeración de iones de una forma determinada.

2.3.1.5.- Tipos de nucleación.

Básicamente existen dos formas mediante las cuales se puede llevar a cabo el proceso de nucleación; estas son: nucleación homogénea y nucleación heterogénea.

Nucleación Homogénea.

Este tipo de nucleación se inicia con la formación de grupos de átomos inestables dentro de un fluido saturado, los cuales a su vez crean pequeños cristales, producto de las fluctuaciones locales de la concentración de iones en las soluciones sobresaturadas. Posteriormente, los cristales crecen por adsorción de iones sobre las imperfecciones de la superficie de los mismos provocando el aumento de su tamaño. La energía necesaria para que esto suceda es producto de una reducción de la energía

libre superficial del cristal, el cual disminuye rápidamente a medida que aumenta el radio, una vez superado cierto radio crítico. Esto implica que los cristales grandes continúen aumentando su tamaño, mientras que los pequeños podrán redisolverse (*Crabtree, 1999*).

Nucleación Heterogénea.

En el caso de la nucleación heterogénea, el crecimiento de los cristales suele iniciarse sobre una superficie preexistente de límite de fluidos (pared de la tubería). Este tipo de nucleación se produce sobre las imperfecciones, como las asperezas en la superficie de los tubos o cañoneos de las tuberías cortas de producción o incluso en los accesorios y costuras de las tuberías. Un valor elevado de turbulencia podría servir de catalizador para la formación de depósitos (*Crabtree, 1999*).

La ubicación de los depósitos minerales en las tuberías puede variar desde los cañoneos hasta la superficie, lo que ocasiona una restricción del flujo a lo largo de la misma. Frecuentemente se presentan en varias capas o incluso cubiertos por una capa cerosa o de asfalteno, como se muestra en la Figura 5 También es posible encontrar señales de corrosión y picaduras en el acero, debajo de las incrustaciones; esto se debe a la presencia de bacterias y gas sulfuroso, causando una reducción de la integridad del acero.

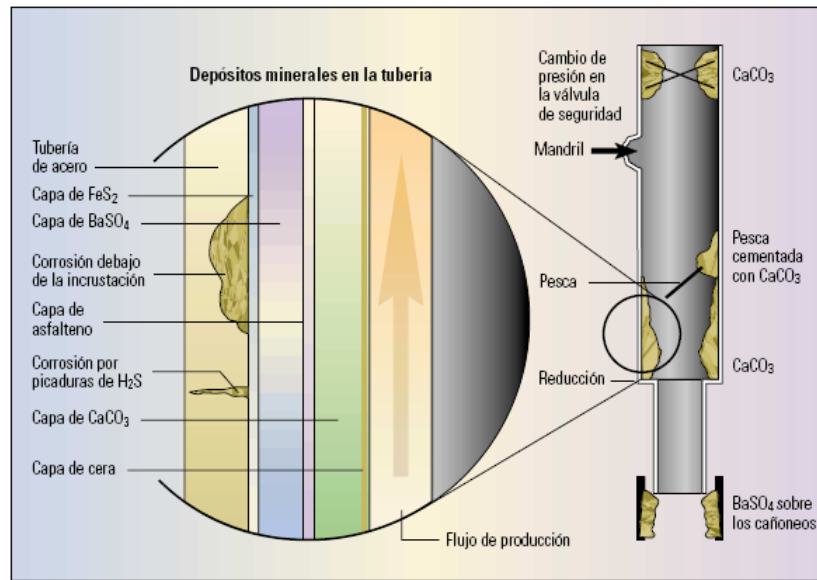


Figura 5. Incrustaciones en tuberías.

Fuente: Crabtree, 1999

2.4.- Tipos de incrustaciones

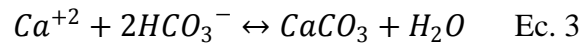
En la práctica existen diversos tipos de incrustaciones minerales, siendo de mayor preocupación para los productores de petróleo: el carbonato de calcio (CaCO_3), el sulfato de calcio (CaSO_4), el sulfato de bario (BaSO_4) y el sulfato de estroncio (SrSO_4), aunque esta última se presente con menor frecuencia. A continuación se describen cada una de estas incrustaciones, basándose en sus propiedades más significativas:

2.4.1.- Carbonato de Calcio

El carbonato de calcio (CaCO_3), se considera el tipo de incrustación de mayor importancia para la industria petrolera, esto se debe a la frecuencia con que se encuentra en las operaciones de campo y la gran estabilidad que presenta bajo las condiciones de operación del mismo. Su principal característica es la baja solubilidad en agua ($K_{sp} = 10^{-8} \text{ mol/l}$ a 20°C) (Perry y Green, 2008).

Las aguas subterráneas suelen estar saturadas en carbonato cálcico en disolución debido a la presencia de anhídrido carbónico. La cantidad de anhídrido carbónico disuelto depende de su proporción en el aire que se encuentra en contacto con el agua, y la temperatura. Como las aguas al filtrarse lo hacen a través de terrenos no saturados, estos con frecuencia contienen niveles de anhídrido carbónico muy superiores al de la atmósfera, que pueden disolver cantidades notables de carbonato. Al estar el agua a presiones inferiores a las que tenían en el terreno o al entrar en contacto con la atmósfera, pierde anhídrido carbónico con la consiguiente sobresaturación en carbonatos. Si las condiciones son apropiadas, el exceso de carbonato cálcico puede precipitar en forma de pequeños aglomerados fangosos o depositarse en capas duras y estratificadas sobre las superficies solidas, formando incrustaciones (*Medina y Zea, 2008*).

La precipitación de Carbonato de Calcio se da por medio de la siguiente reacción química:



Se debe destacar que el equilibrio de esta reacción se puede ver alterado fácilmente como consecuencia de cambios en las condiciones del agua en los campos petroleros.

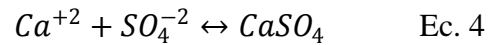
Los parámetros que favorecen la formación de estos depósitos en condiciones de flujo continuo son: flujos poco turbulentos, valores elevados de pH, temperaturas altas del sistema y la presencia de sales en el agua (*Bin y Mohd, 2008*).

2.4.2.- Sulfato de Calcio

El sulfato de calcio ($CaSO_4$) existe en diversas formas cristalinas, entre las cuales la hidratada ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$) es la más frecuente en los campos petroleros, a temperaturas alrededor de los 40°C, constituyendo el llamado yeso; a temperaturas superiores a éstas puede encontrarse la anhidrita ($CaSO_4$).

Estos compuestos pueden ser estables dependiendo de la temperatura y la fuerza iónica de los mismos, y disminuye su solubilidad al aumentar la temperatura por encima de 40°C (*Bin y Mohd, 2008*).

La precipitación del sulfato de calcio suele derivarse de la mezcla de dos aguas, una de las cuales tiene una alta concentración de calcio o de sulfato (*Kemner y McCallion, 1995*). Su formación se expresa mediante la siguiente reacción:

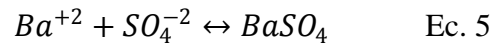


2.4.3.- Sulfato de Bario

El Sulfato de Bario ($BaSO_4$) se caracteriza principalmente por poseer la más baja solubilidad entre las incrustaciones minerales que se pueden presentar en las operaciones de campo petroleros. Ésta forma una costra dura cuya remoción es extremadamente difícil.

Es común observar este tipo de incrustación en proyectos de estimulación de pozos, donde existe incompatibilidad entre el agua de inyección y de formación, y la mezcla de las mismas resulta en una reducción de la permeabilidad y producción del mismo (*Bedrikovetsky et al., 2006*).

Estos depósitos se forman de acuerdo a la siguiente reacción:

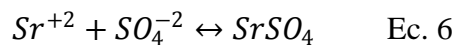


La solubilidad del $BaSO_4$ se incrementa en presencia de altos valores de temperatura, presión y concentración de sal en la salmuera. Por otro lado, la predicción de este tipo de incrustación se da con mayor facilidad ya que con una disminución de las condiciones mencionadas anteriormente se logra la precipitación de la misma (*Bin y Mohd, 2008*).

2.4.4.- Sulfato de Estroncio

Con el paso del tiempo, los depósitos de sulfato de estroncio (SrSO_4) han sido de mayor preocupación para los productores de petróleo; hasta hace poco se hallaban pequeñas cantidades de Estroncio en las incrustaciones de yacimiento, principalmente en presencia de depósitos de Sulfato de Bario. En la actualidad se observan grandes cantidades de incrustaciones de este tipo en numerosos pozos productores alrededor del mundo.

Los depósitos de sulfato de estroncio se forman por medio de la siguiente reacción química:



La solubilidad del SrSO_4 se incrementa al aumentar la fuerza iónica del mismo, y disminuye al aumentar la temperatura del sistema (*Jacques et al., 1983*).

2.4.5.- Incrustaciones de Hierro (Fe_2O_3 y Fe_2O_4)

Con frecuencia el agua contiene cantidades significativas de hierro, generalmente asociado a ambientes geoquímicos reductores, el cual puede precipitar por oxidación al entrar en contacto con el aire, perder anhídrido carbónico o variar la velocidad del agua. Puede precipitar óxido de hierro hidratado (frecuentemente férrico, aunque a veces puede ser ferroso) o más fácilmente hidróxido férrico o ferroso. Estos depósitos presentan un aspecto pastoso o gelatinoso y en ocasiones muy voluminosos (*Medina y Zea, 2008*).

2.5.- Estructuras de calcio

Existen diferentes estructuras de carbonato de calcio, las mismas, presentan igual fórmula química pero difieren en la morfología de sus cristales. Esta discrepancia se le atribuye a la diferencia de condiciones del medio donde se forman. En la Tabla 3

muestra un cuadro con las características más resaltantes de cada una de ellas.

Tabla 3. Características de las estructuras de Calcio

	Imagen	Propiedades Físicas	Descripción
Calcita (CaCO₃)		Sistema: trigonal. Raya: blanca a gris. Color: blanco cuando es puro, presenta tonalidades de gris, amarillo, marrón, rojo, verde, azul y negro cuando hay impurezas. Brillo: vítreo aperlado. Diafanidad: transparente a traslúcido. Densidad: 2,71g/cm ³	Conocido también como espato calizo, es uno de los minerales más abundantes en la naturaleza. Se distingue de los minerales semejantes por su gran variedad de cristales y la fuerte efervescencia al ser tratada por ácidos diluidos.
Aragonito (CaCO₃)		Sistema: Ortorrómico. Raya: Blanca. Color: blanco es el mas frecuente. También violáceo, marrón, negro, azul o verde. Brillo: vítreo, resinoso en superficies de fractura. Densidad: 2,94g/cm ³	Es un polimorfo del CaCO ₃ , inestable en condiciones ambientales. Se origina en depósitos a baja temperatura, zonas de oxidación de yacimientos mineros, petroleros y fuentes calientes. Los cristales suelen crecer en ramas que tienen un parecido a los corales.
Dolomita (CaMgCO₃)		Sistema: trigonal. Raya: blanca. Color: incolora, se puede observar en blanco, gris de distinta intensidad hasta negro, dependiendo de las impurezas. Brillo: vítreo, a veces madreporico. Diafanidad: transparente a traslúcido. Densidad: (2,86 a 3,1)g/cm ³	Es semidura, no muy pesada y frágil, es infusible, ya que se descompone en casi todos los carbonatos. El calcio y el magnesio tienen posiciones fijas en la red, difiere de la calcita ya que la sustitución isomórfica no es posible por el tamaño entre ambos cationes.
Vaterita (CaCO₃)		Sistema: hexagonal. Color: incoloro. Raya: blanca. Diafanidad: transparente. Densidad: 2,65g/cm ³	Se convierte en aragonito o calcita al hervir en agua; también se convierte calcita al hervir en solución de cloruro de Sodio.

2.6.- Control de las incrustaciones

Debido a la antigüedad de los problemas de las incrustaciones, este tema ha sido ampliamente estudiado a lo largo de los años, y se han desarrollado diversos métodos que permiten disminuir significativamente la tendencia incrustante de un sistema (*Castillo, 2005*).

Existen diversos métodos para eliminar y/o prevenir estos depósitos, los cuales pueden ser de tipo químico o mecánico. La elección del tratamiento a emplear con este propósito dependerá del tipo de incrustación. Es por esto que resulta de gran utilidad disponer de muestras para ver de qué tipo es, cuánto ha avanzado, y de esta forma seleccionar el método adecuado.

Si la incrustación ha progresado mucho, la efectividad del tratamiento de la misma puede aumentar considerablemente si se combina un método mecánico con uno químico, ya que puede ocurrir que en el desincrustado químico se formen caminos preferentes de paso del agente desincrustante, por lo que no se lograría el objetivo deseado.

La prevención de las incrustaciones puede hacerse en diferentes niveles del proceso. El o los métodos de control generalmente se basan en los métodos de aplicación disponibles, pero dependen, también, de los aspectos económicos del proceso (*Champion Tech, Web*).

2.6.1.- Métodos mecánicos.

Este tipo de tratamiento se emplea en el caso que el proceso de incrustación haya alcanzado un nivel extremo, es decir, que el grosor de la capa incrustante sea tal que haya obstruido completamente la tubería o haya afectado significativamente el funcionamiento de los equipos. En este caso no se considera el empleo de sustancias químicas, por sí solas, ya que las mismas no representarían una solución al problema.

Entre los tratamientos mecánicos empleados con mayor frecuencia, se puede encontrar: descargas de aire comprimido, el hidrojet, collar de perlas, pistoneo y el molinillo.

2.6.2.- Métodos químicos.

La remoción de incrustaciones con productos químicos es, por lo general, el primer sistema que se utiliza y el más económico, en especial cuando las incrustaciones no son de fácil acceso o se encuentran en lugares donde los métodos mecánicos de limpieza convencionales resultan poco efectivos o es muy costoso transportarlos (*Crabtree, 1999*).

Existen tres métodos químicos de control de incrustaciones que se emplean normalmente: Acidificación, aplicación de agentes quelantes e inhibidores de incrustación. De estos métodos, los inhibidores de incrustación son los más usados para las aguas de formación producto de la deshidratación del petróleo.

2.6.2.1.- Acidificación.

La adición de ácido destruye los iones de carbonato, de manera que se elimina uno de los reactivos causantes de la precipitación de carbonato cálcico. Esto es muy efectivo en la prevención de incrustaciones carbonatadas, pero ineficiente en la prevención de otro tipo de formaciones. Otras desventajas son la corrosividad de los ácidos, el coste de los tanques y los equipos de monitoreo (*Agüero,*).

Entre los diversos ácidos, el más utilizado es el ácido clorhídrico (HCl) con un inhibidor de corrosión de metales. Este ácido también disuelve parte del Hierro precipitado. La solución solo es estable para valores bajos de pH ($\text{pH} < 3$). El ácido sulfámico ($\text{H}_3\text{NO}_3\text{S}$) presenta notables ventajas ya que es sólido en estado puro, por lo que es muy fácil de transportar y mucho menos peligroso de manejar; y es fácilmente soluble en agua. Al actuar sobre los carbonatos se forma sulfamato cálcico, el cual se caracteriza por ser muy soluble (resulta menos agresivo para las

tuberías del pozo y sus accesorios). Es de acción más lenta que el ácido clorhídrico, por lo que precisa mayor tiempo de contacto.

El ácido sulfúrico no se recomienda para desincrustar carbonatos ya que forma sulfato cálcico (yeso), poco soluble. La acidificación solo es parcialmente efectiva con incrustaciones de hierro y poco efectiva con incrustaciones de sílice o de silicatos alumínicos (*Milliarium, Web*).

2.6.2.2.- Agentes Quelantes.

El uso de este tipo de compuestos se recomienda en el caso que el sistema estudiado presente incrustaciones carbonatadas y de sulfato. Son comúnmente empleados en aguas de calderas con trazas de dureza y no actúan por efecto umbral.

Son sustancias aniónicas que pueden variar de formas monovalentes a polivalentes, y que dependiendo de su configuración molecular puede formar complejos de diferentes solubilidades. El EDTA (ácido etilén-diamino-tetracético) es un buen ejemplo de este tipo de sustancias (anión multivalente) que posee dos grupos amino y cuatro grupos acetato capaces de interactuar con ligandos y complejos metálicos. Las incrustaciones de Carbonato de Calcio son particularmente susceptibles al ataque de este ácido, y su adición a los sistemas que contengan carbonatos metálicos, generalmente causa una reducción de los depósitos de carbonato. Su efectividad depende, en gran medida, del pH del sistema (*Becker, 1998*).

Este tipo de inhibidores no sufren reversión y son estables a altas temperaturas, pero resulta mucho más costoso que los otros productos (*Castillo, 2008*). En la Figura 6 se muestra un ejemplo de cómo el proceso de quelación puede ayudar a disolver incrustaciones de sulfato de bario.

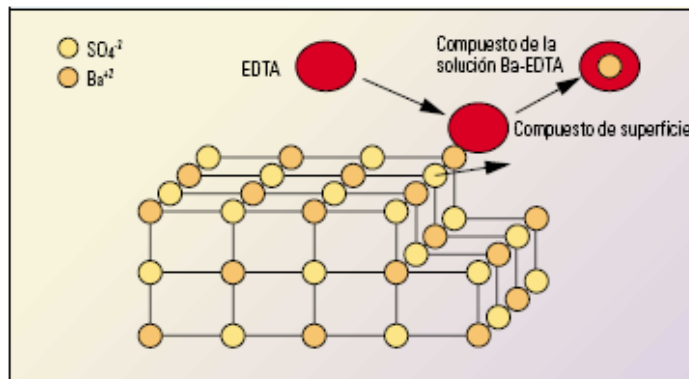


Figura 6. Proceso de quelación para moléculas de BaSO_4 .

Fuente: Crabtree, 1999.

2.6.2.3.- Inhibidores de incrustación.

Los productos utilizados como inhibidores de incrustación son variados y numerosos, pero casi todos ellos, con excepción de los de tipo quelante o secuestrante, funcionan por algún tipo de mecanismo de superficie, aunque para muchos de ellos se desconoce el mecanismo preciso de actuación (*Adoer e Ignacio*). Su objetivo principal consiste en retardar, reducir o prevenir la formación de incrustaciones, cuando se adicionan en pequeñas cantidades a las aguas que normalmente son incrustantes.

En el mercado existe gran variedad de este tipo de sustancias, que pueden ser empleadas dependiendo del caso y del tipo de incrustación; esto se debe que no hay un inhibidor universal para tratar estas formaciones. La eficiencia de cada uno de los inhibidores variará dependiendo de los parámetros fisicoquímicos del fluido, además de las condiciones de presión, temperatura, etc., del sistema tratado.

Entre los distintos tipos de inhibidores, se pueden encontrar los orgánicos y los inorgánicos. Los inorgánicos son principalmente fosfatos condensados, como los polimetafosfatos o los fosfatos dimetálicos, y los orgánicos son generalmente compuestos a base de polifosfatos, polifosfonatos, policarboxílicos y polimeliatos.

Cada uno de ellos posee características específicas, las cuales determinarán si cumple con las condiciones del sistema donde serán empleados. En la Tabla 4 se muestran algunas de estas características de los inhibidores empleados con mayor frecuencia.

Tabla 4. Características de inhibidores de uso frecuente.

INHIBIDORES		
	Fórmula Química	Descripción. Condiciones de operabilidad.
Fosfonatos	$P(=O)(OR)_2R$	El átomo de Carbono está unido directamente al átomo de Fósforo, por lo que la molécula es más resistente a la hidrólisis. Son eficientes para trabajar hasta los 125°C. Sus limitaciones se deben a incompatibilidades con formaciones concentradas con salmuera y de altos niveles de Calcio. Además del Carbonato de Calcio, evitan la incrustación de Fluoruro Cálcico e inhiben los depósitos de Hierro, Aluminio y sílice. Se comercializan generalmente en forma de soluciones concentradas y son sensibles a la presencia de Cloro libre. Actúa por efecto umbral.
Ésteres de Fosfatos	$R-O-P(=O)(OH)_2R$	Son más tolerantes a los entornos ácidos que los polifosfatos. Son estables a temperaturas entre (65-71°C), aunque pueden superar temperaturas entre (82-93°C) por algunas horas. A pesar de estas limitaciones, generalmente son inhibidores efectivos de $CaSO_4$ y $CaCO_3$. siempre y cuando el medio no sea muy ácido ($pH < 5,5$), resultan efectivos para el control de precipitación de $SrSO_4$ y $BaSO_4$. En general son solubles y compatibles con salmueras ricas en Calcio.
Polifosfatos	$nP(=O)(OH)_2R$	Es notablemente efectivo en la inhibición de Carbonato Cálcico, aunque lo es en menor escala para el Sulfato de Calcio y la Magnesia. Su eficacia no es segura por encima de los 60°C. Impiden la formación de gérmenes gruesos de cristalización, integrándose en la red cristalina del depósito calcáreo, debilitando la malla cristalina.
Bio-Inhibidores		El mecanismo de inhibición viene asociado a la propiedad que tienen los polisacáridos para formar geles en fase acuosa al interactuar con cationes divalentes, particularmente con el calcio, mecanismo conocido con el nombre de Caja de Huevo. Interviene en el proceso de formación de los cristales de carbonato de calcio alterando su morfología haciéndolos menos incrustantes.
Polímeros Orgánicos		Son principalmente distorsionadores de cristales, por lo que impiden el crecimiento y evitan que las mismas se adhieran a las superficies de los equipos; también reducen la precipitación de las salmueras típicas de los yacimientos. Estable hasta 204°C o temperaturas superiores, generalmente son efectivos en concentraciones muy bajas para el control de $CaCO_3$ y $BaSO_4$. También son muy eficientes en condiciones de acidez, especialmente para el control de $BaSO_4$. Por lo general se mezclan con otro tipo de inhibidores para obtener un único producto con una variedad más amplia de aplicaciones.

2.7.- Tipos de inhibidores

Como ya se ha mencionado en varias ocasiones, existen diversos tipos de inhibidores de incrustaciones, en este caso los polifosfatos y bio-inhibidores son los más importantes y los que se enfocará este trabajo de investigación.

2.7.1.- Polifosfatos.

Son los más empleados, ya que el anión fosfórico posee la propiedad de dar productos de condensación lineales o cíclicos. Se caracterizan por su gran capacidad retardadora frente al carbonato de calcio (CaCO_3), y en menor medida frente a la magnesia y el sulfato cálcico (*Medina y Zea, 2008*).

Los polifosfatos se encuentran en el mercado principalmente en dos formas; Polifosfatos cristalinos, los cuales son fácilmente solubles y se introducen en el agua en forma de solución; y polifosfatos vítreos, muy lentamente solubles, cuya disolución se realiza simplemente por paso del agua a través del producto.

El inconveniente del uso de los polifosfatos es que se descomponen progresivamente por hidrólisis, originando iones ortofosfatos. Por otro lado la velocidad de hidrólisis se incrementa con la temperatura y la acidez del medio. A temperatura elevada, no solo los polifosfatos dejan de ser activos contra las incrustaciones, sino que los iones ortofosfatos que se forman precipitan como fosfato tricálcico, el cual es muy poco soluble y provoca la formación fosfocarbonato cálcico.

2.7.2.- Bio-Inhibidores de incrustaciones.

En la actualidad se ha hecho cada vez más frecuente o más importante el desarrollo de tecnologías con el menor impacto ambiental, esto es para minimizar o prevenir la contaminación, tanto a nivel industrial como de laboratorio.

Se ha logrado diseñar productos y procesos químicos cuyo objetivo principal radica en la disminución del uso de sustancias o procesos que resulten nocivos para el medio ambiente. Es por esto que en los últimos años la industria petrolera y de gas natural han hecho uso de la biotecnología para solventar los problemas asociados a la operación normal de la misma que puedan tener un impacto negativo en el ecosistema.

Debido a esta iniciativa se ha comenzado a explorar la alternativa de utilizar polisacáridos naturales, extraídos del *Aloe vera*, en el control de las incrustaciones.

2.7.2.1.- Aloe Vera.

Áloe es una planta del género de la subfamilia Asfodeloides de las Liliáceas, la cual comprende más de 200 especies. Esta planta tiene su origen en África Oriental y Meridional. Puede alcanzar entre 2 y 3 metros de altura.

Las hojas, de las cuales se aprovecha la savia, son carnosas, suelen medir unos 50 cm de largo, 10 ó 20 cm de ancho y 5 cm de grueso. Si a las hojas se les realiza un corte, exudan un líquido acuoso con un sabor muy amargo, acumulado en células secretoras que envuelven la región cribosa (*Aloe Vera, Web*).

La estructura de la hoja es un núcleo gelatinoso y transparente (gel) envuelto con una fina capa líquida de color amarillo (acíbar) todo esto envuelto por una fina y resistente corteza externa verde (*Castillo, 2008*).

Un 99,4% del peso del gel de aloe vera es agua. Más del 60% de los sólidos totales son polisacáridos mucilaginosos ligados a azúcares como glucosa, manosa, ramnosa, xilosa, arabinosa, galactosa y ácidos urónicos. El mucílago está compuesto de diferentes polisacáridos neutros, ácidos y acetilados (mananos, glucomananos, galactomananos, etc.), responsables de la gran capacidad que tiene la planta para retener agua y gracias a la cual puede sobrevivir en condiciones de sequía (*Gampel, 2002*).

Esta planta es muy conocida debido a la cantidad de usos y aplicaciones en diversos campos, entre los cuales se puede encontrar: Disuelve los depósitos grasos que obstruyen los poros, anti-inflamatorio, analgésico, antiviral, antitóxico, hidratante, etc.

2.7.2.2.- Composición química del aloe vera.

Se estima que contiene unas 200 moléculas biológicamente activas. Muchas de estas moléculas se han podido identificar, pero los investigadores siguen estudiando la planta e intentado develar el secreto de sus propiedades curativas.

En forma genérica, la composición del *Aloe vera* se puede resumir en la Figura 7 incluyendo la corteza que es una fracción de posible uso potencial en la industria de pinturas y recubrimientos (Mata, 2005).

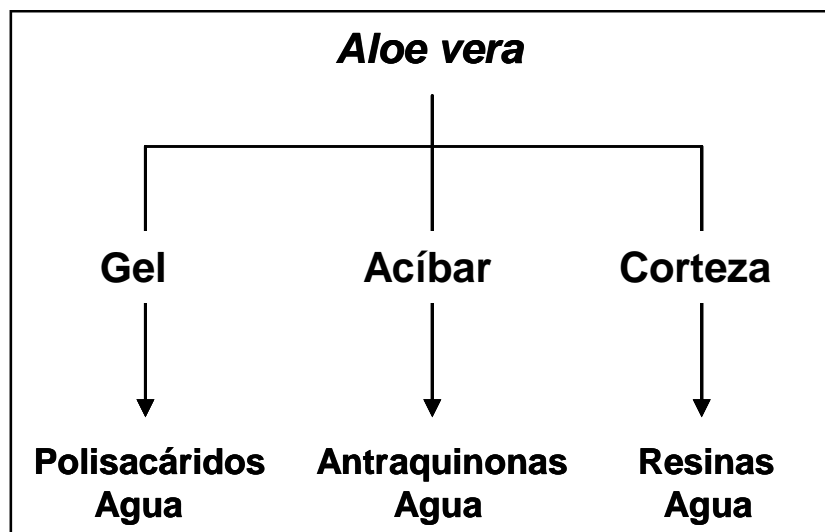


Figura 7. Composición química del Aloe Vera.

Fuente: Mata, 2005.

Entre los componentes mayoritarios de las especies del género *Aloe*, además de las antraquinonas se encuentran los polisacáridos, los cuales representan cerca del 20 % del total de los sólidos totales del gel de las hojas (Larionova et al., 2004).

Los polisacáridos consisten de moléculas simples de azúcar. En el *Aloe vera* las moléculas de azúcares tienen seis átomos de carbono y son llamadas hexosas. Estas moléculas de azúcar están compuestas por glucosa, acetilmanosa y galactosa, las cuales se encuentran enlazadas formando cadenas ya sean, cortas, largas o muy largas. Como regla, si las cadenas de azúcares contienen seis o más hexosas y un peso molecular de 1000 Daltons o más, son considerados polisacáridos. Según la definición estos polisacáridos pueden ser considerado biopolímeros que presenta una repetición compleja (*Danhof, 2004*).

Debido a la existencia del problema de las incrustaciones y a la necesidad para desarrollar productos anti-incrustantes que causaran el menor daño posible al medio ambiente, se logró crear un inhibidor de incrustaciones a base de aloe vera.

Se encontró que los polisacáridos del aloe presentan reactividad con los iones divalentes en solución con la finalidad de obtener estabilidad conformacional. Luego de numerosas pruebas se logró concluir que el inhibidor de incrustaciones a base del aloe vera posee una alta eficiencia y selectividad, integridad en el medio de reacción, estabilidad química y térmica y además es amigable con el medio ambiente (*Mata, 2005*).

2.8.- Características de los inhibidores de incrustaciones.

Para que un inhibidor se considere eficiente, debe satisfacer ciertas características, entre las cuales están:

- Ser compatible (no formar productos de reacción con otros químicos del sistema que conduciría a su inactivación).
- Ser estable térmicamente.
- Ser capaz de modificar el tamaño de los cristales (forma tendencia a dispersarse).

- Ser capaz de retrasar o bloquear los procesos de precipitación
- Prevenir la adherencia a las paredes metálicas (dispersantes de precipitados).

Como se ha resaltado anteriormente, es necesario conocer las características del inhibidor que se empleará para poder determinar si es el más adecuado para el sistema en tratamiento, en la Tabla 5 se resumen algunas de las limitaciones que pueden presentar estas sustancias.

Tabla 5. Limitaciones de los inhibidores.

Fuente: Castillo, 2008.

Tipo de inhibidor	Limitaciones
Polifosfatos inorgánicos	Sufren hidrólisis y pueden precipitar como fosfatos de calcio a causa de la temperatura, el pH, la naturaleza de la solución, la concentración, el tipo de fosfato y a la presencia de algunas enzimas.
Polifosfatos orgánicos	Sufren hidrólisis con la temperatura. No son efectivos a altas concentraciones de calcio. Se debe aplicar en dosis elevadas.
Polímeros a base de ácidos carboxílicos	Tolerancia al calcio limitada (2000ppm) aunque algunos pueden funcionar a concentraciones superiores a los 5000ppm. Se requieren altas concentraciones.
Ácido etilén-diamino-tetracético (EDTA)	Resultan sumamente costosos

2.9.- Mecanismos de acción de los inhibidores.

Los inhibidores de incrustación logran interferir con las reacciones de precipitación a través de los siguientes mecanismos:

Inhibición del límite: La sustancia anti-incrustante puede mantener soluciones supersaturadas de sales solubles ligeras; esto se logra ya que las moléculas del mismo se adsorben a la superficie de los macrocristales, ubicándose en aquellos lugares

donde haya crecimiento o se esté formando el depósito, por lo que se detiene el proceso de crecimiento de los cristales.

Modificación del cristal: El inhibidor es capaz de distorsionar la forma cristalina de las incrustaciones, es decir, puede alterar la forma de los cristales en crecimiento. Al iniciarse el crecimiento de un cristal, a nivel sub-microscópico, los grupos negativos de las moléculas del anti-incrustador ataca las cargas positivas del núcleo, por lo que se interrumpe el balance electrónico necesario para la formación de la incrustación. Gracias a este mecanismo se obtienen cristales de forma ovalada y menos compacta; además impide la formación de los mismos en la superficie debido al cambio en su estructura cristalina.

Dispersión: Los inhibidores que actúan de acuerdo a este mecanismo, se adsorben a la superficie de los cristales en crecimiento (por medio de cristales o partículas coloidales), provocando una alta carga aniónica; esto produce una repulsión electrostática entre los mismos. La alta carga separa las partículas de cargas aniónicas fijas presentes en la superficie de la membrana. Este mecanismo logra interrumpir el mecanismo de incrustaciones impidiendo la aglomeración de los microcristales.

CAPÍTULO III

MARCO METODOLÓGICO

A continuación se presenta la metodología experimental que fue usada en el desarrollo del presente trabajo especial de grado, describiendo los métodos, técnicas, equipos y procedimientos empleados para poder evaluar la capacidad, las condiciones y las variables de incrustación, así cómo determinar las condiciones para evitar que se formen.

Es importante destacar que para conocer estudiar y analizar estos fenómenos de carácter conceptual, clasificación y como se forman, se debe entender el proceso de formación de incrustaciones en superficies metálicas, que efectos traen como consecuencia y como se pueden evitar con tratamientos químicos por medio de la aplicación de inhibidores. Se debe indagar lo necesario del proceso, tanto de forma física como química, para ello se consultaron libros, tesis de grado, revistas técnicas, consultas en internet y toda la investigación requerida.

3.1.- Evaluar y verificar la repetitividad de los parámetros fisicoquímicos que favorecen la formación de incrustaciones en diferentes áreas de contacto.

Para verificar la repetitividad de los parámetros fisicoquímicos que favorecen la formación de incrustaciones en tramos de tuberías y en superficies metálicas, se realizaron, en principio, aproximadamente diez (10) pruebas experimentales entre régimen estático y dinámico, con una duración de un día (24 horas), para poder determinar las posibles diferencias, entre los resultados. Asimismo, se obtuvo una

proporción del área de incrustación generada en cada experiencia, para efectuar comparaciones con el área de las superficies desnudas y corroborar si es indiferente o no la cantidad de superficie de contacto, es decir si el área de incrustación es constante o no. Se utilizaron muestras que simulan tuberías o simplemente superficies donde se forman incrustaciones, como son los anillos Pall de acero inoxidable de 5/8", los cuales fueron previamente tratados con el objetivo de optimizar las condiciones de rugosidad y porosidad, y así optimizar la deposición de minerales en la superficie de contacto, y además realizar el estudio exhaustivo de los parámetros fisicoquímicos que están afectando el proceso tanto en el agua de producción como en las capas de incrustación que se adhieren en los anillos. Aunado a esto, se midieron y se establecieron las condiciones y/o rangos que favorecen la deposición de minerales, tales como los carbonatos de calcio, entre otros, bien sea por producto de súper saturación o nucleación, o por un aumento moderado de la temperatura. Para esto se realizaron pruebas, a temperatura ambiente y se fue incrementando progresivamente este rango hasta llegar a una temperatura de 40 a 50 °C. Es importante destacar que se efectuó un barrido de flujos para evaluar y verificar que a menores efluentes o menor turbulencia se favorece este fenómeno, en condiciones de pH elevados, conductividades moderadamente altas y al tener alteraciones de las estructuras de los minerales presentes en cada solución (*Medina y Zea, 2008*). Se requieren estudios para observar cómo afecta este proceso al comportamiento de los minerales presentes, si ocurre algún cambio en su morfología, y si se ven favorecidas algunas sales contenidas en la solución, con respecto a su deposición. Se tomaron muestras de agua al inicio y al final de cada ensayo, para verificar la repetitividad de los parámetros fisicoquímicos y condiciones que favorecen la generación de incrustaciones en el sistema en estudio. Es importante destacar que la información y los datos referenciales antes mencionados son nuestros parámetros, y las condiciones de trabajo, establecidos por la bibliografía o por estudios realizados con anterioridad.

3.2.- Preparación y acondicionamiento de los anillos Pall.

Cumpliendo con lo antes mencionado, se realizó un acondicionamiento a todos los anillos Pall, que simularon la superficie de incrustación de los minerales presentes en el agua de producción. Para las pruebas en estado estático y dinámico se depuraron con propanol para retirarle la grasa e impurezas que pudieran contener, luego se sometieron a un período de secado, posteriormente se sumergieron en ácido sulfúrico (H_2SO_4), para crear porosidad y rugosidad en las paredes del material y así tener un mayor número de sitios de nucleación, donde se pudieran depositar cantidades óptimas de carbonatos y minerales para su posterior estudio. Por último, se les realizó un lavado con agua destilada para depurar los restos de ácido y un secado. Este procedimiento se describe con mayor énfasis en el apéndice D. En la Figura 8 se muestran los anillos Pall que se usaron en todas las experiencias.



Figura 8. Anillos Pall de 5/8" de acero inoxidable (Elaboración Propia).

3.3.- Preparación del agua sintética que simule el agua de producción.

Para obtener el agua sintética que simula el agua de producción necesaria para todas las pruebas, se mezclaron dos soluciones (Nº 1 y Nº 2), según lo indica la Norma Internacional NACE TM0374, proporcionando las composiciones químicas, cantidades y los procedimientos necesarios para obtener dicha agua de forma óptima, cumpliendo con los rangos de conductividad requeridos y con la dureza del agua que debe contener para no afectar los resultados posteriores.

En la Tabla 6, se muestra la composición química, en gramos por cada litro, de las soluciones preparadas. La solución Nº 1, es rica en iones calcio (Ca^{++}), y la solución

Nº 2, contiene los iones bicarbonatos (HCO_3^-). Las soluciones se mezclaron con agua desmineralizada, producida según se describe en el apéndice A. Esta agua no debe contener ningún tipo de mineral para que no se altere la composición deseada. Al realizar la mezcla anterior se obtuvo el agua sintética que simula el agua de producción o formación de una planta, con el fin de estudiar y evaluar como ocurren las precipitaciones de carbonato de calcio, generando por ende incrustaciones en las superficies de contacto.

Tabla 6. Composición química del agua sintética usada en las experiencias de precipitación de Carbonato de Calcio, según lo indica la Norma NACE TM0374.

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

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

3.4.- Pruebas para evaluar la formación de incrustaciones en diferentes condiciones de trabajo.

3.4.1.- Pruebas de incrustaciones en régimen estático.

Se realizaron ensayos en régimen estático con el objetivo de analizar las variables establecidas que favorecen la formación de incrustaciones, ratificando su deposición en los anillos Pall, utilizando el agua sintética, por un tiempo establecido, generándose un área determinada de deposición de minerales. Estas pruebas fueron realizadas en la Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Química, en el laboratorio de Bioquímica, ubicado en sus instalaciones.

3.4.1.1.- Pruebas en estado estático evaluando el área de contacto de los anillos Pall con el agua de producción.

- Inicialmente se seleccionaron tres (3) “beakers” (vasos de precipitado) de igual capacidad en volumen, se lavaron e identificaron numéricamente del uno (1) al tres (3).
- Se preparó la cantidad suficiente de agua de producción, que simula las propiedades del agua carbonatada según la norma antes mencionada. Se dispuso aproximadamente de uno (1) a dos (2) litros para llenar con equidad cada “beaker” con el volumen necesario, en este caso 500 mL. En la Tabla 6 se muestran las cantidades utilizadas para un (1) litro de solución preparada y en la Tabla 7 a continuación se presenta la cantidad requerida para dos (2) litros de solución. De esta solución inicial se tomaron muestras para realizar las mediciones de pH, conductividad y cantidad de minerales presentes.

Tabla 7. Composición química para dos litros de agua sintética a usar en las experiencias de precipitación de Carbonato de Calcio, según lo indica la Norma NACE TM0374.

Solución N° 1	Solución N° 2
24,30 grs./L $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ *	14,72 grs./L NaHCO_3
7,36 grs./L $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	66,00 grs./L NaCl
66,00 grs./L NaCl	-

* Por estequiometría se obtiene que el contenido aproximado de calcio en la solución N° 1 es de 6620 ppm.

- A esta solución inicial se le midió el pH y la conductividad. Los valores fueron reportados para su posterior evaluación y comparación con los siguientes ensayos.

- Posteriormente se llenaron los “beakers” con una cantidad idéntica en volumen de agua (500 mL) y luego se colocaron los anillos Pall, una cantidad diferente para cada recipiente, los cuales se pesaron antes de introducirlos. A continuación se presenta el listado de pruebas estáticas a realizar, el cual depende de la cantidad de anillos.

Prueba 1: En el primer “Beaker” se introdujeron diez (10) anillos.

Prueba 2: En el segundo “Beaker” se introdujeron veinte (20) anillos.

Prueba 3: En el tercer “Beaker” se introdujeron treinta (30) anillos.

Estas experiencias se realizaron con la finalidad de evaluar, para el mismo volumen de solución y las mismas condiciones atmosféricas, el resultado, en el área de incrustación, y determinar si ésta proporción, que indica el peso de los anillos desnudos en relación al peso de los anillos cubiertos por incrustación, varía dependiendo de la cantidad de superficies en cada “beaker”. De esta manera se determinó la cantidad de minerales que se depositaron en los anillos, para un mismo volumen, en régimen estático, en condiciones que los resultados no se ven afectados por ningún cambio de flujo ni otras alteraciones presentes.

- Los anillos tuvieron un periodo de un día (24 horas) en contacto con la solución, tiempo estimado que favorece la deposición de minerales.
- Luego de transcurrido el tiempo especificado, se retiró de cada “beaker” el agua remanente, y se guardó en recipientes de plástico como se muestra en la Figura 9, todo esto con la finalidad de su posterior medición de pH, conductividad, y cálculo de minerales presentes en las mezclas.
- Para determinar la cantidad de calcio y magnesio tanto en las soluciones iniciales y finales, se usó como referencia la Norma COVENIN 2408-86, 1986, según su método volumétrico. Este estudio fue llevado a cabo en las

instalaciones de PDVSA INTEVEP, y la misma ayudó a realizar estas pruebas y proporcionó los resultados de dichos estudios para su posterior análisis.



Figura 9. Recipientes plásticos donde se almacenaron las muestras iniciales y finales de la solución carbonatada (Elaboración propia).

- Es importante destacar que se utilizaron los recipientes mostrados en la Figura 9 tanto para estas pruebas en estático como para las pruebas en estado dinámico que se describirán más adelante.
- Seguidamente se retiraron los anillos Pall para ser secados por un (1) día, en una estufa a temperatura de 60 °C, o no mayor de 100 °C, con la finalidad de destruir los cristales formados y de esta forma evidenciar que estructura cristalina de carbonato se generó.
- Por último, los anillos se retiraron de la estufa, se dejaron reposar por el tiempo necesario, para luego ser pesados.
- En base al área de incrustación o proporción másica que se obtuvo como resultado, se procedió a realizar las pruebas en estado dinámico, obteniendo valores de comparación entre los dos regímenes de trabajo, en este caso condiciones estáticas y dinámicas de operación, para lo que se usaron las mismas condiciones de trabajo, es decir de temperatura y presión ambiente.

3.4.2.- Pruebas de incrustaciones con flujo en estado dinámico.

Se ejecutaron las pruebas en estado dinámico con la finalidad de evaluar y determinar los valores al trabajar en condiciones de flujo continuo, evaluando el efecto del agua de producción en contacto con los Anillos Pall. Estos resultados facilitaron la comparación entre cada ensayo, y corroboraron y establecieron las condiciones en las cuales se forma la superficie incrustante, tomando en cuenta el efecto de la velocidad de flujo, su variación, fluctuaciones y todas las alteraciones o perturbaciones que pueden ocurrir en el medio, simulando pozos de trabajo o tuberías de succión de agua de producción o formación. Estas pruebas permitieron analizar que puede ocurrir al establecer un rango de flujo constante y variar la cantidad de anillos, y luego fijar el número de anillos y realizar un barrido de flujos, y determinar el comportamiento. Se realizaron las mediciones respectivas de pH, de conductividad y cantidad de minerales, tanto en las condiciones iniciales como finales, trabajando en condiciones atmosféricas y de este modo poder realizar comparaciones del estudio.

A continuación se describe el equipo en el cual se realizaron dichas pruebas, y los accesorios que complementan el sistema en general del presente estudio, el cual está ubicado en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU), de la Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Química.

3.4.2.1.- Descripción del equipo para pruebas dinámicas de incrustaciones.

El equipo está construido por materiales que no alteran las pruebas que serán estudiadas, bien sea con formación de incrustaciones, ya que no debe ocurrir taponamiento de las tuberías ni de las válvulas presentes en el trayecto de los fluidos. El sistema está constituido por los siguientes elementos:

- Tanque de aluminio (T-102) con capacidad de 75 L, se muestra en la Figura 10), donde se almacena agua desmineralizada (ver DFP-01, Figura 73).

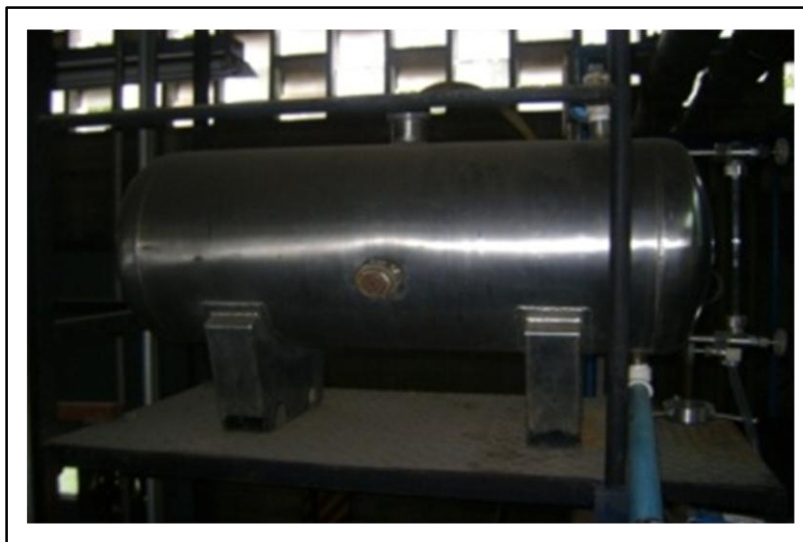


Figura 10. Tanque (T-102) para almacenamiento de agua desmineralizada (Elaboración propia).

- Tanque de vidrio Pirex® graduado (T-201) con capacidad de 8 L, que contenía la solución sintética. En la Figura 11 se muestra su ubicación en la planta, en el DFP-02, al igual que todos los equipos y accesorios que serán descritos a continuación.



Figura 11. Tanque (T-201) contenedor de la solución carbonatada (Elaboración propia).

- Bomba centrífuga Pedrollo (P-201) de 1/2 HP de potencia, la cual se muestra en la Figura 12.



Figura 12. Bomba centrífuga Pedrollo (Elaboración propia).

- Tubería de policloruro de vinilo (PVC) de 1 pulgada de diámetro nominal, ced. 80, y con una longitud total de 18 m, con una disposición rectangular a lo largo del sistema.
- Se dispone de una (1) válvula de globo de acero inoxidable (V-203), para el control de la velocidad de flujo. Su ajuste se realiza por mediciones con un rotámetro.
- Rotámetro para líquido, el cual posee el siguiente rango de 0 a 100 L/min, (R-201).
- El equipo contiene dos (2) válvulas de bola de acero inoxidable, una para abrir o cerrar el paso a la recirculación y la otra para la salida del fluido de desecho, (V-202 y V-204).
- Se dispone de un tramo de tubería de plexiglás transparente de dos (2) plg. de diámetro (St-201) el cual se muestra en la Figura 13, en el que se introdujo el material metálico de prueba.

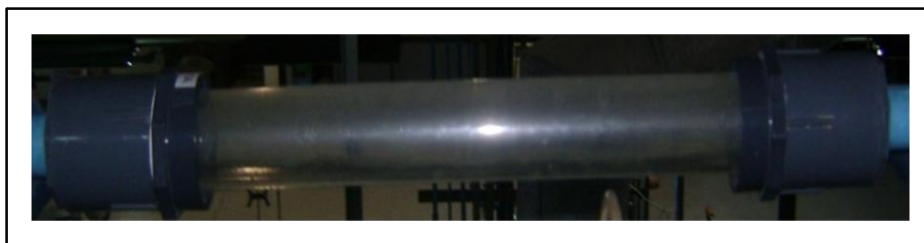


Figura 13. Tubería de Plexiglás (Elaboración propia).

- Se tienen dos (2) uniones de PVC, de una (1) plg. de diámetro para acoplar la sección de tubería de plexiglás de prueba con la línea principal de tubería, además de siete (7) uniones más a lo largo del trayecto de tubería del sistema.
- Se poseen dos (2) rejillas o mallas de acero inoxidable de 200 Mesh, para evitar que los restos o partículas de incrustación circulen por la línea del sistema hacia la bomba y puedan ocasionar obstrucción en ella y en el sistema.
- Se dispone de un pHmetro de campo marca METTLER TOLEDO modelo MP 220, para realizar las mediciones correspondientes. La Figura 14, muestra el pHmetro utilizado en el presente trabajo.



Figura 14. pHmetro METTLER TOLEDO MP 220 (Elaboración propia).

- Se utilizó un conductímetro de campo, marca OAKTON modelo pH/CON 510 Serie, para efectuar las mediciones requeridas. La Figura 15 muestra el equipo.



Figura 15. Conductímetro OAKTON (Elaboración propia).

- Se cuenta con una planta de agua desmineralizada, para la producción del agua base para la preparación del agua sintética. El procedimiento de puesta en marcha de esta planta será descrito en el apéndice A por medio de un manual de operación y el DFP-01 (Figura 73). Este sistema está conformado por los siguientes equipos y accesorios:
 - Se dispone de dos (2) filtros, el primero de cartucho para agua (FIL-101) y el segundo de arena (FIL-102) colocados en secuencia para depurar el agua de alimentación al sistema.
 - Tanque de almacenamiento de agua con capacidad de 140 L, (T-101).
 - Una (1) Bomba centrífuga de dos (2) HP de potencia (P-101), la cual alimenta las columnas de intercambio iónico.
 - Se dispone de un (1) rotámetro para líquido de rango 0 a 100 % (R-101), el cual es muy importante pues regula el flujo de líquido en la alimentación al sistema.
 - Se poseen dos (2) columnas de intercambio iónico, una de intercambio catiónica (C-101) y una de intercambio aniónica (C-102), para capturar por medio de resinas los iones presentes en el agua y reducir su dureza. El equipo se muestra en la Figura 16, donde se puede

describir de forma visual como está constituida y organizada dicha planta de tratamiento.



Figura 16. Planta de tratamiento de agua desmineralizada (Vista Oeste-Este)
(Elaboración propia).

En la Figura 17 se expone el Diagrama de Flujo de Proceso (DFP-02), describiendo de forma grafica como está constituido el sistema de evaluación de incrustaciones antes descrito, la trayectoria de los fluidos, la disposición de los equipos y los accesorios, su ubicación e identificación de cada uno de ellos, generando un mejor entendimiento del sistema donde se realizaron las pruebas experimentales en régimen continuo de operación. En la Figura 18 se puede observar con más detalle y de forma dinámica como es gráficamente el equipo y accesorios donde se realizaron dichos ensayos, con la finalidad de generar mayor entendimiento en el presente trabajo especial de grado.

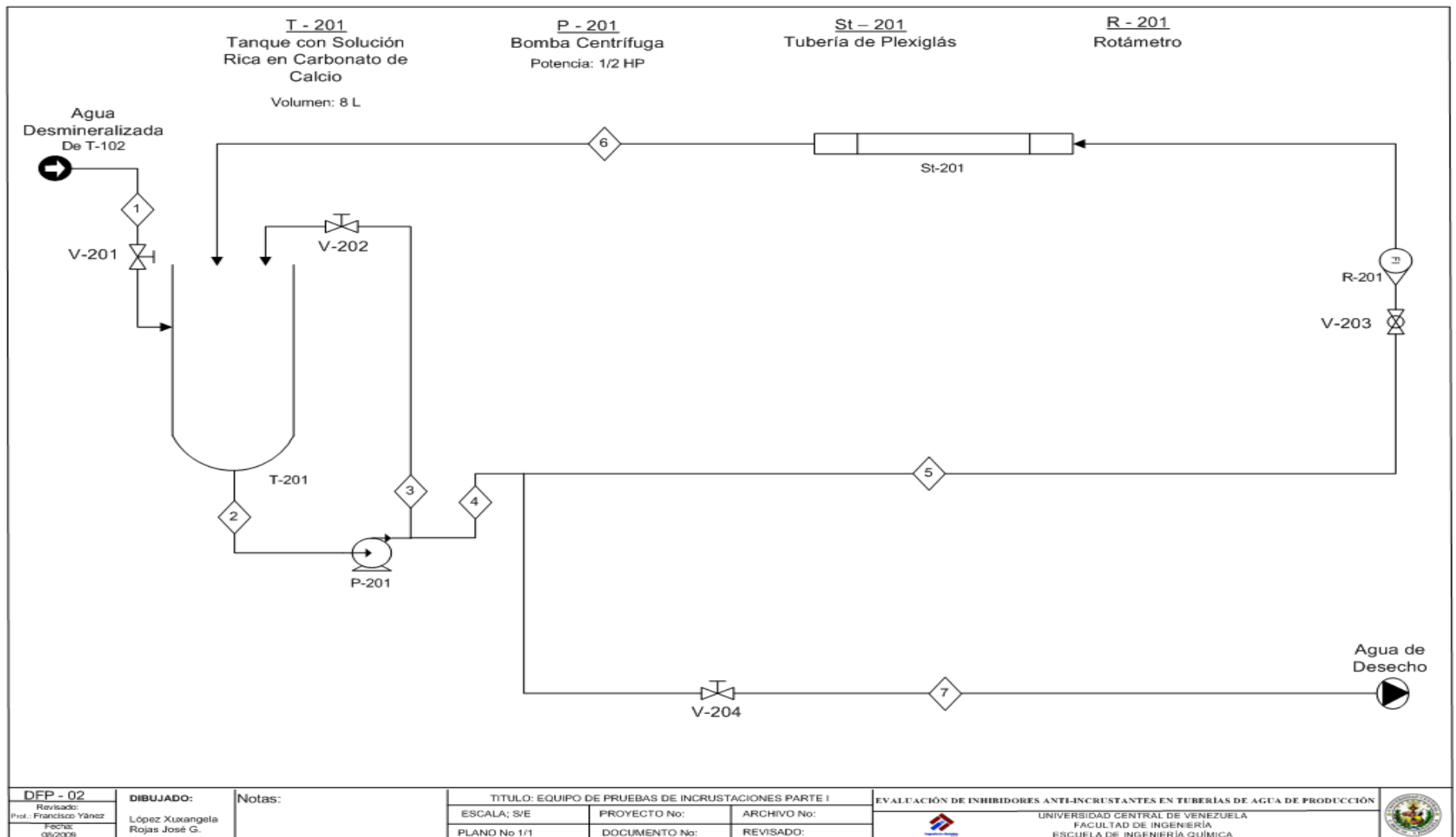


Figura 17. Diagrama de flujo de proceso (DFP-02) del sistema de pruebas de incrustaciones en estado dinámico (Elaboración propia).

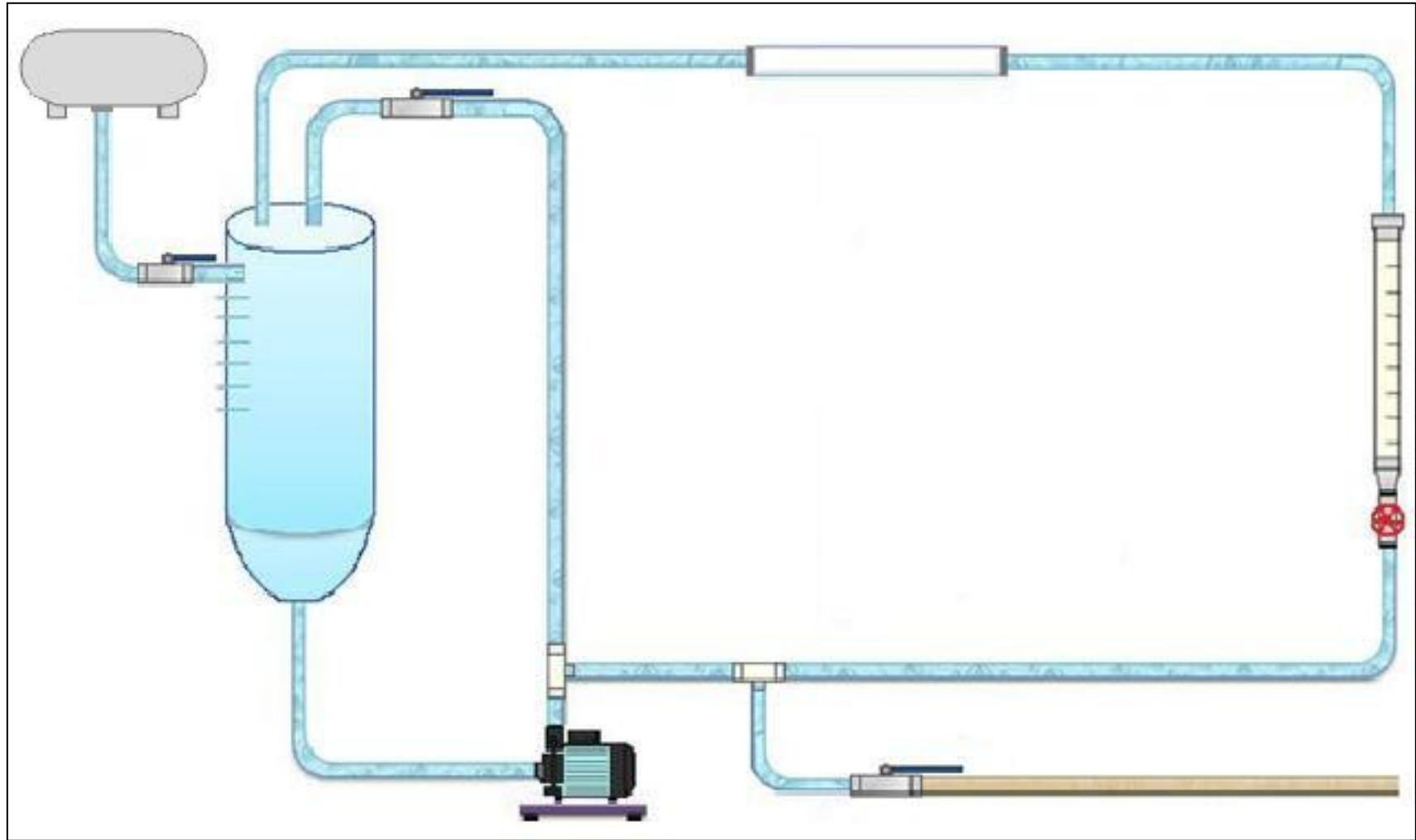


Figura 18. Esquema gráfico del equipo de sistema de pruebas de formación de incrustaciones en estado dinámico (Elaboración propia).

3.4.2.2.- Operación y puesta en marcha del sistema de pruebas de incrustación en régimen continuo.

Al equipo se le realizó un lavado completo por un tiempo determinado para eliminar cualquier impureza que contenga el sistema, bien sea por pruebas antes realizadas o por restos de solución y minerales adheridos a las paredes de las tuberías. Este procedimiento se describe con más detalle en el manual realizado y mostrado en el apéndice B.

Para dar inicio a las pruebas se realizó un tratamiento de curado con agua desmineralizada, para lo cual se llenó el tanque (T-201), luego se colocó en marcha el sistema de bombeo alimentando toda la tubería del equipo y por ende realizando un óptimo curado, variando los flujos por aproximadamente quince (15) minutos. Al terminar el tratamiento se desechó esta agua para dar comienzo a las pruebas de las incrustaciones.

Las pruebas consistieron en dar paso continuo del medio incrustante por todo el sistema, colocando muestras metálicas donde se generan los depósitos de minerales, asimismo se estudiaron las condiciones en las que se forman las estructuras y que se obtuvo como residuo, por lo que se tomó una muestra de agua inicial, final y de los sólidos depositados. Para llevar a cabo esta experiencia, primero se preparó el agua sintética necesaria siguiendo el procedimiento descrito en el apéndice A, en este caso quince (15) litros ocupando el volumen de todo el sistema, por el tanque de vidrio Pirex® graduado (T-201) de ocho (8) litros más siete (7) litros en tubería PVC; en la Tabla 8 a continuación se muestran las composiciones a usar para dicha preparación. Posteriormente se retiró la sección de tubería de plexiglás para introducirle los anillos Pall pesados, respectivamente, la cantidad correspondiente en cada prueba (indicado próximamente).

Tabla 8. Composición química para quince (15) litros de agua sintética a usar en las experiencias de precipitación de Carbonato de Calcio, según lo indica la Norma NACE TM 0374.

Solución N° 1	Solución N° 2
182,25 grs./L $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	110,40 grs./L NaHCO_3
55,20 grs./L $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	495,00 grs./L NaCl
495,00 grs./L NaCl	-

Seguido a esto se ensambló de nuevo el sistema quedando el equipo preparado para dar inicio a la experiencia, por lo que se enciende la bomba centrífuga (P-201), luego el flujo de circulación es ubicado en un valor constante, el cual transcurre por el tramo de tubería de plexiglás actuando en las superficies de prueba y retorna en el tanque de alimentación, recirculando la solución, finalizando el recorrido y dando inicio a otro ciclo. De esta forma, el fluido vuelve a actuar sobre la superficie de prueba, generando depósito de minerales en flujo continuo de operación. Estas pruebas tienen un período de tiempo de 24 horas, y luego de haber culminado se procedió a apagar el sistema de bombeo, se midió la temperatura para verificar si la bomba generaba algún tipo de intercambio de calor por causa del trabajo constante por un día completo, se tomó una muestra de agua final para realizar los estudios pertinentes de mediciones de pH, conductividad, determinación de dureza cálcica y magnésica, para posteriormente realizar un balance de carbonato total en el sistema (*Covenin 2408-86, 1986*). Suponiendo que no existen pérdidas en el sistema, se pudo determinar la cantidad de carbonato depositado en el material en estudio. Luego de tomar la muestra de agua se desechó el agua restante para retirar los anillos Pall con las incrustaciones pertinentes. Este procedimiento se debe realizar con precaución para no alterar los resultados aunque por el tiempo de pruebas estas deposiciones deben estar bien adheridas a la superficie. Para culminar, se introdujeron estas muestras en una estufa por un tiempo de 24 horas a una temperatura no mayor de los 100 °C, con el objetivo de destruir los cristales formados y de esta forma comprobar que tipo de estructura cristalina de carbonato se generó.

Luego del tiempo transcurrido de secado los anillos adquirieron un peso constante por lo que se retiraron de la estufa, se pesaron y se calculó la relación o proporción del área de incrustación, por medio de la siguiente ecuación:

$$\text{Proporción o Relación de incrustación: } \frac{\text{Peso inicial de los anillos}}{\text{Peso final de los anillos}} \quad \text{Ec. 6}$$

Esta relación ayudó a verificar cual es la proporción de incrustación, independientemente del número de anillos utilizados, para cada una de las pruebas, por lo que se corroboró si ésta relación es la misma o no, proporcionando la información necesaria para las siguientes pruebas en la que se evitará esta problemática con el uso de inhibidores.

Para verificar la repetitividad de las variables, se cambiaron las condiciones a ser estudiadas, como lo son realizar un barrido de los rangos de flujo y cantidades de anillos Pall para lo que se repitió el procedimiento antes mencionado. Este procedimiento se describe con mayor detalle en el manual realizado y mostrado en el apéndice C. A continuación se muestra un listado de las pruebas de incrustaciones en flujo continuo que se llevaron a cabo, siguiendo la numeración de las pruebas anteriores.

3.4.2.3.- Lista de las pruebas dinámicas de incrustaciones a realizar.

Prueba 4: Barrido de cantidad de anillos con flujo constante.

- Cantidad de anillos: 10 unidades.
- Velocidad de flujo: 30 L/min.

Prueba 5: Barrido de cantidad de anillos con flujo constante.

- Cantidad de anillos: 20 unidades.

- Velocidad de flujo: 30 L/min.

Prueba 6: Barrido de cantidad de anillos con flujo constante.

- Cantidad de anillos: 30 unidades.
- Velocidad de flujo: 30 L/min.

Prueba 7: Evaluación de la Repetitividad de la prueba N°1 del Barrido de cantidad de anillos con flujo constante.

- Cantidad de anillos: 10 unidades.
- Velocidad de flujo: 30 L/min.

Prueba 8: Evaluación de repetitividad de la prueba N° 3 con el mismo número de anillos, pero con un rango diferente de flujo, para verificar proporcionalidad y ver si cambian los pesos de los anillos obtenidos como resultado con respecto a las pruebas anteriores.

- Cantidad de anillos: 20 unidades.
- Velocidad de flujo: 20 L/min.

Prueba 9: Barrido de flujo con una cantidad de anillos constante.

- Cantidad de anillos: 20 unidades.
- Velocidad de flujo: 15 L/min.

Prueba 10: Barrido de flujo con una cantidad de anillos constante.

- Cantidad de anillos: 20 unidades.
- Velocidad de flujo: 45 L/min.

Al verificar la repetitividad de las variables que generan incrustación, se realizaron las pruebas para evitar que ocurran las deposiciones de minerales.

3.5.- Evaluación y aplicación de un tratamiento químico para evitar que se formen incrustaciones.

El tratamiento químico que cumplió los objetivos planteados y que utilizamos como medida preventiva fue la inyección de inhibidores anti-incrustantes en el agua de producción sintética, evaluando como actúan, cual es su mecanismo, su eficiencia, en qué condiciones se favorece y como evitan la deposición de minerales en los anillos Pall. Para cumplir con lo antes descrito, se realizaron ensayos en estado estático y dinámico usando las mejores condiciones alcanzadas en las pruebas anteriores, tanto de flujo como de la cantidad de superficies de estudio. Se usaron diferentes inhibidores específicos en su función, debido a que no existe uno que sea general y que pueda evitar todos los tipos de incrustaciones que se puedan dar independientemente, de donde y por qué se estén generando. Utilizamos cuatro (4) inhibidores los cuales se adaptan teóricamente a las condiciones y propiedades fisicoquímicas en las cuales se generaron las incrustaciones antes experimentadas, por lo que utilizamos dos (2) inhibidores sintéticos y dos (2) orgánicos. Sus propiedades físicas y químicas se han descrito con anterioridad por lo que se esperan resultados satisfactorios, sin pérdidas de reactivos, pruebas y tiempo empleado para la realización de todos los ensayos, evaluando la eficiencia de cada inhibidor a usar. Los inhibidores a utilizar se indican e identifican a continuación:

1. Inhibidor orgánico: Aloe Vera al 15% p/p.
2. Inhibidor orgánico: Extracto de aceite de mango.
3. Inhibidor sintético: Bi-Fosfato.
4. Inhibidor sintético: Tri-Fosfato.

Para determinar cómo se adaptan las estructuras de los inhibidores se estudió cómo se estabilizan térmicamente, y de este modo poder fijar un campo de aplicación, punto importante para lograr un proceso efectivo y seguro que impida la incrustación, además que el éxito del tratamiento puede determinarse por el tiempo de efectividad para inhibir.

3.6.- Inyección de los diferentes inhibidores anti-incrustantes en flujo dinámico y estático.

Se procedió a realizar las pruebas en flujo continuo y no continuo, con la inyección de los inhibidores anti-incrustantes al agua de producción, para determinar cuan eficaz pueden ser. Se analizó su comportamiento y los cambios estructurales del agua carbonatada, se comprobó la eliminación de depósitos en superficies metálicas por medio de estudios experimentales. A continuación se describe como se realizarán estas experiencias y los equipos correspondientes.

3.6.1.- Pruebas de inyección de inhibidores y evaluación de su eficiencia anti-incrustante con flujo en estado estático.

Se ejecutaron las pruebas en régimen estático con la finalidad de analizar las condiciones que favorecen la formación de incrustaciones, por lo que se utilizó el número de anillos Pall que arrojaron los mejores resultados en las pruebas anteriores, la cantidad de agua sintética acorde a los recipientes, el tiempo establecido y una temperatura en el rango de 40 a 50 °C, tomando como referencia la norma antes mencionada. A continuación se describe el procedimiento a seguir para la realización de dichos ensayos a flujo no continuo con la aplicación de cada uno de los inhibidores expuestos anteriormente.

- Se seleccionaron cinco (5) “beakers” de igual capacidad en volumen, se lavaron e identificaron numéricamente.

- Se preparó la cantidad suficiente de agua sintética, aproximadamente de uno (1) a dos (2) litros para llenar los “beakers” con el volumen requerido, según las composiciones especificadas en la Tabla 6 y Tabla 7 respectivamente.
- Se tomó una muestra de esta solución inicial para realizar la medición de pH y conductividad.
- Luego se procedió a introducir en cada “beaker” la misma cantidad de agua sintética (aproximadamente 500 mL). Luego se colocó la cantidad de anillos Pall que arrojaron los mejores resultados en las primeras pruebas (20 anillos), los cuales se pesaron antes de ser introducidos.
- Seguidamente se le agregó a cada “beaker” un inhibidor en la cantidad descrita por la bibliografía, la cual depende de la cantidad de agua que se utilice. Se añadió un producto de inhibición diferente para cada recipiente, según la Norma NACE TM0374, la cantidad de 2000ppm para todas las experiencias; al “beaker” sobrante no se le proporcionó inhibidor, siendo este un blanco, prueba base para evaluar el comportamiento de los parámetros y nuevas condiciones en el sistema; de esta forma se corroboró la repetitividad de las propiedades, generando los resultados para realizar las comparaciones y los estudios correspondientes.
- Luego los “beakers” se introdujeron en una estufa a una temperatura en el rango de 40 a 50 °C, de esta forma se le proporcionó al sistema el calor necesario y establecido por la Norma NACE TM0374, generando las mejores condiciones a las que se puede realizar dicho ensayo, y de esta forma optimizar los resultados y mejorar la eficiencia de dichos productos.
- Los anillos tuvieron un período de un día (24 horas) en contacto con la solución de agua carbonatada más el inhibidor correspondiente, para verificar si el mecanismo de inhibición se adaptaba a las condiciones de trabajo.

- Al cumplir con el tiempo especificado para los ensayos, se extrajo de cada “beaker” el agua contenida y se guardo en envases de plástico para su posterior medición de pH, conductividad y balance de cantidades restantes de iones calcio y magnesio.
- Se retiraron los anillos Pall del sistema para ser secados por un (1) día en una estufa a temperatura de 60 °C o no mayor de 100 °C.
- Por último los anillos se retiraron de la estufa, se dejaron reposar, luego se pesaron, y se calculó la relación de incrustación por medio de la ecuación 6, y se realizó el estudio de microscopia electrónica de barrido, permitiéndonos estudiar los cambios de morfología, de tamaño y de composición que pueden sufrir las estructuras cristalinas presentes (*Rosa-Brussin et al, 2004*).

A continuación se presenta un listado de todas las pruebas en estado estático realizadas, siguiendo la numeración de los ensayos anteriores.

3.6.1.1.- Lista de las pruebas estáticas de incrustaciones con inyección de inhibidores realizadas.

Prueba 11: Esta prueba se ejecutó en presencia de agua sintética para evaluar cuánto se puede incrustar en los anillos Pall con el nuevo rango de temperatura, sin presencia de inhibidor.

- Cantidad de anillos: 20 Anillos.
- Volumen: 500 mL.
- Inhibidor: Ninguno.

Prueba 12: Evaluación del tratamiento químico para evitar formación de incrustaciones por medio de la aplicación del primer inhibidor.

- Cantidad de anillos: 20 anillos.
- Volumen: 500 mL.
- Inhibidor: Aloe Vera al 15% p/p (2000 ppm).

Prueba 13: Evaluación del tratamiento químico para evitar formación de incrustaciones por medio de la aplicación del segundo inhibidor.

- Cantidad de anillos: 20 anillos.
- Volumen: 500 mL.
- Inhibidor: Extracto de aceite de mango (2000 ppm).

Prueba 14: Evaluación del tratamiento químico para evitar formación de incrustaciones por medio de la aplicación del tercer inhibidor.

- Cantidad de anillos: 20 anillos.
- Volumen: 500 mL.
- Inhibidor: Bi-fosfato (2000 ppm).

Prueba 15: Evaluación de tratamiento químico para evitar formación de incrustaciones por medio de la aplicación del cuarto inhibidor.

- Cantidad de anillos: 20 anillos.
- Volumen: 500 mL.
- Inhibidor: Tri-fosfato (2000 ppm).

En base a los inhibidores que proporcionaron la mayor eficiencia, se procedió a realizar las pruebas en estado dinámico para obtener los valores de comparación en

presencia de un tratamiento químico, que ayudará a mitigar la problemática. Se montaron los ensayos en las mismas condiciones que en el estado estático, por lo que el equipo donde se realizaron las primeras pruebas en estado dinámico se modificó para impartir igualdad de parámetros y condiciones de estudio.

3.6.2.- Ensayos de inyección de inhibidores y evaluación de su eficiencia anti-incrustante con flujo en estado dinámico.

Se realizaron los ensayos con flujo continuo, buscando evaluar y determinar la efectividad de una serie de inhibidores que se agregaron al agua de formación, y se utilizó la cantidad de anillos que arrojaron los mejores resultados en los ensayos anteriormente descritos, en este caso un total de veinte (20) unidades y una velocidad de flujo de 30 L/min, usados y determinados en las pruebas anteriores. Es importante destacar que los parámetros en que difieren las pruebas dinámicas preliminares con las actuales, es la inyección del inhibidor para cada experiencia y aplicar una mayor temperatura al sistema, usando la NORMA NACE TM0374 como referencia. Para optimizar las condiciones del sistema, se tuvo que modificar el equipo debido a que el anterior no contenía los entornos apropiados para proporcionarle la temperatura requerida al sistema, lo que a continuación se plasmará en el diagrama de flujo de proceso (DFP-03), Figura 19, y posteriormente se mostrarán los resultados de dichos cambios. Se puede observar la diferencia al comparar el DFP-02 con el DFP-03 y corroborar dicha variación. En la Figura 20 se puede observar un esquema dinámico y más explícito del sistema de estudio en el que se realizaron los ensayos de evaluación de inhibidores anti-incrustantes en tuberías de agua de producción, con mayor temperatura para optimizar los resultados.

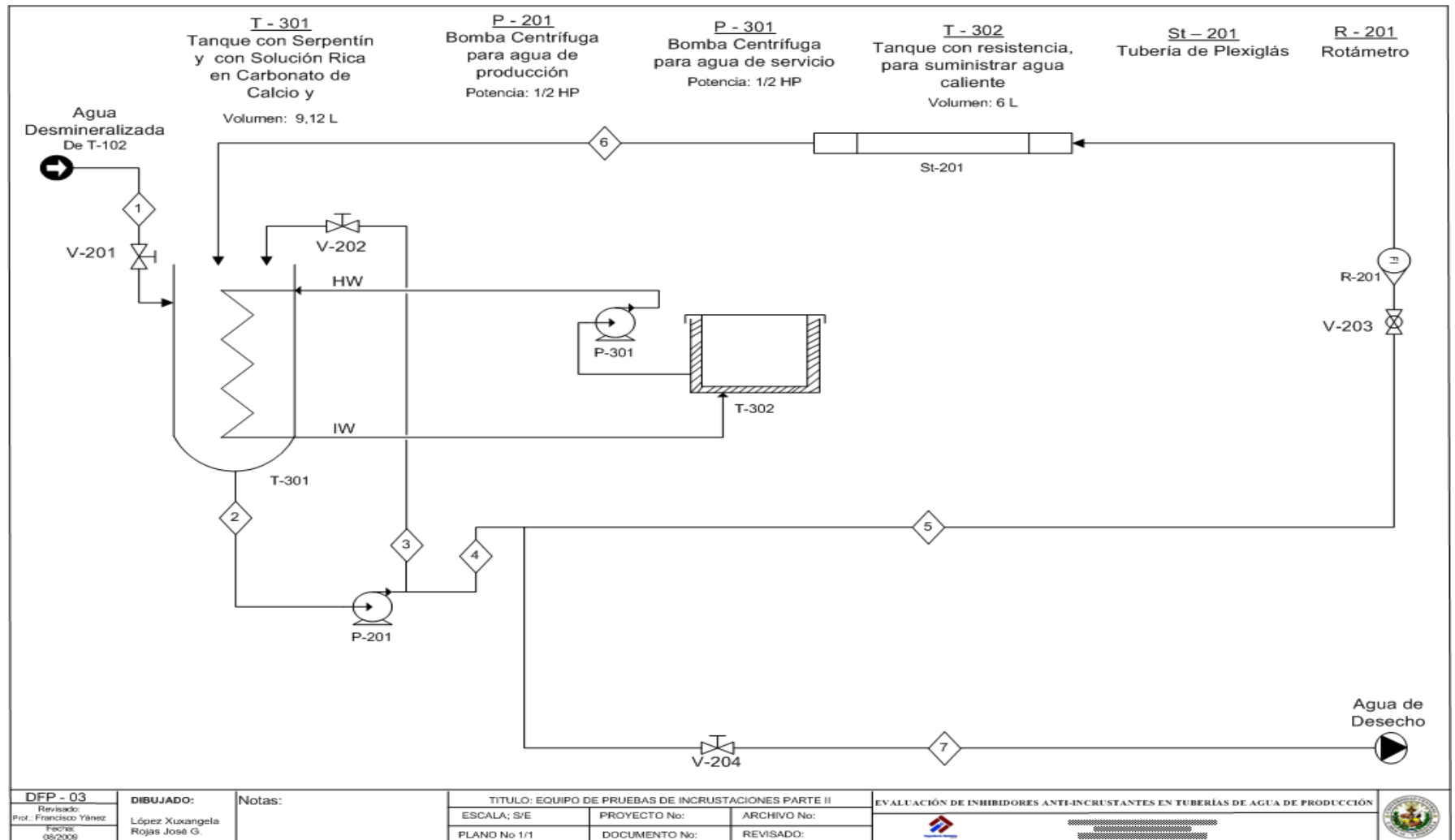


Figura 19. Diagrama de flujo de proceso (DFP-03) del sistema de pruebas de incrustaciones con inhibidores en estado dinámico (Elaboración propia).

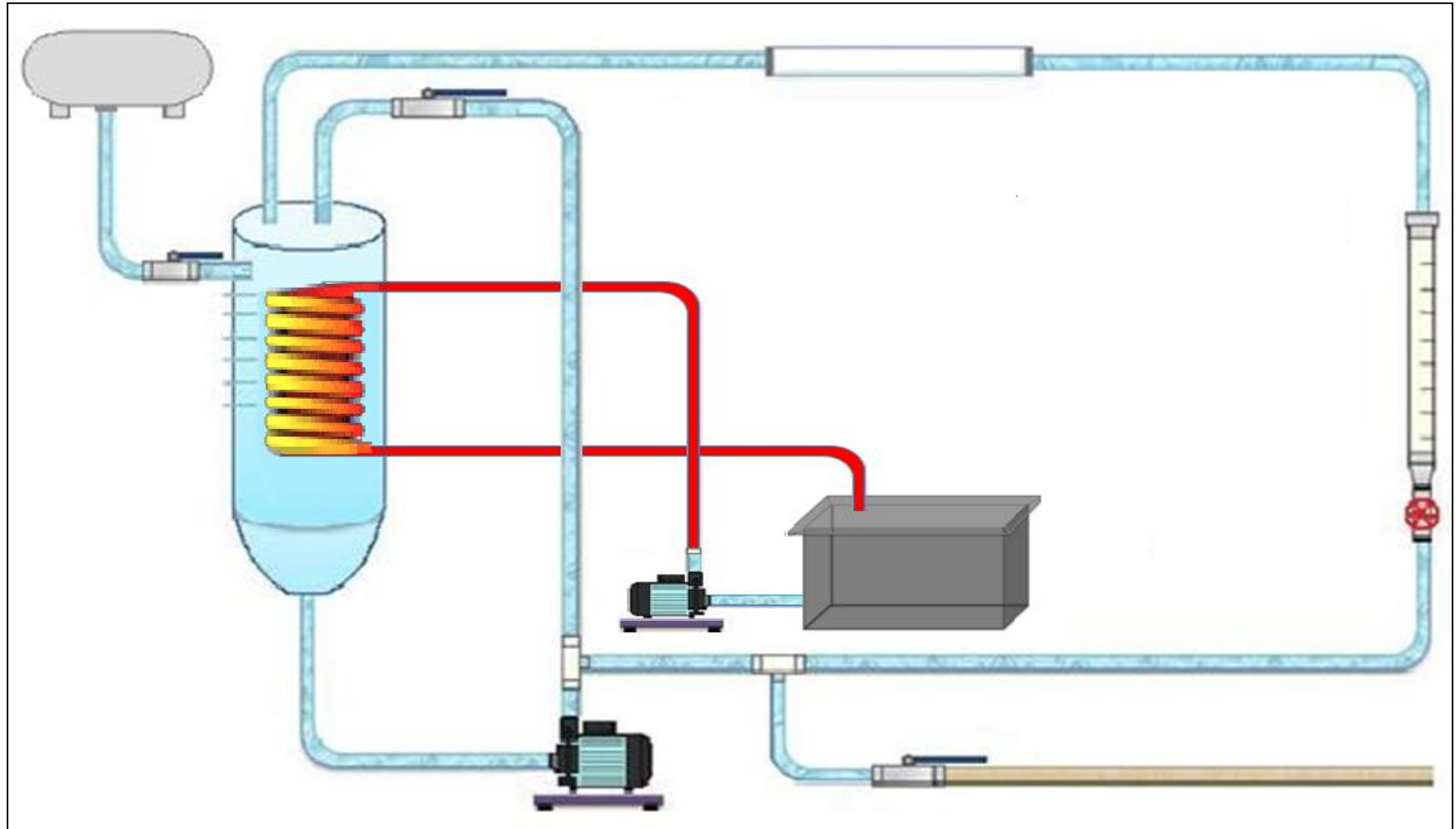


Figura 20. Esquema gráfico del equipo de sistema de pruebas de formación de incrustaciones suministrándole temperatura en estado dinámico (Elaboración propia).

Es importante resaltar que se realizó el cambio del tanque simple inicial por uno que tiene incluido un serpentín en su interior (T-301), del mismo material del anterior, al cual se le realizaron las conexiones precisas por medio de mangueras resistentes a cambios e incrementos de temperaturas, se le colocaron uniones y tuberías de PVC de una (1) plg. de diámetro para conectar un (1) tanque de aluminio adicional (T-302) para calentamiento, el cual fue construido en forma rectangular de material de aluminio y luego aislado térmicamente con lona de fibra de vidrio, pegamento y precintos de seguridad para adherirlo a las paredes del mismo, para evitar pérdidas de calor con los alrededores del sistema, poder controlar y mantener estable la temperatura, y evitando cualquier riesgo personal, como quemaduras para los operadores del equipo. La finalidad de la construcción de dicho tanque fue generar un sistema de calentamiento, para la optimización del proceso de incrustación; al mismo se le introdujo agua desmineralizada, con la dureza mínima requerida, lo que evitó que hubiera cualquier tipo de incrustación en el sistema. En este tanque se introdujo una (1) resistencia para calentar el fluido, un (1) termostato para regular la temperatura del agua desmineralizada y un (1) termómetro para realizar las mediciones necesarias de temperatura, y se enlazó el tanque con una bomba Domosa de ½ Hp de potencia que se identificó de la siguiente forma P-301, cuya función es impulsar el fluido caliente del tanque (T-302) al serpentín que está contenido en el tanque (T-301) y luego recircularla al tanque de aluminio T-302 para culminar su recorrido, esto se hace con la finalidad de mantener constante el nivel de agua en el tanque, al igual que la temperatura, tomando las precauciones pertinentes, debido a que si la cantidad de agua se reduce se puede dañar la resistencia y la bomba.

Seguidamente se describe y se muestra las modificaciones y los accesorios cambiados del sistema en el cual se realizaron dichas pruebas, y que complementan el sistema en general del presente estudio, el cual está ubicado en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU), de la Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Química.

3.6.2.1.- Descripción del equipo para pruebas dinámicas de incrustaciones con temperatura y con inyección de inhibidores.

El equipo fue construido por materiales y accesorios que no alteran los ensayos, con formación de incrustaciones, taponamiento de las tuberías ni de las válvulas presentes en el trayecto de los fluidos. El sistema está constituido por los elementos y accesorios descritos anteriormente en el punto 3.4.2.1., y a continuación se describen los elementos que se modificaron y agregaron en el equipo:

- Tanque de vidrio Pyrex® graduado, con serpentín interno (T-301), el cual tiene una capacidad de 9 L (nueve litros), que contendrá la mezcla de las soluciones 1 y 2, más el inhibidor correspondiente; este se puede observar en la Figura 21 .En la Figura 19 se muestra su ubicación en la planta, en el DFP-03, al igual que todos los equipos y accesorios que serán descritos a continuación.



Figura 21. Tanque con serpentín (T-301), contenedor de la solución carbonatada e inhibidor correspondiente (Elaboración propia).

- Bomba centrífuga Domosa (P-301), de 1/2 HP de potencia, suministra el agua caliente al tanque (T-301) y por ende al sistema. Se le adaptó un (1) interruptor para el encendido y apagado de la bomba, y se muestra en la Figura 22.



Figura 22. Bomba centrífuga Domosa y interruptor de encendido (Elaboración Propia).

- Tanque de aluminio (T-302) con capacidad de 10 L (diez litros), aislado térmicamente con lona de fibra de vidrio, se muestra en la Figura 10, al mismo se le introdujo agua desmineralizada para su uso como fluido de calentamiento.



Figura 23. Tanque de aluminio (T-302) vista de frente (Elaboración propia).

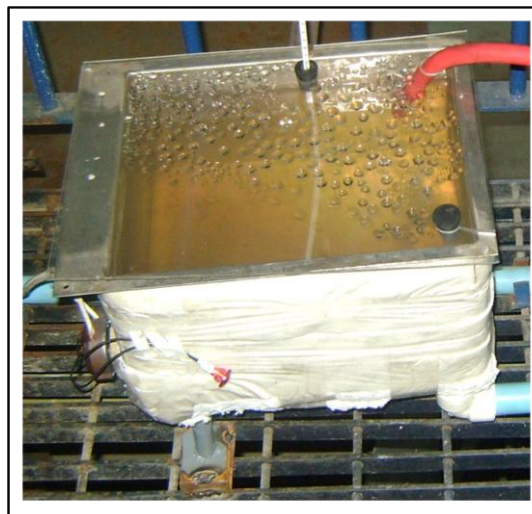


Figura 24. Tanque de aluminio (T-302) vista aérea (Elaboración propia).

- Se dispone de una (1) resistencia de calentamiento, para fluido, en este caso agua desmineralizada, se ubicó internamente en el tanque (T-302) y se puede observar en la Figura 25.

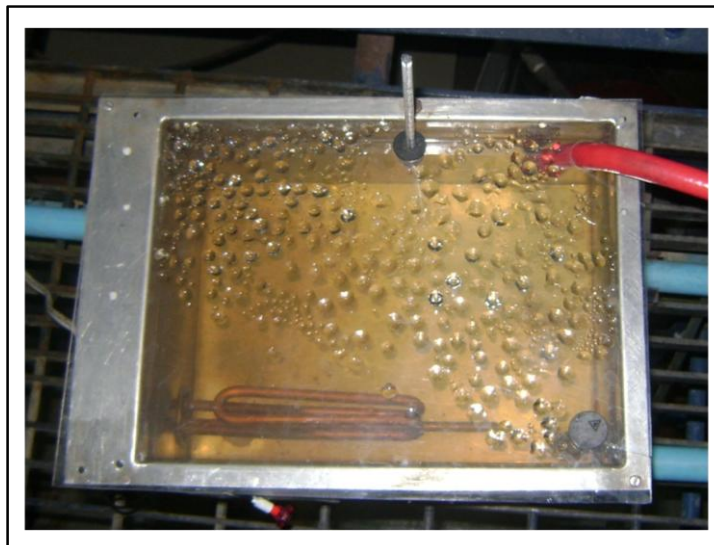


Figura 25. Resistencia de calentamiento (Elaboración propia).

- Se cuenta con un (1) termostato para regular y mantener la temperatura del agua desmineralizada y un (1) bombillo adaptado a la resistencia y el termostato, el cual nos indica cuando está encendida o no la misma; se pueden observar en la Figura 26.



Figura 26. Termostato y bombillo, para regular la temperatura en el tanque (T-302) (Elaboración propia).

- Se tiene un termómetro para realizar las mediciones pertinentes de temperatura en el sistema, se puede ver en la Figura 25 y en la Figura 26.
- Se dispone de tubería de policloruro de vinilo (PVC) de una (1) pulgada de diámetro nominal, cedula (ced.) 80, y con una longitud total de 1,5 m.
- Se tienen dos (2) tramos de mangueras de material resistente a temperaturas elevadas, una (1) que va de la tubería de PVC a la salida de la bomba (P-301), hasta la entrada del serpentín contenido en el tanque (T-301) y la otra manguera, se encuentra a la salida del serpentín del tanque (T-302). También se cuenta con una (1) unión de PVC, de una (1) plg. de diámetro para acoplar la sección de tubería del tanque (T-302) a la bomba (P-301), además se tiene un (1) codo para acoplar la tubería con el tanque, y tres (3) reductores para adaptar las mangueras con las entradas y salidas del sistema. Estos elementos se pueden mostrar en la Figura 27.



Figura 27. Tuberías y uniones de PVC, reductores y mangueras en el sistema (Elaboración Propia).

De esta forma se da por culminado la descripción del sistema de calentamiento, cuya función es suministrar una mayor temperatura al sistema, y de esta forma optimizar los resultados. En la Figura 28 se puede observar el equipo (con las modificaciones de las tuberías de PVC que se le realizaron para poder adaptarlas al nuevo tanque (T-301), dado a que este es mucho más alto y posee un diámetro menor al anterior. Gracias a esto se logró ensamblar de forma satisfactoria un sistema completo de calentamiento y de pruebas de incrustaciones, todo construido por los realizadores del presente trabajo especial de grado con ayuda del personal del laboratorio.



Figura 28. Sistema de calentamiento y prueba de inhibidores anti-incrustantes en tuberías de agua de producción (Elaboración propia).

3.6.3.- Operación y puesta en marcha del sistema de pruebas de incrustación con inyección de inhibidores en régimen continuo de trabajo.

Inicialmente se le realiza un lavado al equipo, siguiendo el procedimiento que se describe en el apéndice B, el cual se debe efectuar antes y después de realizar cada prueba. Es importante destacar que si el equipo luego de realizarle este lavado no queda en óptimas condiciones se le puede agregar ácido acético antes del ácido clorhídrico y de esta forma mitigar cualquier resto en el sistema.

Luego se realizó un tratamiento de curado con agua desmineralizada a todo el sistema, como fue especificado en las pruebas dinámicas anteriores.

Las experiencias radican en dar paso continuo del medio incrustante con el inhibidor correspondiente a cada prueba, colocando las muestras metálicas en el ducto, se preparó agua sintética, como se ha venido haciendo y describiendo con anterioridad, lo diferente fue que luego de tener lista el agua de producción y agregada en el tanque (T-301), se le adicionó el inhibidor (2000 ppm según lo indica la Norma NACE TM0374), que actúa para cada caso en estudio. Para estos ensayos se prepararon dieciocho (18) litros de agua de producción sintética, volumen ocupado por todo el sistema; el tanque de vidrio Pirex® graduado con serpentín interno (T-301) posee una capacidad de nueve (9) litros, más nueve (9) litros en tubería PVC, dan como resultado el volumen descrito; en la Tabla 9 se muestran las composiciones empleadas para dicha preparación. Para todas las pruebas que se realizaron, se tomaron las muestras iniciales y finales de esta solución para realizarle las mediciones de pH, conductividad y mediciones de la cantidad de calcio de las mismas. Posteriormente en la sección de tubería de plexiglás se introdujeron una cantidad de veinte (20) anillos Pall, pesados inicialmente en la balanza correspondiente (se utilizaron la misma cantidad para todos los ensayos por estáticas anteriores, debido a que arrojan los mejores resultados en el sistema en estudio y pruebas anteriores), quedando el equipo preparado para dar inicio a la experiencia.

Tabla 9. Composición química para dieciocho (18) litros de agua sintética a usar en las experiencias de inhibición de incrustaciones, según lo indica la Norma NACE TM 0374.

Solución N° 1	Solución N° 2
218,70 grs./L $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	132,48 grs./L NaHCO_3
66,24 grs./L $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	594,00 grs./L NaCl
594,00 grs./L NaCl	-

Seguidamente se procede a encender las bombas centrífugas P-201 y P-301, las cuales poseen la potencia requerida para dar alimentación a todo el sistema de incrustación y al de calentamiento respectivamente, para esto se debió encender previamente la resistencia ubicada en el tanque (T-302) y se verifica que esté actuando al encenderse el bombillo de color rojo acoplado a dicho sistema, donde se debe fijar la temperatura de operación en el rango de 40 a 50 °C, para esto se debe medir la temperatura inicial del agua desmineralizada contenida en el tanque (T-302) y de la mezcla ubicada en el tanque (T-301). Luego el flujo de la solución incrustante es mantenido en un valor constante de 30 L/min, dato suministrado por los resultados de la primera etapa de pruebas en estado dinámico, determinado en los ensayos experimentales ya evaluados. Inmediatamente, el fluido transcurre por el tramo de tubería de plexiglás, actuando en las superficies de prueba y retorna en el tanque de alimentación y recirculación de la solución, finalizando el recorrido y dando inicio a otro ciclo de prueba. Asimismo, el fluido vuelve actuar sobre la superficie de prueba, generando depósito de minerales en flujo continuo de operación y el inhibidor debe actuar para evitar que esto ocurra. Estos ensayos al igual que los anteriores, tienen un período de estudio de un (1) día (24 horas), luego de transcurrir dicho período se procedió apagar ambos sistemas de bombeo y la resistencia correspondiente, para lo que se debió medir las temperaturas de ambos fluidos y ser reportados, se tomaron muestras de agua final para realizarle los estudios pertinentes. En relación a la información requerida para obtener cual es la cantidad final de minerales en el agua,

la cantidad de carbonato depositado en el material y lo que se logró evitar depositar por el uso de los inhibidores. Luego de que se tomó la muestra de agua se procedió a abrir la válvula V-204, para desechar el agua restante y posteriormente se debió retirar la tubería necesaria para obtener los anillos Pall con las incrustaciones pertinentes. Para culminar, se introdujeron estas muestras en la estufa por un tiempo aproximado de un (1) día (24 horas) a una temperatura no mayor de los 100 °C, con el objetivo de destruir los cristales formados y de esta forma comprobar que estructura cristalina de carbonato se generó.

Al cumplir con el lapso establecido de secado, se procede a retirar los anillos de la estufa, se pesaron y se calculó la relación del área de incrustación o proporción másica, por medio de la ecuación 6 descrita con anterioridad.

Esta relación ayuda a evaluar y determinar cuál es la proporción de incrustación que poseen los anillos al inyectar inhibidores, y se evalúa la eficiencia de cada uno ellos con respecto al porcentaje de deposición de minerales que lograron evitar que se formen, cuál fue su mecanismo de inhibición, como actuaron, que resultados se obtuvieron y que estructura de los carbonatos se logró atacar con mayor proporción.

Los cristales formados sobre los anillos Pall fueron estudiados mediante Microscopia Electrónica de Barrido (MEB) y se analizaron los resultados para determinar si la acción del inhibidor afectó la conformación de las redes cristalinas de los minerales. Este estudio se debe realizar para cada experiencia tanto dinámica como estática.

Los estudios de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB): Se llevaron a cabo con el equipo Scanning Microscope JEOL JSM-5800LV, el cual se encuentra en las instalaciones de PDVSA INTEVEP, dicha institución nos ayudó a realizar estas pruebas y nos proporcionaron los resultados de estos estudios para su posterior análisis.

A continuación se muestra un listado de todas las pruebas realizadas evaluando las incrustaciones con flujo continuo de operación al inyectar diferentes inhibidores al sistema para cada ensayo, para estos ensayos se sigue la numeración de las experiencias ya realizadas.

3.6.3.1.- Listado de las pruebas realizadas en estado dinámico evaluando incrustaciones con inyección de inhibidores.

Prueba 16: Este ensayo se efectuó como blanco para evaluar y probar el nuevo equipo de trabajo, donde se verificó que con el rango de temperatura utilizado (de 40 a 50 °C), no ocurrió evaporación que pueda afectar la concentración de las sales presentes, debido a que no se trabajó a temperaturas más altas que la de ebullición del agua, en este caso solo se trabajó con agua desmineralizada.

- Cantidad de anillos: 00 unidades.
- Velocidad de flujo: 30 L/min.
- Inhibidor: Ninguno.

Prueba 17: Esta experiencia se ejecutó con la misma finalidad que la prueba anterior, en la que se va a dejar pasar solo agua desmineralizada, pero la única diferencia es que en este caso se realizó en presencia de anillos Pall como muestra, evaluando como pueden afectar a los resultados y si se puede o no variar la concentración en el sistema.

- Cantidad de anillos: 20 unidades.
- Velocidad de flujo: 30 L/min.
- Inhibidor: Ninguno.

Prueba 18: Esta prueba se realizó en presencia de agua de producción para determinar cuánto se pudo incrustar en los anillos Pall con el nuevo rango de temperatura, sin presencia de inhibidor, este ensayo nos ayudo a comparar cuanto se puede incrustar a una temperatura menor, en el caso de las primeras pruebas realizadas (temperatura ambiente) y en esta experiencia se suministró una temperatura en el rango de 40 a 50 °C, para luego comparar dichos resultados y corroborar como afectan los cambios de temperatura en la formación de incrustaciones.

- Cantidad de anillos: 20 unidades.
- Velocidad de flujo: 30 L/min.
- Inhibidor: Ninguno.

Prueba 19: Evaluación del tratamiento químico para evitar la formación de incrustaciones, por medio de la aplicación del primer inhibidor.

- Cantidad de anillos: 20 unidades.
- Velocidad de flujo: 30 L/min.
- Inhibidor: Aloe Vera al 15% p/p (2000 ppm).

Prueba 20: Evaluación del tratamiento químico para evitar la formación de incrustaciones, por medio de la aplicación del segundo inhibidor.

- Cantidad de anillos: 20 unidades.
- Velocidad de flujo: 30 L/min.
- Inhibidor: Extracto de aceite de mango (2000 ppm).

Prueba 21: Evaluación de tratamiento químico para evitar la formación de incrustaciones, por medio de la aplicación del tercer inhibidor.

- Cantidad de anillos: 20 unidades.
- Velocidad de flujo: 30 L/min.
- Inhibidor: Bi-fosfato (2000 ppm).

Prueba 22: Evaluación de tratamiento químico para evitar la formación de incrustaciones, por medio de la aplicación del cuarto inhibidor.

- Cantidad de anillos: 20 unidades.
- Velocidad de flujo: 30 L/min.
- Inhibidor: Tri-fosfato (2000 ppm).

Luego de haber culminado con esta sección de pruebas y al tener los resultados óptimos, tanto másicos como de la eficiencia de cada uno de los inhibidores usados en los ensayos en estático y dinámico, se procedió a realizar una serie de experiencias adicionales a los objetivos planteados en el presente trabajo especial de grado. De este modo se seleccionaron uno o dos inhibidores anti-incrustantes para realizar estudios con anillos Pall ya incrustados a las mejores condiciones de operación, bien sea en estado dinámico como estático. De esta forma se verificó si estos inhibidores pueden remover incrustaciones ya presentes en las paredes de los anillos, simulando tuberías con adherencia de minerales, reportando así, si además de inhibir pueden destituir o disolver estas estructuras, verificando si son un excelente y completo tratamiento químico para dicho fenómeno. A continuación se describen las pruebas que fueron realizadas.

Se procedió a usar la misma técnica antes descrita, la diferencia es que solo se utilizaron dos (2) inhibidores uno (1) orgánico y uno (1) sintético, los que arrojaron

los mejores resultados en las pruebas anteriores, y en este caso se utilizaron anillos ya incrustados, los cuales se pesaron antes de ser introducidos en el sistema en estudio, de modo de no afectar los resultados tanto másicos como de concentración de las sales en el medio.

Prueba 23: Evaluación de la eficiencia de inhibidores sintéticos anti-incrustantes en tubería de agua de producción en régimen dinámico de operación, con anillos ya incrustados.

- Cantidad de anillos ya incrustados: 20 unidades.
- Velocidad de flujo: 30 L/min.
- Inhibidor: Tri-fosfato (2000 ppm).

Prueba 24: Evaluación de la eficiencia de los inhibidores sintéticos anti-incrustantes en tubería de agua de producción en régimen estático, con anillos ya incrustados.

- Cantidad de anillos ya incrustados: 20 unidades.
- Volumen: 500 mL.
- Inhibidor: Tri-fosfato (2000 ppm).

Prueba 25: Evaluación de la eficiencia de un inhibidor orgánico anti-incrustante en tubería de agua de producción en régimen dinámico, con anillos ya incrustados.

- Cantidad de anillos ya incrustados: 20 unidades.
- Velocidad de flujo: 30 L/min.
- Inhibidor: Extracto de aceite de mango (2000 ppm).

Prueba 26: Evaluación de la eficiencia de un inhibidor orgánico anti-incrustante en tubería de agua de producción en régimen estático, con anillos ya incrustados.

- Cantidad de anillos ya incrustados: 20 unidades.
- Volumen: 500 mL.
- Inhibidor: Extracto de aceite de mango (2000 ppm).

Es importante destacar que el personal de PDVSA INTEVEP, realizaban el estudio de la cantidad de minerales presentes en las soluciones, tanto iniciales como finales, pero no pudieron realizar esta determinación a partir de la prueba número cinco (5), debido a que poseen un solo equipo y había una lista de espera bastante extensa, es por ello que nos vimos en la necesidad de buscar otra ayuda para realizar dichos estudios, por lo que nos dirigimos al Laboratorio Químico Instrumental, ubicado en la Escuela de Metalurgia y Ciencia de los Materiales, de nuestra ilustre Universidad Central de Venezuela, donde se nos proporcionó la ayuda. Es por esto que solo se realizaron las mediciones de la cantidad de calcio en las soluciones. Para la realización de estas pruebas, primero que nada se procedió a filtrar todas las soluciones en embudos de vidrio con papel de filtro de marca ADVANTEC® de grado N°: NO5C12, NO 5C, y tamaño de 12,5 cm, mostrado en la Figura 29, ya que para este estudio se tuvo que filtrar en un rango de cero (0) a cuatro (4) micras de porosidad del papel de filtro, esto con la finalidad de separar cualquier partícula, sedimentos o restos de incrustaciones provenientes mayormente de las experiencias en estado dinámico y sobre todo en las que se le agregó el tratamiento químico en estudio. Luego del filtrado se procedió a verter cinco (5) mililitros de la solución en balones aforados de diez (10) mL (Figura 30), y se procedió a agregarle 0,5 mL de óxido de lantano, sustancia necesaria ya que existen algunos elementos que causan interferencia, impidiendo que se puedan apreciar los iones de calcio; el óxido de lantano permite solapar esta interferencia para poder observar estos iones optimizando la lectura y de esta forma obtener resultados satisfactorios. Luego se diluyó la muestra en una proporción de 1/400, ya que al tomar una primera muestra, el rango de calcio contenido en las soluciones era mayor a 5ppm, rango proporcionado por la Ley de Beer-Lambert y parámetros del

quipo de medición, luego se le agregó 0,5 mL de ácido clorhídrico. El quipo en el que se realizaron las mediciones de la cantidad de carbonato presentes, fue en un Atomic Absorption Spectroscopy (Espectroscopio de Absorción Atómica) mostrado en la Figura 32 y Figura 33, de marca Perkin Elmer AAnalyst 300, el cual utiliza el método analítico de absorción atómica, mostrado en la Figura 31.

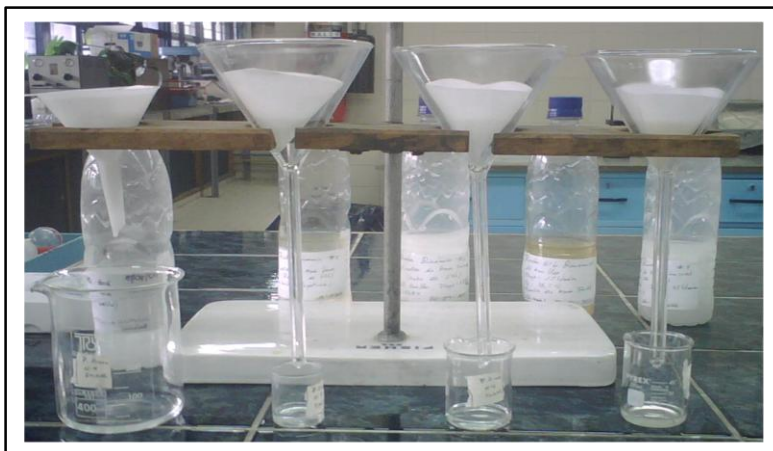


Figura 29. Proceso de filtrado de todas las muestras de las soluciones, tanto iniciales como finales (Elaboración propia).



Figura 30. Balones aforados de 10 mL, conteniendo, muestras de solución cálcica para su medición, elaboración propia.

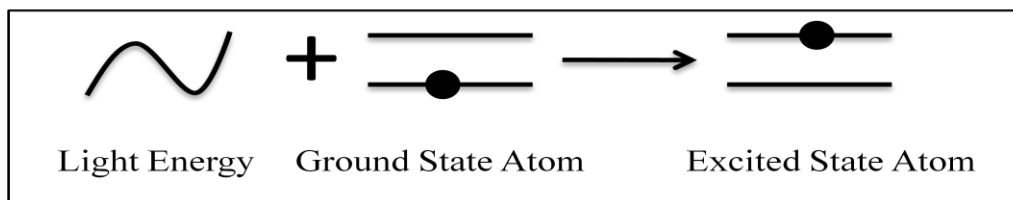


Figura 31. Proceso de Absorción Atómica (Elaboración propia).



Figura 32. Espectroscopio de absorción atómica (Elaboración propia).



Figura 33. Espectroscopio de absorción atómica Perkin Elmer AA Analyst 300, en uso, elaboración propia.

A continuación en la Tabla 10 se muestra un resumen de todas las pruebas realizadas en el presente trabajo especial de grado, tanto los ensayos estáticos como dinámicos para evaluar las condiciones a las que se favorecen la formación de incrustaciones y cómo podemos evitarlas con la aplicación de diferentes inhibidores anti-incrustantes, cada prueba tiene un tiempo de duración de un (1) día (24 horas).

Tabla 10. Resumen de todas las pruebas dinámicas y estáticas de incrustaciones a realizar, con y sin aplicación de inhibidores.

Prueba	Estado	Flujo	Temperatura	Cantidad de anillos	Inhibidor	Cumpliendo con los objetivos
1	Estático	500 mL	T amb.	10	-	1 y 3
2	Estático	500 mL	T amb.	20	-	1 y 3
3	Estático	500 mL	T amb.	30	-	1 y 3
4	Dinámico	30 L/min	T amb.	10	-	1 y 3
5	Dinámico	30 L/min	T amb.	20	-	1 y 3
6	Dinámico	30 L/min	T amb.	30	-	1 y 3
7	Dinámico	30 L/min	T amb.	10	-	1 y 3
8	Dinámico	20 L/min	T amb.	20	-	1 y 3
9	Dinámico	15 L/min	T amb.	20	-	1 y 3
10	Dinámico	45 L/min	T amb.	20	-	1 y 3
11	Estático	500 mL	40 - 50 °C	20	Blanco 1	5
12	Estático	500 mL	40 - 50 °C	20	Aloe vera	5, 6 y 7
13	Estático	500 mL	40 - 50 °C	20	Extracto de aceite de mango	5, 6 y 7
14	Estático	500 mL	40 - 50 °C	20	Bi-Fosfato	5, 6 y 7
15	Estático	500 mL	40 - 50 °C	20	Tri-fosfato	5, 6 y 7
16	Dinámico	30 L/min	40 - 50 °C	00	Blanco 2	5
17	Dinámico	30 L/min	40 - 50 °C	20	Blanco 3	5
18	Dinámico	30 L/min	40 - 50 °C	20	Blanco 4	5
19	Dinámico	30 L/min	40 - 50 °C	20	Aloe vera	5, 6 y 7
20	Dinámico	30 L/min	40 - 50 °C	20	Extracto de aceite de mango	5, 6 y 7
21	Dinámico	30 L/min	40 - 50 °C	20	Bi-Fosfato	5, 6 y 7
22	Dinámico	30 L/min	40 - 50 °C	20	Tri-fosfato	5, 6 y 7
23	Dinámico	30 L/min	40 - 50 °C	20	Tri-fosfato	7 y 8
24	Estático	500 mL	40 - 50 °C	20	Tri-fosfato	7 y 8
25	Dinámico	30 L/min	40 - 50 °C	20	Extracto de aceite de mango	7 y 8
26	Estático	500 mL	40 - 50 °C	20	Extracto de aceite de mango	7 y 8

CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En el presente capítulo se muestran los resultados obtenidos de acuerdo a la metodología, técnicas y procedimientos experimentales especificados con anterioridad, con la finalidad de cumplir con todos los objetivos y alcances propuestos en la presente investigación. Primeramente se muestran los resultados de los ensayos realizados en régimen estático, seguido de los obtenidos en flujo continuo de operación, es decir en estado dinámico, y por último los obtenidos luego de haber aplicado el tratamiento químico correspondiente en los mismos regímenes de trabajo.

4.1.- Condiciones que favorecen la formación de incrustaciones.

Con la finalidad de evaluar los factores, condiciones y variables que favorecen este proceso, se procedió a estudiar el comportamiento del sistema variando ciertas condiciones, como lo son la cantidad de anillos, simulando diferentes áreas de contacto y flujos volumétricos. De esta forma, se podrá observar la repetitividad de los resultados para cada experiencia realizada. Para esto se acondicionaron aproximadamente 1200 anillos Pall, según lo indica el apéndice D, quedando óptimos para estar en contacto con el agua sintética producida según la norma NACE TM0374.

4.1.1.- Pruebas en estado estático.

En la realización de estos ensayos se varió el número de anillos y se mantuvo el volumen de agua para el mismo tiempo de contacto entre cada superficie y el medio

incrustante. En la Figura 34 se pueden observar los tres (3) sistemas en estudio a las mismas condiciones (temperatura y presión ambiental).

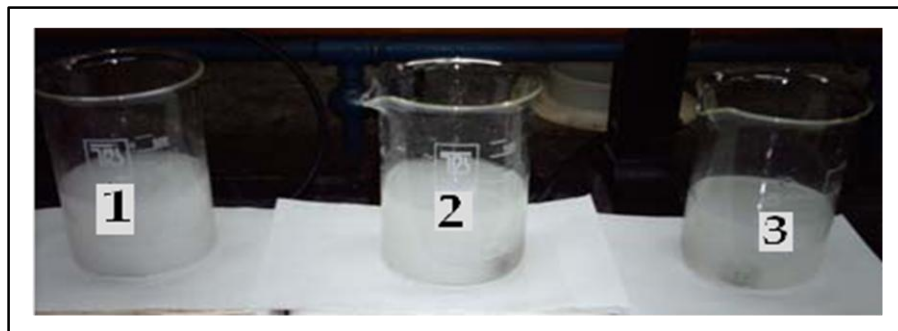


Figura 34. Pruebas en estado estático (condiciones ambientales).

Luego de haber transcurrido el tiempo de contacto requerido (24 horas), para la formación de incrustaciones se procedió a calcular las concentraciones de calcio (inicial y final), para determinar si se precipitó carbonato de calcio en el sistema.

En la Figura 35 se muestran los resultados de las concentraciones obtenidas para cada uno de las experiencias, en las cuales se observa la misma concentración inicial para cada ensayo, debido a que se prepararon dos (2) litros de agua sintética para el montaje de los ensayos, donde se utilizaron 500 mL para cada recipiente y el restante fue tomado como muestra inicial para su posterior estudio, es por ello que se evidencia el valor constante de dicha concentración. También se observa una disminución de la concentración de calcio de las muestras finales. Así mismo existe un comportamiento similar entre cada una de ellas, lo que indica que se obtuvieron incrustaciones en los anillos presentes en la mezcla. Esto es señal que se tiene repetitividad en este parámetro que favorece la formación de dichos precipitados. Es importante destacar que para estos resultados se obtuvo una desviación estándar de $\pm 25,24$ ppm lo que sugiere que estos resultados son confiables a pesar que la norma NACE TM0374 indica que los valores de concentración no son concluyentes para afirmar si se generaron o no incrustaciones.

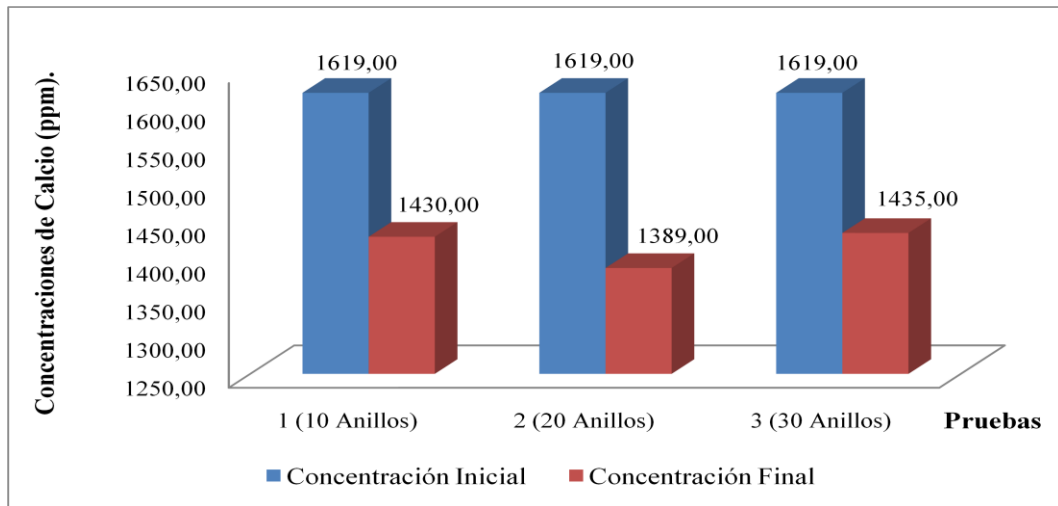


Figura 35. Concentraciones de Calcio de las pruebas realizadas en estado estático (variación del número de anillos).

Es importante destacar que se utilizaron diferentes números de anillos para cada recipiente, en la prueba número uno (10 unidades), para la prueba número dos (20 unidades) y por último la número tres (con 30 unidades), generando así los resultados de proporción de incrustación presentados en la Figura 36.

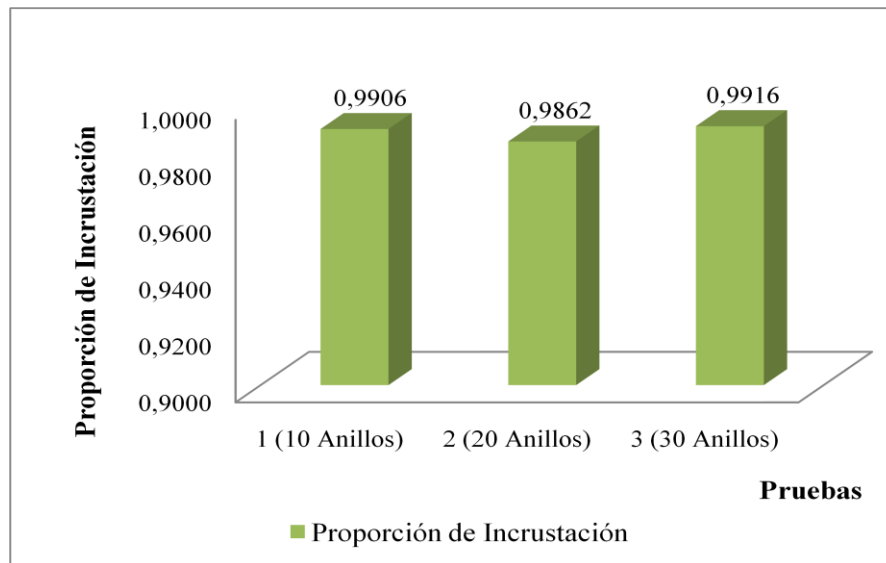


Figura 36. Proporción de incrustación de pruebas realizadas en estado estático (variación del número de anillos).

Se puede observar en la Figura 36, que la relación de masa, la cual viene dada por la relación de la masa inicial de los anillos entre la masa final (Ecuación 6), se mantuvo aproximadamente constante a pesar de la variación de la superficie de contacto, es decir, la misma no es un factor que influye en el proceso de incrustación. También puede notarse que en la prueba número dos, se obtuvo mayor incrustación a pesar de no tener una diferencia significativa con el resto de los resultados, dado a que la proporción de incrustación es inversamente proporcional al peso final de los anillos adheridos y mientras el valor de esta relación sea mayor, significa que se están generando depósitos de calcio.

En Tabla 11, se reportan los resultados correspondientes a las medidas de pH y conductividad de la solución inicial y soluciones finales de las muestras. En la misma se observa que el pH inicial se mantiene constante, dado a que es la misma solución, y el final aumenta respecto al inicial, a diferencia de la conductividad, ya que la cantidad final es menor a la inicial, esto es debido a que la solución presenta menor concentración de iones, generando así resultados óptimos. Si se tiene una disminución en este valor se puede presumir que se obtuvieron incrustaciones en la superficie.

Tabla 11. Datos de pH y conductividad (inicial y final) de pruebas en estado estático con variación de área de contacto.

Pruebas	Nº Anillos	pH inicial	pH final	Conductividad inicial (mS/cm)	Conductividad final (mS/cm)
1	10	6,35	6,88	62,57	54,77
2	20	6,35	6,89	62,57	61,50
3	30	6,35	6,76	62,57	61,77

4.1.2.- Pruebas en estado dinámico.

Para el estudio de la formación de incrustaciones se realizaron siete (7) pruebas con flujo continuo de operación, en las cuales se efectuaron ensayos con diferentes números de anillos, manteniendo constante el flujo volumétrico. Para las otras

experiencias, se varió el flujo de trabajo, manteniendo constante la cantidad de anillos, facilitando la comparación de los resultados obtenidos y corroborando la repetitividad de los mismos. A continuación se muestra en la Figura 37, el tanque (T-201) en las diferentes etapas de pruebas. En la figura A, se muestra el tanque luego del lavado correspondiente y en este caso solo contiene agua desmineralizada, como base de la preparación del agua sintética, en la figura B, se puede ver el tanque conteniendo la mezcla que simula el agua carbonatada inicial como muestra de cada ensayo, en la figura C se puede apreciar el agua sintética final, luego de haber transcurrido 24 horas de prueba, la cual tiene un color más intenso adquirido al estar en contacto con los anillos Pall introducidos en el sistema.

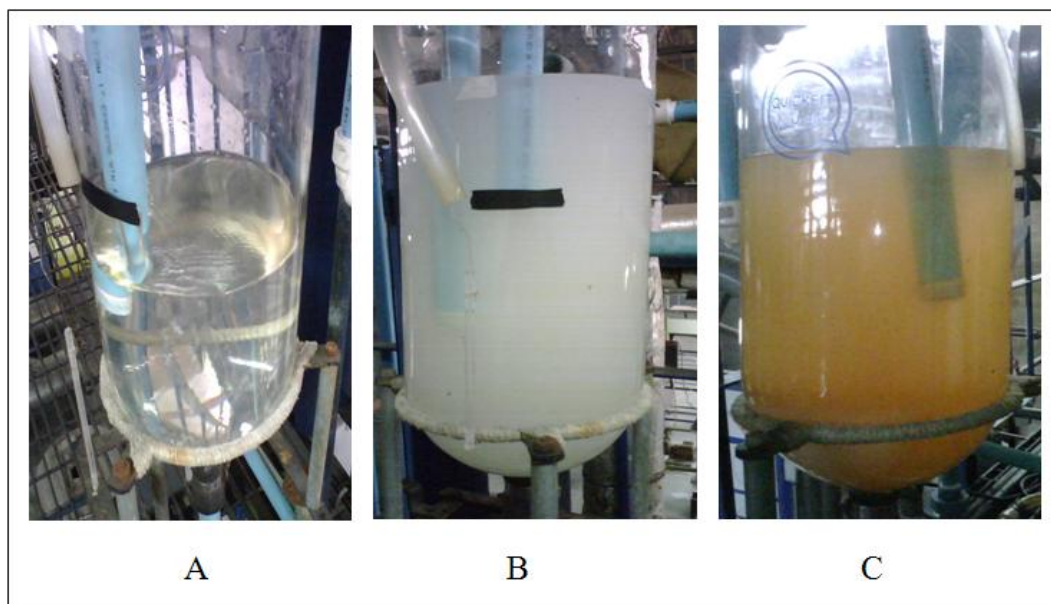


Figura 37. Muestras, inicial y final, del agua sintética, para pruebas dinámicas (Condiciones ambientales).

En la Figura 38, se pueden observar los diferentes estados de los anillos al estar contacto o no con la mezcla carbonatada en el transcurso de los ensayos, en el caso A, se muestran los anillos al ser introducidos en la tubería de plexiglás, seguidamente en el caso B, al estar sumergidos en el agua sintética inicial y en el caso C, luego de haber transcurrido el tiempo estipulado, se observa los anillos con incrustaciones presentes en su superficie.

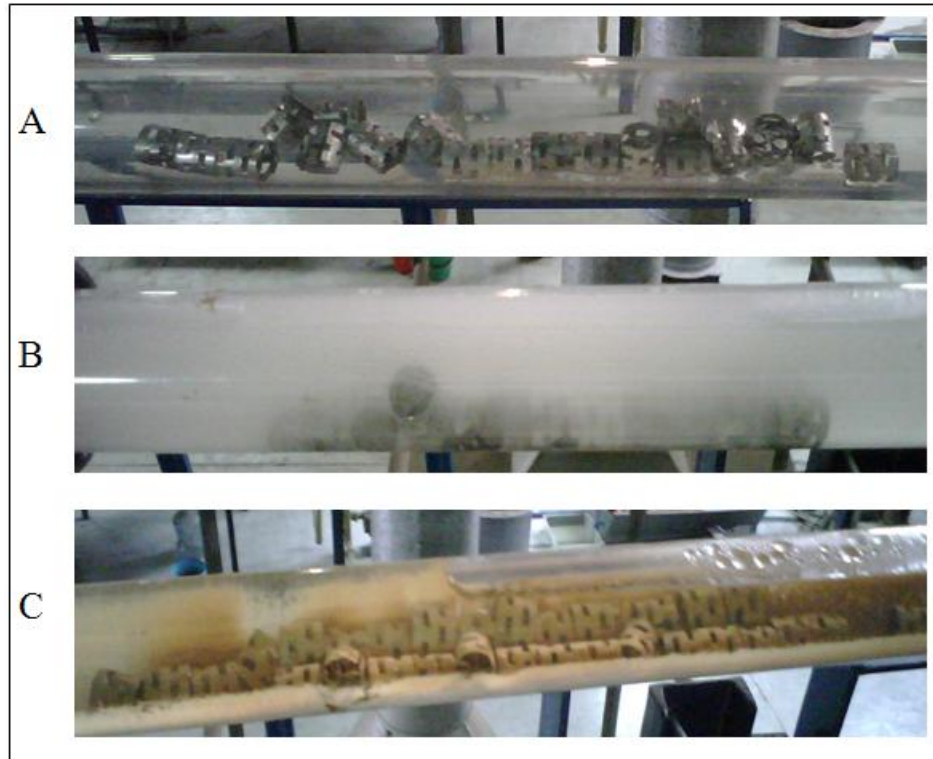


Figura 38. Muestras A, B y C de los anillos en cada una de las etapas de los ensayos en estado dinámico (temperatura y presión ambiental).

En la realización de estas pruebas se tomaron muestras de las soluciones iniciales y finales, para medir los parámetros resaltantes que nos indicaron si existe presencia de incrustaciones en el sistema. Se midieron las concentraciones de calcio en cada una, cuyos resultados se aprecian en la Figura 39. Como se puede observar, el comportamiento de dichas variables es similar a los obtenidos en las experiencias en régimen estático, es decir, la concentración final disminuyó con respecto a la inicial y las mismas se mantienen para cada ensayo en un rango semejante entre ellos. Esta tendencia nos sugiere que estamos en presencia de incrustaciones, debido a que al tener menores concentraciones finales, nos indica que se formaron precipitados de carbonatos de calcio en las superficies de los anillos, como se observa en la Figura 38 antes descrita (caso C), por lo que se verifica la repetitividad de los resultados. Para este caso se obtuvo una desviación estándar $\pm 301,40$ ppm para la concentración inicial y de $\pm 394,09$ ppm para la muestra final.

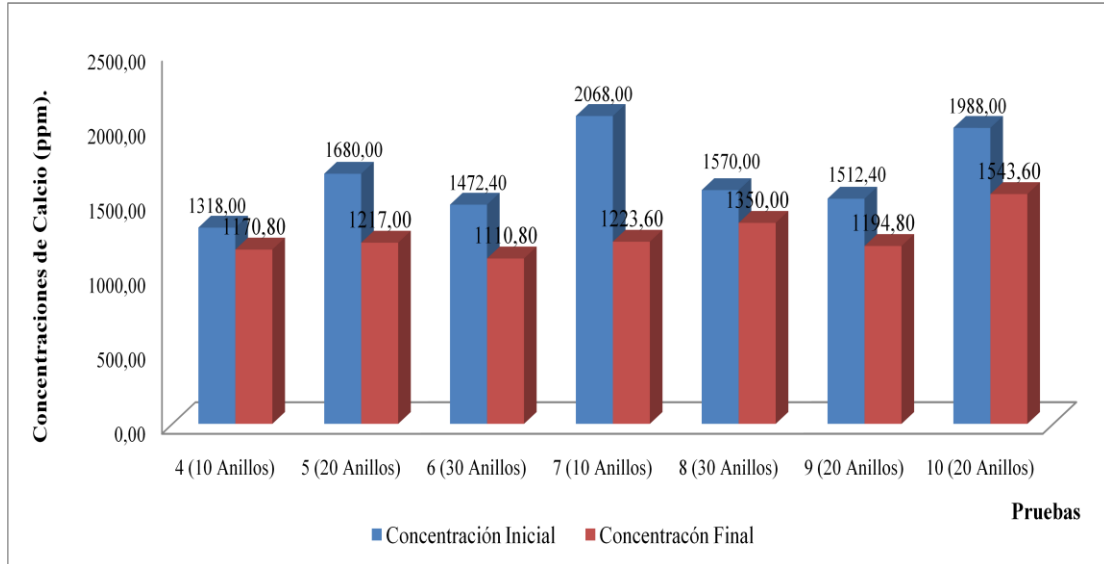


Figura 39. Concentraciones de Calcio de las muestras iniciales y finales para los ensayos realizados variando el número de anillos y flujo constante.

Aunado a esto, siguiendo con la metodología, se calculó la proporción de incrustación como se muestra en la Figura 40. Vale destacar que para estos primeros ensayos (número 4 a la 7), se realizó un barrido de la cantidad anillos, fijando el flujo de operación en 30 L/min y luego la prueba número 8, cuyo fin fue evaluar la repetitividad de los resultados obtenidos. Se puede observar que el valor de esta relación de pesos de los anillos, se mantuvo más o menos constante en cada uno de los ensayos, es decir, que la diferencia entre cada resultado no es significativa, a pesar de cualquier error experimental en la realización de dichos estudios, por lo que se asume que es indiferente el área de contacto para el proceso de formación del precipitado en estudio. Por estos resultados para las pruebas posteriores se fijó la cantidad de anillos en veinte (20) unidades.

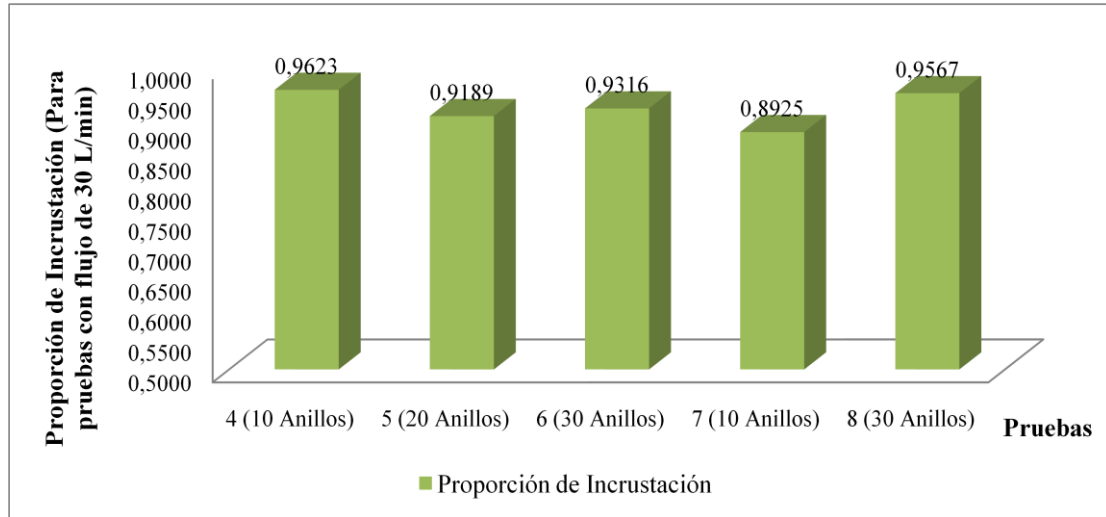


Figura 40. Proporción de incrustación de pruebas realizadas en estado dinámico, variando la cantidad de anillos.

En las siguientes experiencias realizadas (número 9 y 10), se fijó el número de anillos, como se especificó anteriormente, variando el flujo de trabajo en ± 15 L/min del valor seleccionado para las primeras pruebas y se compararon estos resultados con el obtenido en el ensayo número 5. En la Figura 41 se muestran los valores obtenidos de la proporción de incrustación entre los anillos desnudos y los incrustados. Se puede observar que para la experiencia nueve (9), se tiene mayor cantidad de deposición, debido a que este valor es inversamente proporcional a la relación de incrustación, es decir, al tener mayor incrustación dicho valor disminuye, según se describe en la ecuación número seis (6) planteada en el capítulo anterior. Este resultado era esperado de acuerdo a la bibliografía, que indica, que a menor flujo mayor es la deposición en la superficie (*Medina y Zea, 2008*). En la prueba número diez (10), se obtuvo el mayor valor de la relación de pesos, corroborando lo antes descrito.

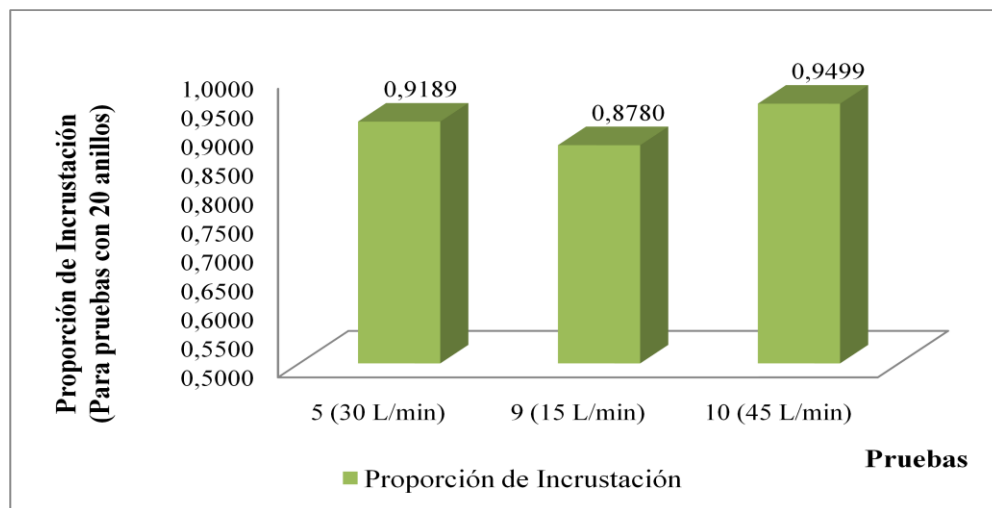


Figura 41. Proporción de incrustación para pruebas dinámica, con variación de flujo y cantidad de anillos constante.

En la Tabla 12 se presentan los resultados de las variables fisicoquímicas que intervienen en el sistema, y se describen todas las pruebas a diferentes flujos de operación con que se desplaza la solución a lo largo del sistema, actuando sobre todas las superficies en estudio.

En los valores de pH de las soluciones se observó un aumento respecto a su valor inicial para cada uno de los flujos y cantidad de anillos estudiados, lo cual es de esperarse ya que a medida que los carbonatos de calcio contenidos en el agua sintética en estudio, se van adhiriendo a cada superficie de contacto, la solución que sigue recirculando alrededor del sistema es rica en sales, lo que causa un aumento en el pH de las mismas.

En lo que respecta a los resultados obtenidos de conductividad presentes en las muestras, se puede notar una disminución en su valor, esto se debe a que a medida que los iones de calcio se depositan en las paredes de los anillos Pall, se tiene un decremento de la cantidad de sólidos disueltos en la mezcla, lo que implica que la conducción eléctrica en la solución es menor por la ausencia de iones en la muestra.

También se calculó el número de Reynolds, el cual es un número adimensional que nos habla del régimen con que fluye un fluido, relaciona la velocidad y algunas propiedades físicas propias del mismo, tomando en cuenta la geometría del ducto por el cual circula (Canut et al., 2008). Es por ello que se determinó este parámetro para cada uno de los ensayos. Se asumió la densidad y viscosidad del fluido, como la del agua (a condiciones de temperatura y presión ambiental), arrojando como resultados que para las primeras pruebas se mantuvo constante y en régimen turbulento, dado a que a medida que aumenta la velocidad del fluido y se alcanza la llamada “velocidad crítica”, el mismo se dispersa hasta que adquiere un movimiento de torbellino en el que se forman corrientes cruzadas (Canut et al., 2008), este valor se mantiene constante debido a que los primeros ensayos se trabajaron con el mismo flujo de operación, en las pruebas siguientes se conserva el tipo de régimen, aunque se observa una disminución del número de Reynolds a medida que se reduce el flujo de operación y viceversa.

Tabla 12. Propiedades fisicoquímicas de las soluciones iniciales y finales de pruebas dinámicas (variación de flujo y número de anillos).

Pruebas	Flujo (L/min)	Nº Anillos	pH i	pH f	Cond. i (mS/cm)	Cond. f (mS/cm)	Re
4	30	10	6,15	7,19	56,83	50,30	1503822,72
5	30	20	6,15	7,23	64,47	60,63	1503822,72
6	30	30	6,07	7,27	63,37	59,13	1503822,72
7	30	10	5,99	7,12	58,87	57,67	1503822,72
8	20	20	6,25	7,14	61,70	58,95	1002548,48
9	15	20	6,04	7,03	62,82	59,63	751911,359
10	45	20	6,06	7,10	65,26	62,23	2255734,08

pHi: pH de la solución inicial, pHf: pH de la solución final, Cond. i: conductividad inicial, Cond. f: conductividad final, Re: número de Reynolds.

En la Figura 42, se puede apreciar los valores de velocidad que se utilizaron para el cálculo del parámetro anterior. La velocidad del fluido de operación presentó un comportamiento esperado, ya que es proporcional al flujo empleado en cada

experiencia; obteniendo su mayor valor para un flujo de 45 L/min, sucediendo lo contrario para el flujo menor.

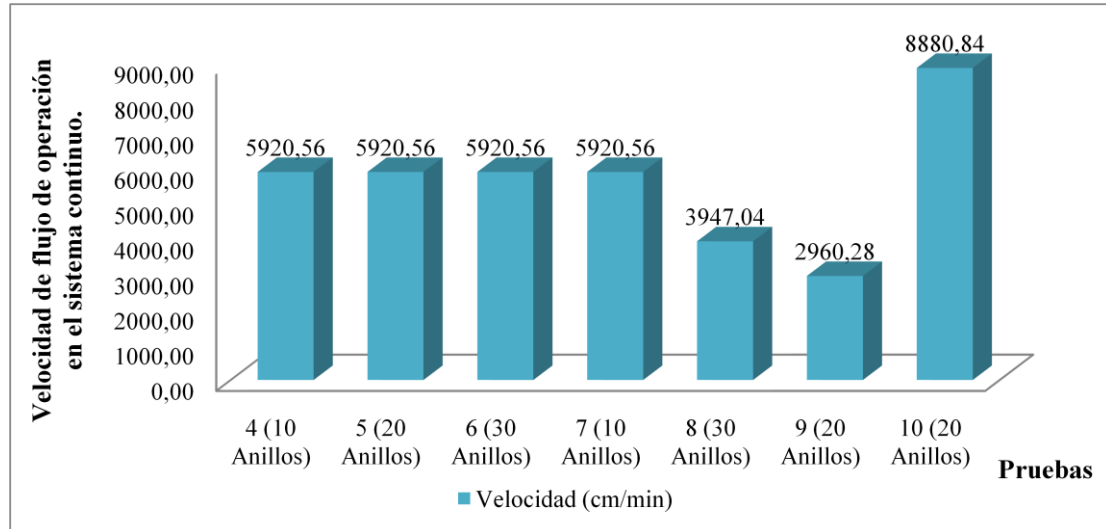


Figura 42. Velocidades de flujos para cada prueba dinámica realizada (variación de flujo y cantidad de anillos).

Se puede concluir, de esta etapa de pruebas, tanto en régimen estático como dinámico, que para el caso de la concentración de calcio, siempre presentó un comportamiento en descenso para las muestras de solución final, lo que es óptimo ya que esto implica la formación de los depósitos de carbonato de calcio en las superficies. Es importante destacar que la proporción de incrustación es independiente de la cantidad de superficies expuestas a la deposición de minerales, y se seleccionó la cantidad de 20 anillos para la realización de las siguientes pruebas, siendo esta cantidad la que arrojó los mejores resultados. Por último, se obtuvo que el flujo influye en el proceso de formación de incrustaciones y que a mayor valor del mismo, implica menor adherencias de minerales, por ello se eligió un flujo de 30 L/min. De esta forma se obtienen las mejores condiciones a las que se favorece la formación de incrustaciones en tuberías con flujo de agua de producción (sintética).

4.2.- Influencia de la temperatura en la formación de incrustaciones.

Posterior a las pruebas realizadas se incluyó una nueva variable y se procedió a estudiar el efecto del incremento de la temperatura en la formación de depósitos de carbonatos de calcio. Para esto se siguió una metodología similar a la desarrollada con anterioridad y se utilizaron los parámetros de la cantidad de anillos, volumen y flujo que arrojaron los mejores resultados.

4.2.1.- Influencia de la temperatura en la formación de incrustaciones en pruebas en estado estático.

Para evaluar la influencia de la temperatura se realizó una prueba incrementando la misma, siendo esta un blanco, cuya finalidad es poder comparar los resultados obtenidos en la prueba número (2), la cual fue llevada a cabo a temperatura ambiente con los que alcanzados en la prueba número once (11), realizada con un rango de 40 a 50 °C, para lo cual se muestran los resultados de la concentración de calcio en la Figura 43.

En la que se puede observar que para las dos experiencias realizadas, se obtuvo una concentración de calcio menor en el estado final respecto a la inicial, indicando presencia de incrustaciones en el sistema a lo largo de todo el tiempo en estudio, siendo estos resultados los esperados para verificar la repetitividad en las condiciones que favorecen la deposición de minerales en los sistemas estudiados. Es importante destacar que para estos resultados se obtuvo una desviación estándar de $\pm 25,24$ ppm.

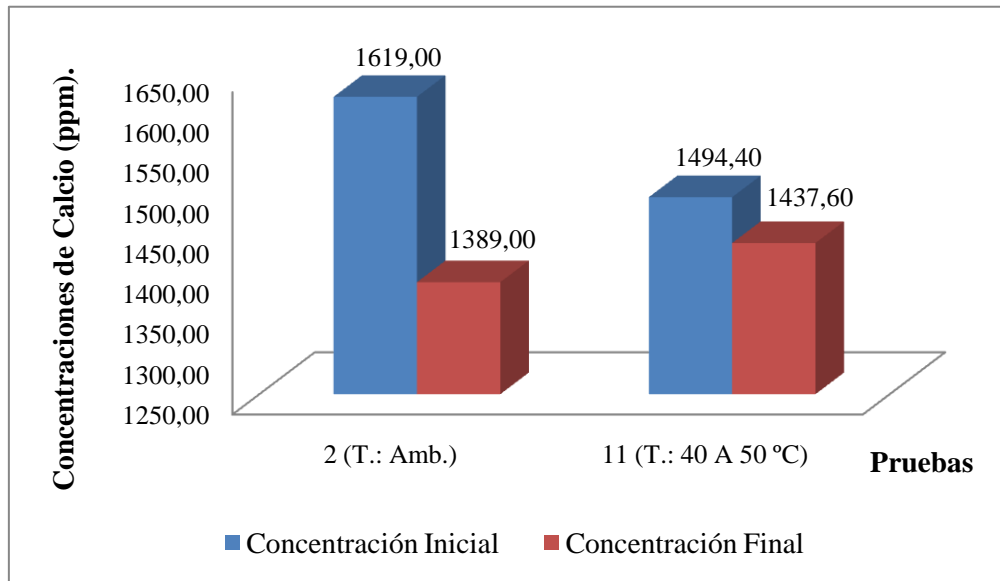


Figura 43. Concentraciones de calcio en pruebas estáticas con diferente rango de temperatura.

Luego de haber analizado como varió la concentración de calcio en estas pruebas, se procedió a analizar como varía la proporción de incrustación, que no es más que la relación de peso de los anillos sin incrustación entre el peso de ellos incrustados, de esta forma poder evaluar cómo afecta la aplicación de calor en la solución.

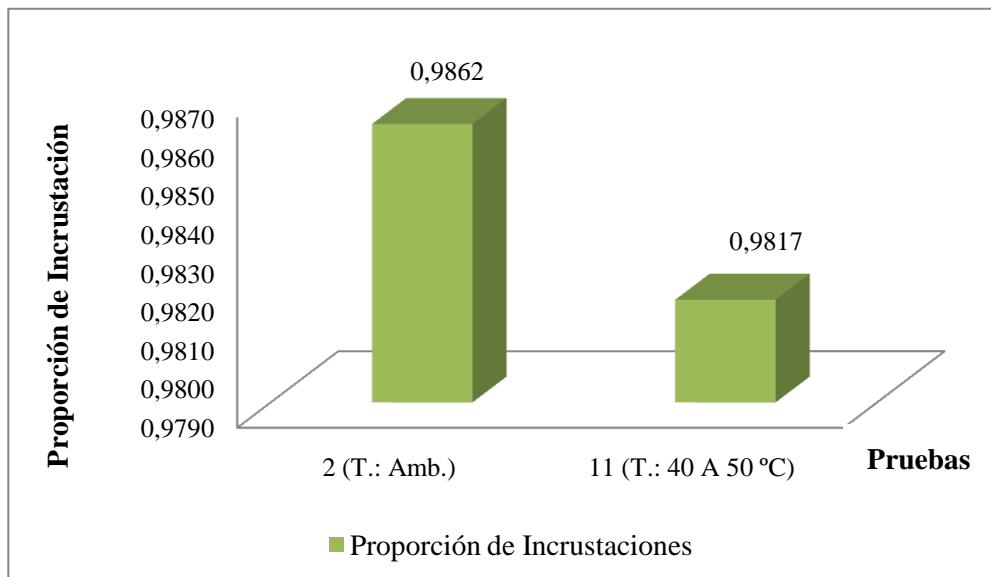


Figura 44. Proporción de incrustación en pruebas estáticas, con distintos rangos de temperatura.

En la Figura 44 se aprecia la proporción de incrustación obtenida para la prueba dos (2) y once (11) respectivamente, efectuadas en estado estático con un mismo volumen y número de anillos. Se puede observar que para el ensayo once (11) se obtuvo un rango de incrustación mayor al presentado en la experiencia (2), esto se debe al incremento de la temperatura en el sistema, lo que coincide con la bibliografía que nos indica que la solubilidad del carbonato de calcio es inversa al incremento de la temperatura; comportamiento que se puede corroborar en la Figura 3, por lo cual el carbonato precipita y se adhiere a la superficie de contacto.

4.2.2.- Influencia de la temperatura en la formación de incrustaciones en pruebas en estado dinámico.

Para el estudio de la influencia de la temperatura en la formación de precipitados de calcio bajo régimen continuo de operación, se procedió a realizar adicionalmente la prueba dieciocho (18) en la que se aplicó un rango de temperatura de 40 a 50 °C y se compara con la prueba cinco (5) realizada a temperatura ambiente. En la Figura 45, se puede observar que la concentración final determinada tuvo un comportamiento similar a las discutidas previamente, es decir, que esta concentración final es menor a la inicial, por lo que se verifica que se formaron incrustaciones en el sistema. Para estos resultados se obtuvo una desviación estándar de $\pm 301,40$ ppm para la concentración inicial y de $\pm 394,09$ ppm para la muestra final.

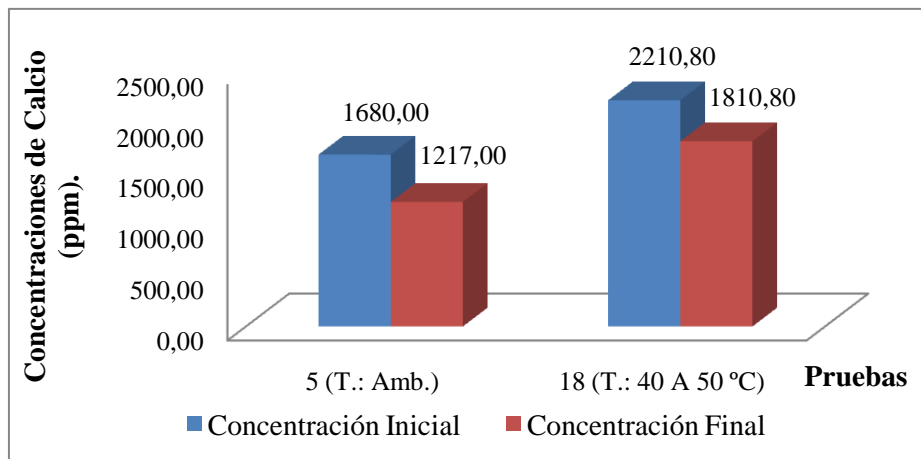


Figura 45. Concentraciones de Calcio en pruebas dinámicas variando temperatura.

Con respecto a la proporción de incrustación calculada en ambas pruebas, se puede apreciar en la Figura 46 una tendencia a disminuir al aplicar un aumento en la temperatura del sistema dinámico. Esta proporción viene definida como la relación entre la masa inicial de los anillos entre la masa final de los mismos ya incrustados, y si esta proporción disminuye quiere decir que la masa final de los anillos se incrementó, lo que implica que se generaron incrustaciones en la superficie de acero.

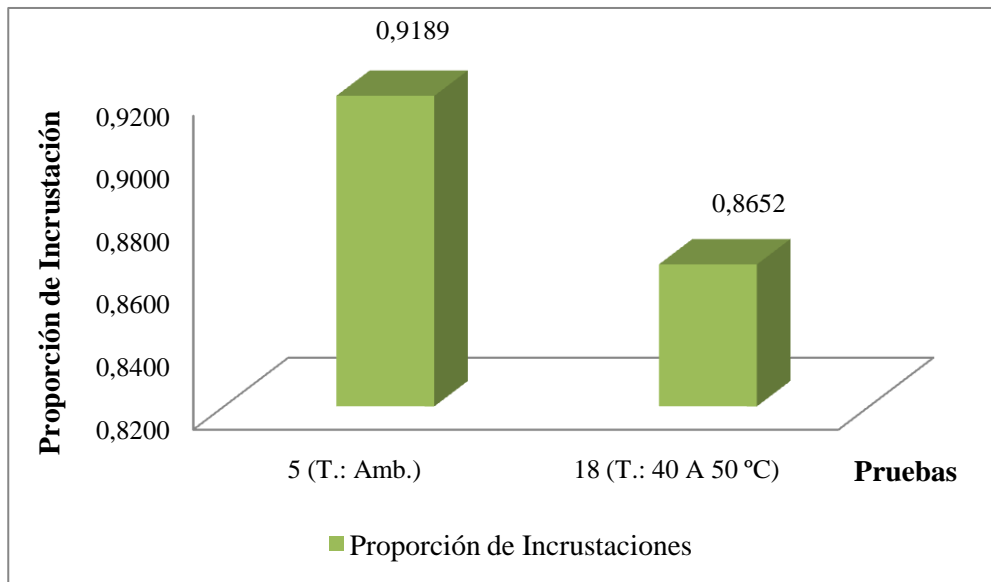


Figura 46. Proporción de incrustación de pruebas dinámicas, con variación de temperatura.

A continuación en la Tabla 13 y Tabla 14, se presentan los resultados obtenidos para los valores de pH y conductividad de las muestras iniciales y finales, tanto para las pruebas en régimen estático como dinámico, respectivamente. En las mismas se muestra un comportamiento similar al obtenido en las pruebas realizadas anteriormente, por lo que se aprecia un aumento del pH para las soluciones finales y un decremento en la conductividad final.

Tabla 13. Datos de pH y conductividad en pruebas estáticas con variación de temperatura

Pruebas	Temperatura	pH _i	pH _f	Cond. _i (mS/cm)	Cond. _f (mS/cm)
2	Ambiente	6,35	6,89	62,57	61,50
11	40 - 50 °C	6,56	6,95	97,40	103,03

pH_i: pH de la solución inicial, pH_f: pH de la solución final, Cond._i: conductividad inicial, Cond._f: conductividad final.

Tabla 14. Datos de pH y conductividad en pruebas dinámicas con variación de temperatura.

Pruebas	Temperatura	pH _i	pH _f	Cond. _i (mS/cm)	Cond. _f (mS/cm)
5	Ambiente	6,15	7,23	64,47	60,63
18	40 - 50 °C	6,19	7,20	149,63	113,07

pH_i: pH de la solución inicial, pH_f: pH de la solución final, Cond._i: conductividad inicial, Cond._f: conductividad final.

4.3.- Tratamiento químico para inhibir la formación de incrustaciones.

Como parte del desarrollo de los objetivos de este Trabajo Especial de Grado, se seleccionó como tratamiento químico la aplicación de diferentes inhibidores anti-incrustantes, entre los cuales se emplearon dos renglones, orgánicos y sintéticos, como lo son Aloe Vera al 15 % p/p, Extracto de aceite de mango, Bi-fosfato y Tri-fosfato. Estas pruebas se realizaron tanto en estado estático como en dinámico, con las mejores condiciones a las que se favorece la formación de incrustaciones, tales como, flujos menores para pruebas en continuo (en este caso 30 L/min) y a no continuo (volumen de 500 mL), así mismo se fijó la cantidad de anillos en 20 unidades, según los resultados obtenidos con anterioridad. La diferencia con las experiencias ya realizadas es la inclusión de temperatura para cada sistema (40 a 50 °C), para lo que se estudiará la efectividad del tratamiento al evitar que haya

precipitado en los anillos Pall, comparando entre sí cual tiene un óptimo mecanismo de inhibición.

4.3.1.- Tratamiento químico para inhibir la formación de incrustaciones en estado estático.

Con la finalidad de evaluar la efectividad de los inhibidores anti-incrustantes se realizaron las diferentes pruebas que se describen en la Tabla 15, en la cual se identifica cada una y se destaca cual fue el inhibidor empleado para cada experiencia; aunado a esto se presentan los valores de pH y conductividad medidos, de las muestras iniciales y finales. Se puede observar el mismo comportamiento en lo que se refiere a los valores de pH y conductividad de las soluciones finales respecto a las iniciales, que se han analizado en los puntos anteriores.

Tabla 15. Datos de pH y Conductividad de pruebas realizadas con temperatura y distintos inhibidores.

Pruebas	Inhibidor	pH _i	pH _f	Cond. _i (mS/cm)	Cond. _f (mS/cm)
11	Blanco 1	6,56	6,95	103,03	97,40
12	Aloe vera	6,56	7,10	103,03	101,87
13	Extracto de aceite de mango	6,56	7,25	103,03	101,23
14	Bi-Fosfato	6,56	7,04	103,03	101,17
15	Tri-fosfato	6,56	6,97	103,03	101,60

pH_i: pH de la solución inicial, pH_f: pH de la solución final, Cond._i: conductividad inicial, Cond._f: conductividad final.

En la Figura 47 se muestran los recipientes en los que se realizaron estas experiencias en estado estático. En el caso A se puede ver el agua sintética más el inhibidor correspondiente al estar en contacto con los anillos Pall antes de transcurrido las 24 horas de estudio, en una estufa a la temperatura prescrita (40 a 50 °C), en el caso B se observa la prueba en el transcurso del tiempo y el C, es evidencia de las muestras ya incrustadas o no al actuar el tratamiento, es importante destacar que se observa en el tercer recipiente un cambio de color pronunciado, debido a que el inhibidor de

extracto de mango posee un color marrón oscuro y al diluirse en la solución dicho color se opaca un poco.

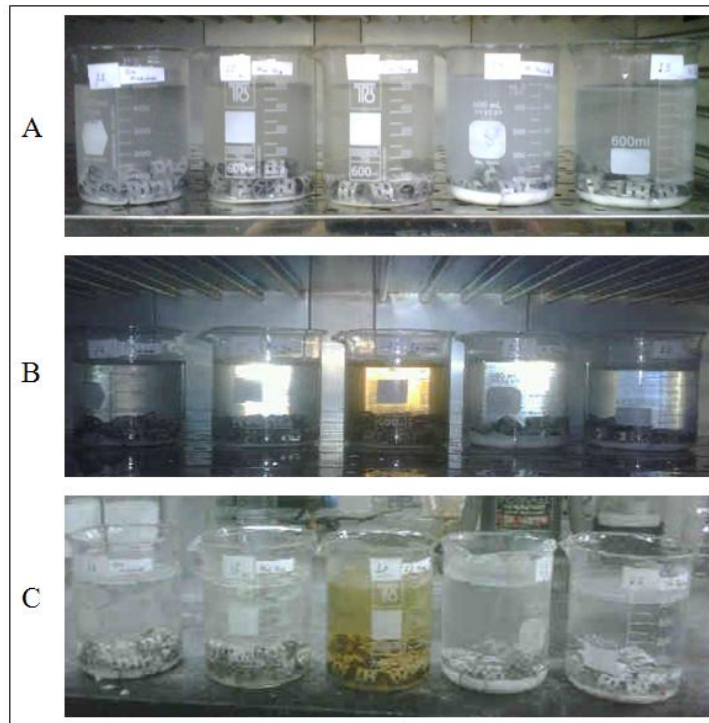


Figura 47. Muestra de los ensayos A, B y C realizados con diferentes inhibidores y temperatura en estado estático.

Al evaluar los resultados obtenidos de la concentración de calcio de la solución inicial y final de las pruebas realizadas en estado estático, se pudo observar que presentan la misma tendencia que se ha venido evidenciando a lo largo del desarrollo de la investigación. Sin embargo, estos valores son menores a los reportados en las pruebas en las que no se aplicó ningún tratamiento químico, por lo que se tiene disminución en la cantidad de depósitos en las superficies en estudio. En la Figura 48 se puede distinguir que la concentración inicial es la misma para cada uno de los ensayos, ya que fueron realizados a partir de una solución madre. Es importante destacar la diferencia que existe entre los valores de concentración de las muestras finales, siendo la más significativa la obtenida en la prueba 14, en presencia de Bi-fosfato como inhibidor, indicando que se generó mayor deposición de minerales por poseer la menor concentración respecto al valor inicial.

Es importante resaltar que la prueba once (11), realizada sin ningún tratamiento químico, es el punto de referencia tanto por la cantidad de calcio presente, como para la relación másica que se obtuvo entre los anillos desnudos y cubiertos con incrustaciones, facilitando la comparación con las pruebas subsiguientes. En este caso se obtuvo una desviación estándar de $\pm 25,24$ ppm.

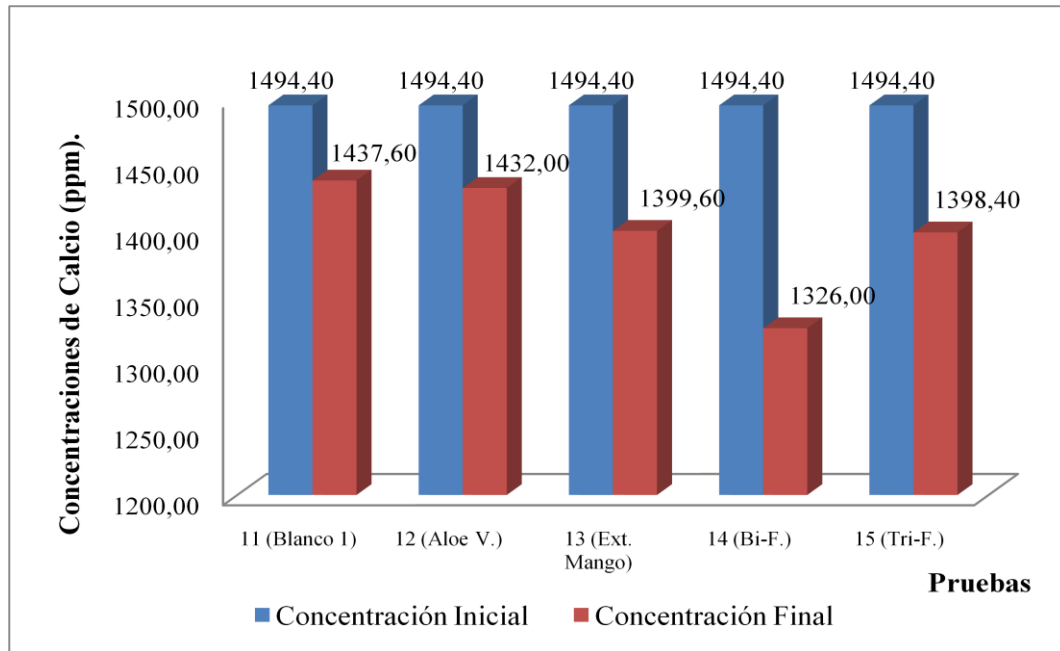


Figura 48. Concentraciones de Calcio de las pruebas estáticas con temperatura y distintos inhibidores

De igual manera se realizó el cálculo de la proporción de incrustación, cuyos resultados se evidencian en la Figura 49. Como se ha especificado previamente, esta proporción expresa la relación entre la masa inicial de los anillos y la masa final, siendo esta la masa inicial más la masa que se incrustó en ellos. Es importante destacar que mientras esta proporción se acerca a uno (1), quiere decir que existe menor presencia de incrustaciones en el sistema, por lo tanto al observar los resultados presentados en la Figura 49 indican que la proporción de incrustación que se acerca más a uno (1) es la obtenida al aplicar el inhibidor orgánico de extracto de mango. Esto es un resultado óptimo, dado que este es un producto innovador en este

campo, es decir, no se ha utilizado antes como supresor de estas formaciones, y según estos resultados puede ser una buena alternativa para la aplicación de nuevas tecnología conservadoras del medio ambiente. La eficiencia del inhibidor Tri-fosfato evitó que se generaran formaciones de incrustaciones en el sistema, al igual que el aloe vera y el Bi-fosfato pero en menor proporción. Sin embargo, se puede concluir que mitigan la problemática presente.

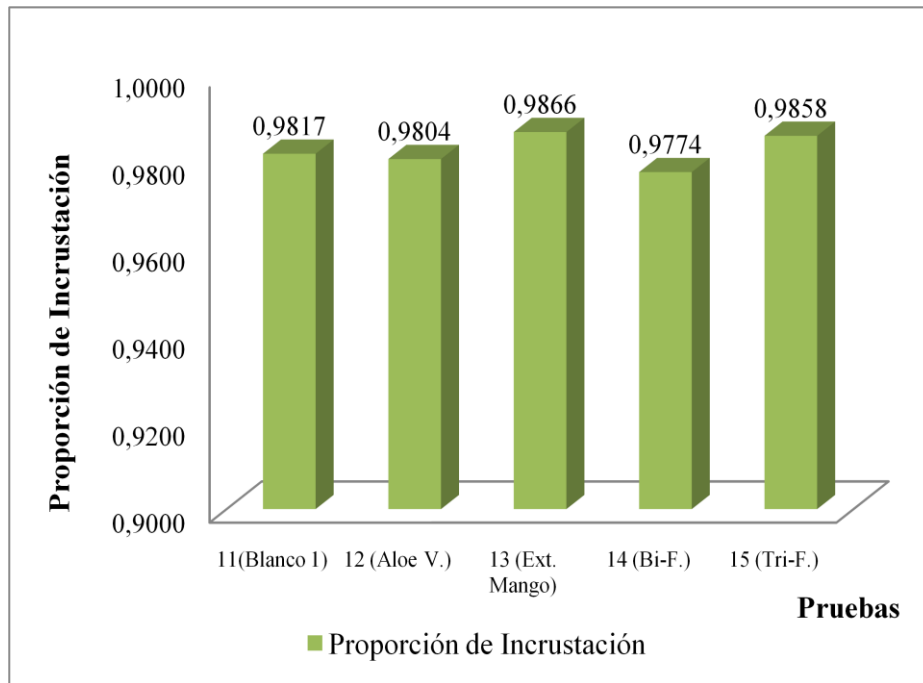


Figura 49. Proporción de incrustación en pruebas estáticas con temperatura y distintos inhibidores.

En las Figura 50 y 0 respectivamente, se puede apreciar el cambio entre los anillos sin ningún tipo de incrustación en sus paredes y con formación de dichos precipitados de carbonato de calcio para cada prueba en estado estático con los diferentes inhibidores aplicados.

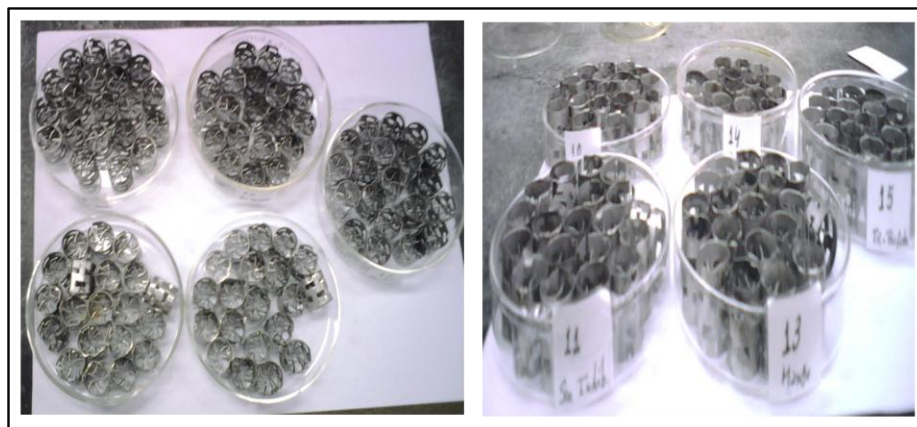


Figura 50. Estado inicial de los anillos para las pruebas estáticas.



Figura 51. Muestra de los anillos al finalizar las pruebas estáticas con diferentes inhibidores (Aloe Vera, extracto de mango, bi-fosfato y tri-fosfato) y el blanco.

4.3.1.- Tratamiento químico para inhibir la formación de incrustaciones en estado dinámico.

Siguiendo el mismo formato del análisis de los resultados, se muestran detalladamente las pruebas realizadas para evaluar el desempeño de diferentes inhibidores al ser aplicados y estudiados en un flujo continuo de operación. Al igual que se presentan los resultados referentes a pH y conductividad de las muestras iniciales y finales, para los que se observó el mismo comportamiento de pruebas anteriores. Estos resultados se muestran en la Tabla 16.

Tabla 16. Datos de pH y conductividad de las pruebas dinámicas con diferentes inhibidores.

Pruebas	Inhibidor	pH _i	pH _f	Cond. _i (mS/cm)	Cond. _f (mS/cm)
18	Blanco 4	6,19	7,20	149,63	113,07
19	Aloe vera	5,91	6,67	195,83	128,93
20	Extracto de aceite de mango	6,03	6,86	145,77	115,50
21	Bi-Fosfato	6,63	7,99	128,90	114,33
22	Tri-fosfato	6,43	8,21	126,27	122,00

pH_i: pH de la solución inicial, pH_f: pH de la solución final, Cond._i: conductividad inicial, Cond._f: conductividad final.

También se tomaron muestras de las soluciones iniciales y finales para medirle la concentración de calcio, cuyos resultados se exponen en la Figura 52. Como se puede observar, estos presentaron un comportamiento variable. Para el caso de la prueba 19 (Aloe Vera) se logra retener aproximadamente 2400 ppm de calcio, lo que podría indicar que este es un buen inhibidor de incrustaciones. Por otro lado, también hay que destacar, que para el caso de las pruebas realizadas con los inhibidores sintéticos, pareciera que no se retuvo gran cantidad de calcio ya que la concentración del mismo es menor respecto a la de los ensayos con aloe vera y extracto de mango. Sin embargo, la norma NACE TM0374 señala que estos valores de concentración no son concluyentes para asegurar si un inhibidor es eficiente o no, bajo condiciones de régimen dinámico, pero al saber cuál es la masa inicial de los anillos sin y con incrustación, tanto para la aplicación o no de inhibidores, si se puede concluir con la diferencia de peso si estos productos químicos poseen óptimas eficiencias. Para estas concentraciones se obtuvo una desviación estándar de $\pm 301,40$ ppm para la concentración inicial y de $\pm 394,09$ ppm para la muestra final.

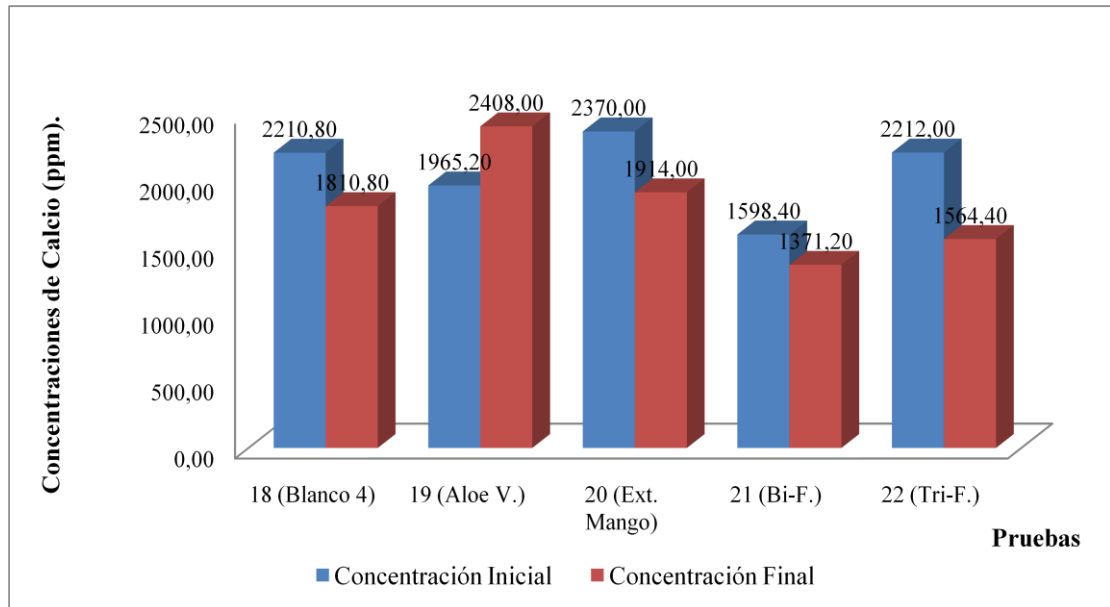


Figura 52. Concentraciones de Calcio de ensayos dinámicos con diferentes inhibidores.

Se muestra a continuación, el estado inicial de la mezcla de agua sintética contenida en el tanque (T-301). En estas imágenes se puede observar que esta presenta color blanquecino, la cual va variando dependiendo de la presencia o no de inhibidor de incrustaciones, como se puede ver en la Figura 53.



Figura 53. Muestra inicial de agua sintética para ensayos dinámicos.

En la Figura 54 se puede observar el cambio de color que posee el agua sintética luego de estar en recirculación en el sistema por 24 horas y al tener contacto con las superficies en estudio, debiéndose al aumento de la temperatura y la aplicación de los diferentes inhibidores. Se puede notar la diferencia entre el color de la mezcla

contenida en la prueba 11 y el resto de las experiencias, teniendo mayor intensidad en el ensayo 13, al igual como se observo el cambio en las pruebas en estado estático.

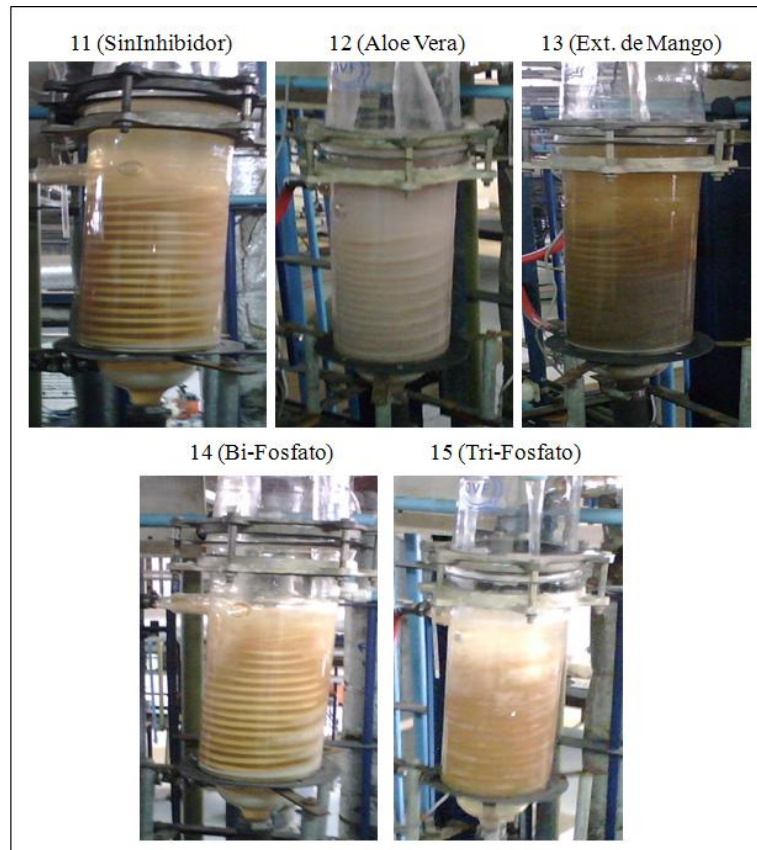


Figura 54. Muestras de agua sintética al finalizar los ensayos con cada uno de los inhibidores en estudio.

Los valores de las proporciones de carbonatos de calcio fueron medidos en cada uno de los ensayos. Se obtuvo un comportamiento más significativo para la evaluación del desempeño de los inhibidores empleados. En la Figura 55 se observa que las pruebas realizadas con inhibidores sintéticos arrojaron valores elevados de la proporción de incrustación, resultado óptimo ya que quiere decir que hubo menor generación de depósitos en el sistema. Comparando ambos inhibidores orgánicos, se evidencia que el extracto de mango presentó una mayor proporción de incrustación que el Aloe Vera, indicando que hubo mayor deposición de Calcio con su aplicación; debido a que esta proporción al acercarse a uno (1) se concluye que hubo menor cantidad de precipitado.

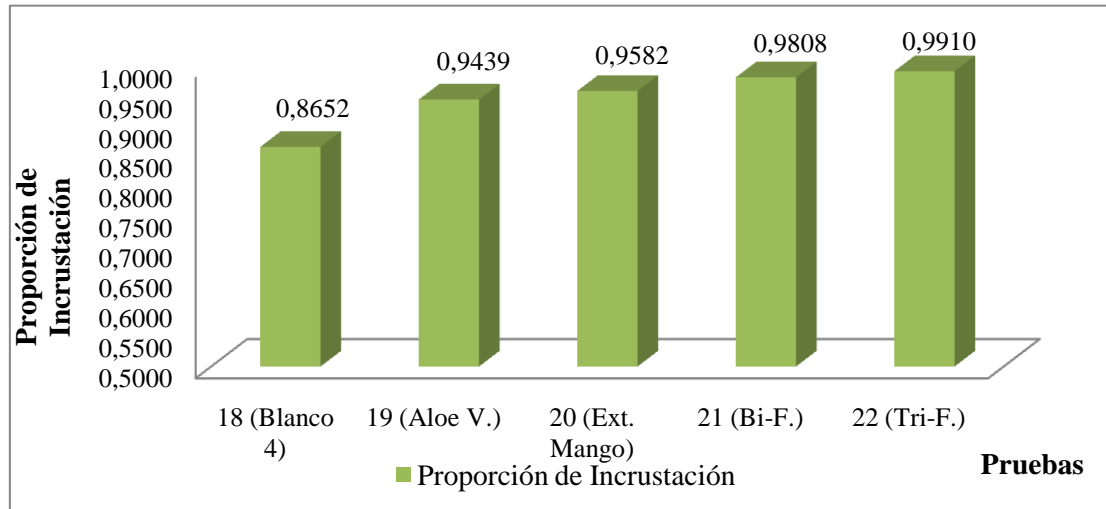


Figura 55. Proporción de incrustación de pruebas dinámicas con diferentes inhibidores.

En la Figura 56, en la imagen A, se muestran los anillos incrustados en las primeras pruebas en estado dinámico (condiciones de temperatura y presión ambiente), en la imagen B, los anillos incrustados en la segunda etapa de prueba (condiciones de temperatura de 40 a 50 °C y presión atmosférica), obteniendo estos mayor incrustación que en la primera etapa de ensayos, en el caso C y D se aprecia los anillos luego de las pruebas en las que se aplicaron inhibidores, evidenciando que poseen menor grado de incrustación respecto a los caso A y B.

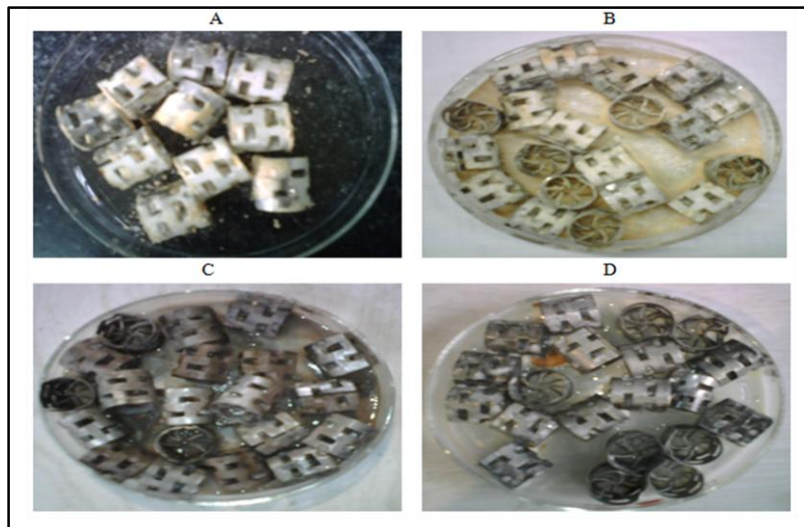


Figura 56. Muestra A, B, C y D de los anillos con depósitos de minerales.

4.4.- Evaluación de la morfología de las estructuras de calcio formadas sobre los anillos.

Para el estudio de las estructuras de calcio obtenidas en los diferentes ensayos, se les realizó pruebas de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) a cada una de las muestras sólidas adheridas a los anillos, luego de haber transcurrido el tiempo de contacto estipulado (24 horas más el tiempo de secado), lo que nos permitirá determinar si la acción del inhibidor afectó la conformación de las redes cristalinas de los minerales. Este análisis se realizó tanto en estado estático como dinámico, para las pruebas ejecutadas con y sin inhibidor, con la finalidad de comparar estos resultados al aplicar un mayor rango de temperatura.

En la Figura 57, se puede apreciar el cambio en la morfología de los cristales de Carbonato de Calcio tratados químicamente por medio de inhibidores, de acuerdo a la bibliografía, con la finalidad de actuar como punto de referencia para el análisis de los resultados experimentales obtenidos.

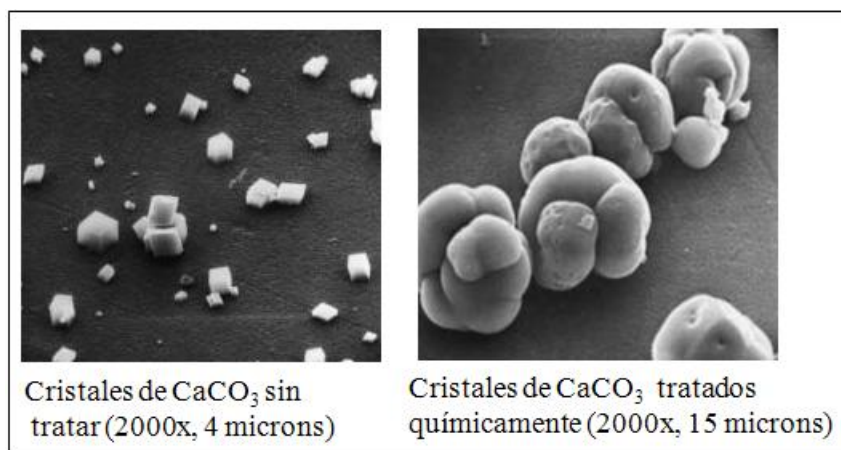


Figura 57. Cristales de carbonato de calcio con y sin tratamiento químico. (Castillo, 2008)

En la Figura 58 se observan los resultados obtenidos para los análisis de MEB de las pruebas en estado estático.

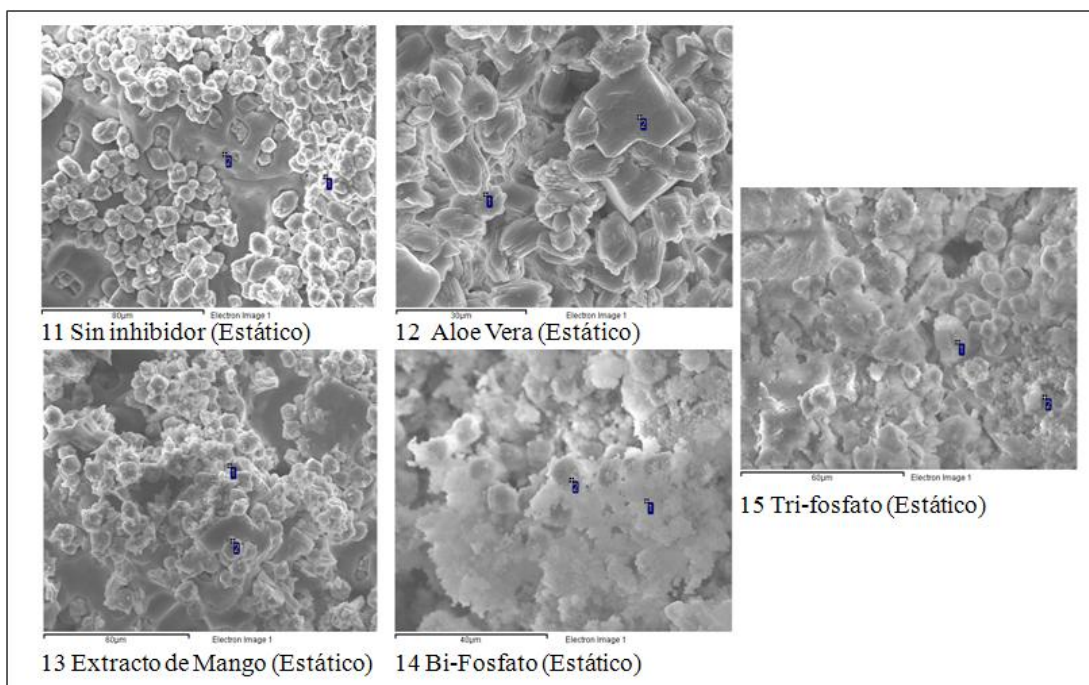


Figura 58. Microscopía electrónica de barrido de muestras tratadas con diferentes inhibidores de incrustación.

En las fotos de MEB se puede observar que la estructura predominante a la cual se adaptan los cristales en estudio es Aragonita, debido a la morfología que presentan, lo que se puede apreciar en cada una de las imágenes presentadas y al realizar la comparación con la bibliografía reportada en la Tabla 3. Al comparar con la Figura 57 expuesta anteriormente se puede verificar que al agregar dichos inhibidores se evito la formación de incrustaciones al transformar los cristales presentes, se puede concluir que el material describe este comportamiento. En la prueba once (11) se puede evidenciar gran cantidad de cristales en la muestra, lo que indica la presencia de incrustaciones en la superficie de los anillos. Se vio un comportamiento diferente para el resto de las pruebas realizadas, dado que se proporcionó el tratamiento químico seleccionado, arrojando como resultados menor presencia de cristales en las muestras, mayor cantidad de cuerpo amorfo y en su mayoría modificación de la estructura de la sal de carbonato de calcio. Aunado a esto, es importante destacar que estos cristales de carbonatos poseen la estructura de Aragonita, aunque por la difracción de los resultados se puede indicar que estas estructuras pueden estar en

transición a otro tipo de formación o es proveniente de ella, como lo es en el caso del paso de aragonita a calcita proveniente del cambio de energía potencial presente en dichos cristales. Sin embargo no se puede asegurar esta tendencia, ya que no se determinó este parámetro, por lo cual estos cristales pueden estar en transformación polimórfica entre aragonita a calcita o viceversa, o bien sea que estén en equilibrio, lo cual está esquematizado en la Figura 59.

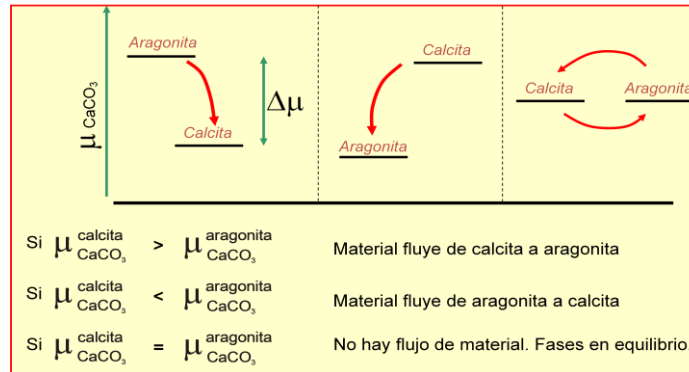


Figura 59. Potencial químico de las reacciones de transformación entre calcita y aragonita.

Los resultados obtenidos para los análisis de MEB de las pruebas en estado dinámico, se muestran en la Figura 60.

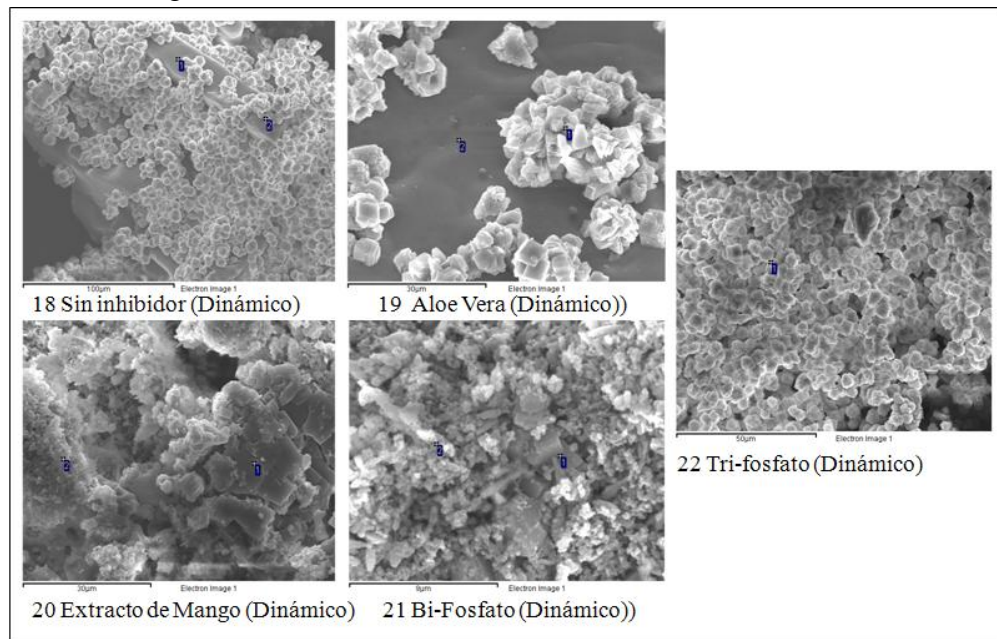


Figura 60. MEB de muestras obtenidas en los ensayos con inhibidores en régimen dinámico.

Se puede observar que para el caso de la prueba dieciocho (18), sin inhibidor, la cantidad de cristales en la muestra solida tomada de los anillos correspondiente es abundante. Se puede demostrar de forma visual, por medio del estudio de MEB, que la estructura de los carbonatos de calcio precipitados pueden contener un comportamiento similar al observado en los estudios anteriores, como lo es presentando cristales de carbonatos de forma de aragonita para todas las experiencias, para lo que es importante describir que pudo haber modificación en los cristales al tratar la solución con inhibidores anti-incrustantes, evidenciando que los mismos demuestran buen desempeño al actuar como supresores de formación de precipitados. En la prueba veinte (20), en la que se inyectó extracto de mango se obtuvo uno de los mejores resultados de MEB, describiendo que al ser una innovación experimental actúa de forma óptima, generando así tecnologías no convencionales y menos contaminantes que la que puede proporcionar los inhibidores sintéticos comerciales. La inhibición que genera el aloe vera para mitigar dicha problemática fueron satisfactorios, sin embargo los inhibidores sintéticos demostraron tener al mismo tiempo eficiencias considerables y confiables.

4.5.- Análisis elemental de la morfología de las estructuras de calcio formadas sobre los anillos.

Una vez analizadas las estructuras de carbonatos de calcio por medio de MEB, se procedió a realizar adicionalmente la técnica de Espectroscopía de Energía Dispersiva (EDS), el cual permite hacer un análisis elemental de la presencia de componentes en las muestras sólidas y por ende se puede mostrar en la Figura 61 y Figura 62, los espectros obtenidos para todas las pruebas realizadas en estado dinámico. Para estas pruebas se tomaron dos puntos referenciales para espectros, es decir, para todos los ensayos se tomaron, el punto uno (1) sobre las superficies que evidencian formación de cristales, lo que se puede observar en la Figura 60, donde se reportan los resultados de MEB, así mismo se tomó el punto dos (2), pero en este caso sobre las superficies amorfas presentes en las imágenes.

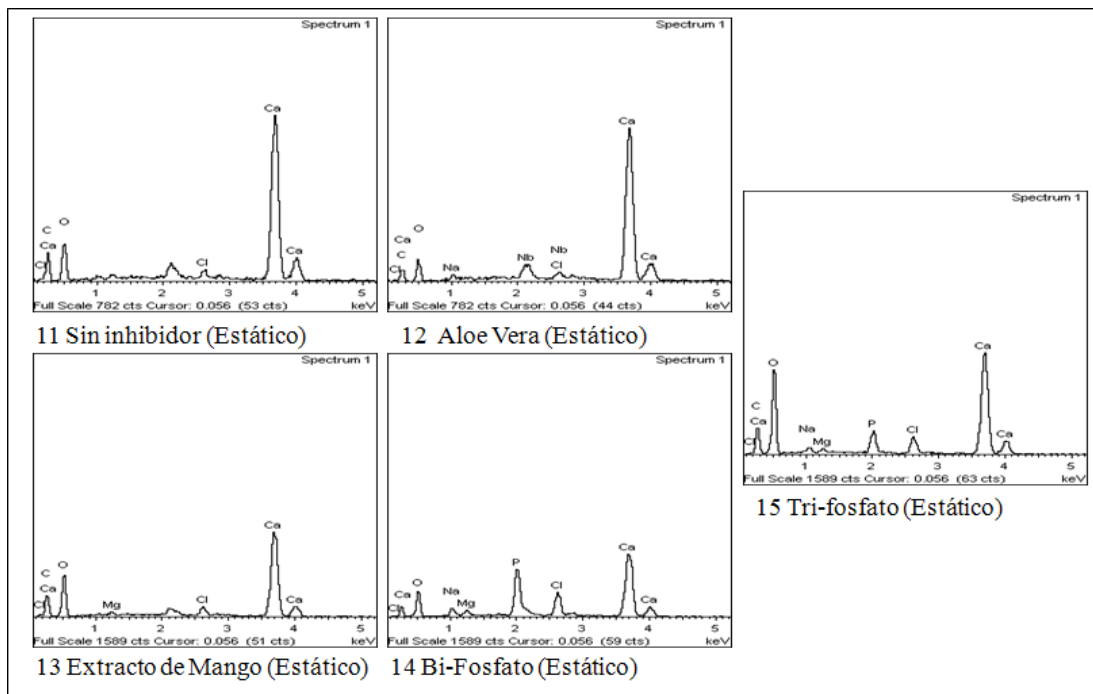


Figura 61. Espectros 1 de los elementos contenidos en los cristales presentes en los ensayos con diferentes inhibidores.

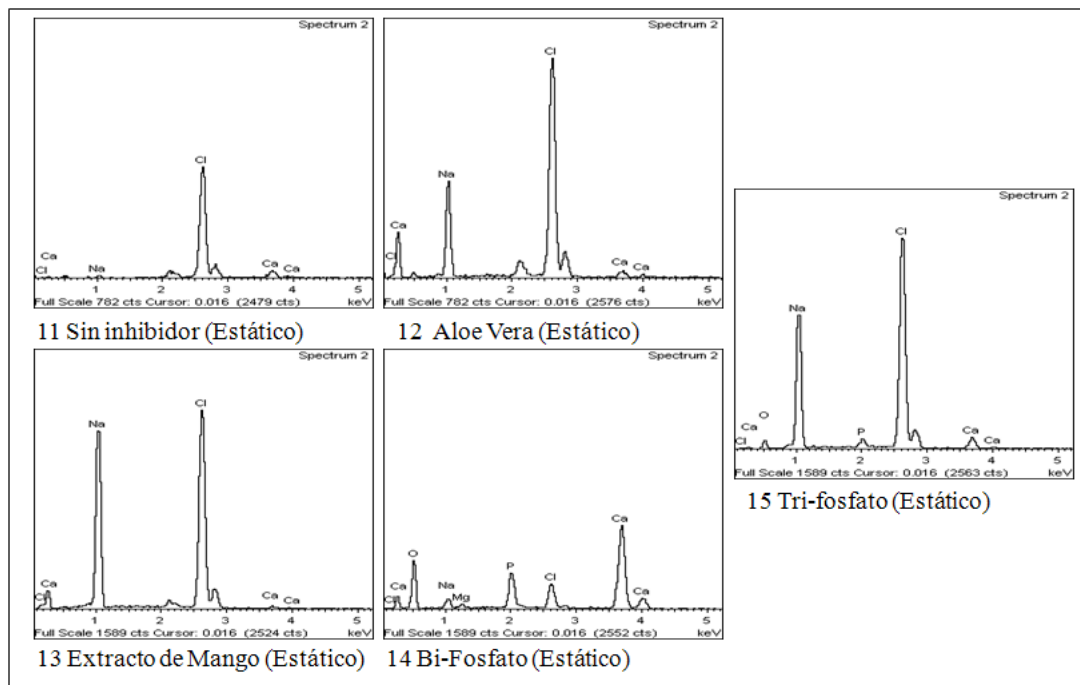


Figura 62. Espectros 2 de los elementos contenidos en las muestras de los ensayos con distintos inhibidores en régimen estático.

En los espectros uno (1) se reportan grandes picos de calcio, evidenciando presencia de cristales de carbonato de calcio, comprobando lo antes descrito sobre la formación de dichas estructuras. En el espectro de la prueba once (11) se puede observar el pico mayor de calcio, siendo este el ensayo sin presencia de ningún inhibidor. Para las otras pruebas también se puede ver presencia de cloro, sodio y magnesio debido a la cantidad suministrada a la mezcla inicial según la Norma NACE TM0374. Igualmente se observa la presencia de Niobio (Nb) material que es usado en la fabricación de acero inoxidable, lo cual se le atribuye a los anillos Pall presentes en los ensayos, dado que son manufacturados de este tipo de material; y la presencia de fosforo (P) por la aplicación de fosfatos como inhibidores.

En los espectros dos (2), (Figura 62) se puede notar que las estructuras amorfas en las muestras contienen gran cantidad de sodio y cloruros, mostrando los picos más elevados, indicando mayor presencia de sales, lo cual es de esperarse, debido a que las soluciones se saturan de dichos componentes para optimizar la precipitación de carbonatos. También se puede ver presencia de calcio, magnesio y oxígeno, específicos del proceso y de la cantidad que se le introdujo al sistema en estudio. Es importante destacar que para la calibración del equipo de medición de EDS, para la elaboración de los espectros y comparación entre los resultados se realizaron dos estándares como patrones, el primero de carbonato de calcio y el segundo de cloruro de sodio, dado a que las muestras presentaban excesos de ellos. Estos estándares se muestran en la Figura 63.

En lo que respecta a los resultados de los espectros obtenidos para las pruebas en estado dinámico, es importante resaltar que tienen un comportamiento con gran similitud a los descritos previamente, es decir, para el espectro uno grandes picos del elemento calcio y para el segundo picos elevados de cloro y sodio, demostrando así carbonatos precipitados y muestras ricas en sales de cloruro de sodio. Estos resultados se muestran en el capítulo de apéndices del presente trabajo especial de grado en la Figura 74 y 0.

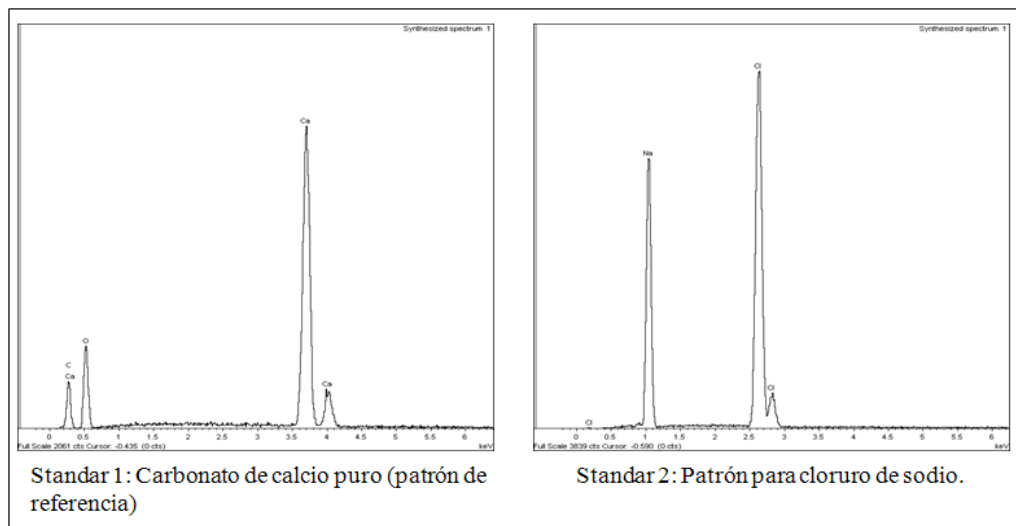


Figura 63. Estándares uno y dos de carbonato de calcio y cloruro de sodio, respectivamente.

4.6.- Capacidad de los inhibidores de retirar formaciones de incrustaciones ya adheridas en las superficies de contacto.

Al tener los resultados de la aplicación de todos los inhibidores en las pruebas anteriores se procedió a seleccionar dos de ellos, uno orgánico y uno sintético, que arrojaron los mejores resultados. En este caso, extracto de mango y Tri-fosfato, con el fin de evaluar su comportamiento como método de remoción de incrustaciones, en ensayos estáticos y dinámicos manteniendo las mismas condiciones de operación y sistemas de trabajo.

4.6.1.- Capacidad de los inhibidores de retirar formaciones de incrustaciones ya adheridas en las superficies de contacto, en estado estático.

En la Tabla 17, se reportan los resultados de pH y conductividad obtenidos en la siguiente ronda de pruebas en estado estático, en las que se utilizaron anillos ya incrustados y se aplicaron los inhibidores antes descritos. Se puede evidenciar que se mantiene el comportamiento que se ha venido presentando en el transcurso de la investigación.

Tabla 17. Datos de pH y conductividad de las pruebas de remoción de incrustaciones con Tri-fosfato y extracto de mango.

Pruebas	Inhibidor	pH _i	pH _f	Cond. _i (mS/cm)	Cond. _f (mS/cm)
24	Tri-fosfato	6,28	6,76	139,88	116,97
26	Extracto de aceite de mango	6,28	7,01	139,88	112,70

pH_i: pH de la solución inicial, pH_f: pH de la solución final, Cond._i: conductividad inicial, Cond._f: conductividad final.

En la Figura 64, se puede mostrar los “beakers” en los que se efectuaron estas pruebas en régimen estático. En el caso A se puede ver el agua sintética más el tri-fosfato en contacto con los anillos Pall ya incrustados después de haber transcurrido el tiempo estipulado, a la misma temperatura. En el caso B, se observa la prueba realizada con el extracto de mango en el que se puede destacar que se mantiene la tonalidad del fluido evidenciada en los estudios previos.

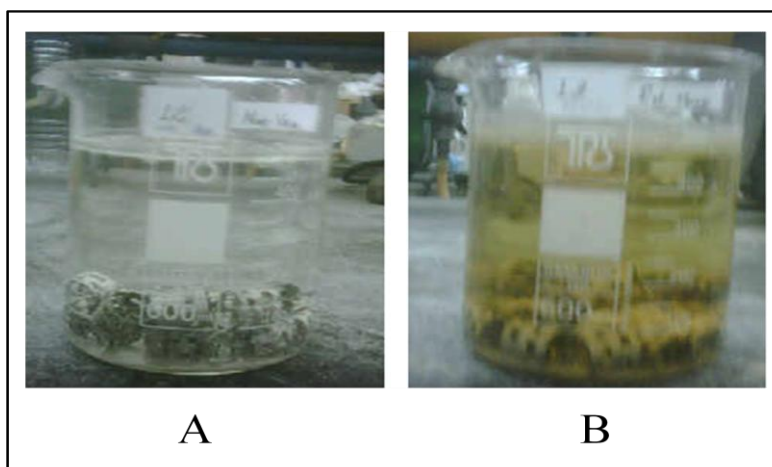


Figura 64. Muestras A y B del estado final de las pruebas realizadas para remoción de incrustaciones (régimen estático).

Para estas pruebas también se determinó la concentración de calcio en las soluciones pertinentes, cuyos resultados se reportan en la Figura 65. Como se puede observar para la prueba realizada con el tri-fosfato se retuvo aproximadamente 1600ppm lo

que podría indicar un buen desempeño del inhibidor, ya que no solo retiro formación de incrustaciones presentes en los anillos, sino que probablemente evito el aumento de estos depósitos. Para el extracto de mango se puede observar que se retuvo menor cantidad de calcio que en la prueba anterior, estas concentraciones presentan la misma desviación estándar presentada previamente para las pruebas en estático.

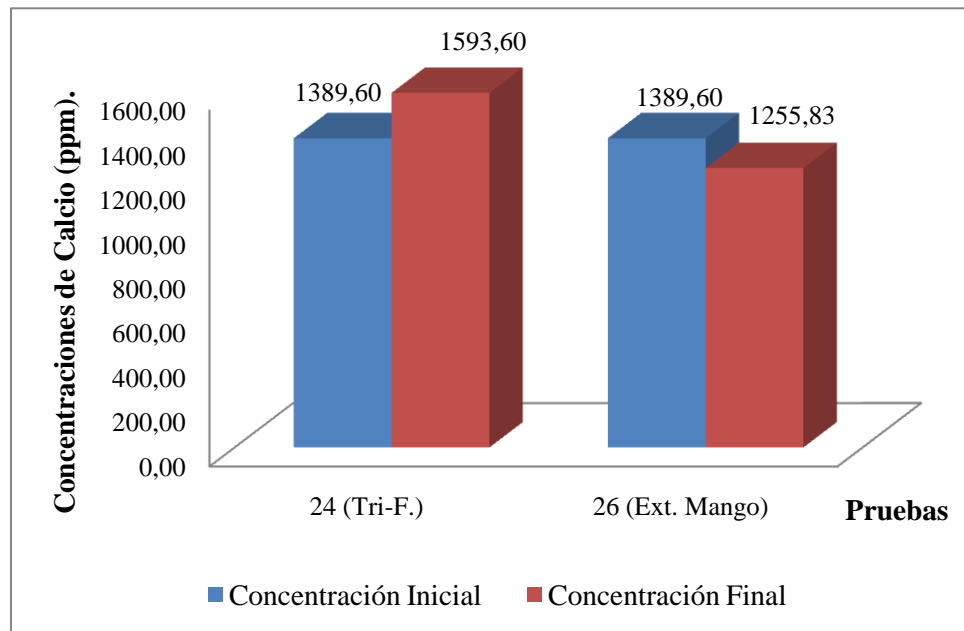


Figura 65. Concentraciones de calcio de los ensayos realizados para la remoción de incrustaciones (dinámico).

Al calcular la proporción de incrustación para estas pruebas, se puede notar que la relación obtenida para el tri-fosfato es mayor a uno, lo que quiere decir que la masa final de los anillos es menor a la inicial, lo que indica que se ha retirado incrustaciones presentes en los anillos y, posiblemente, esta cantidad extraída se encuentre en solución, por lo que desempeña un buen mecanismo de remoción. Como se aprecia en la Figura 66, en la prueba en la que se aplicó extracto de mango se obtuvo menor proporción que la reportada por la prueba anterior, pero se puede decir que tuvo un comportamiento satisfactorio.

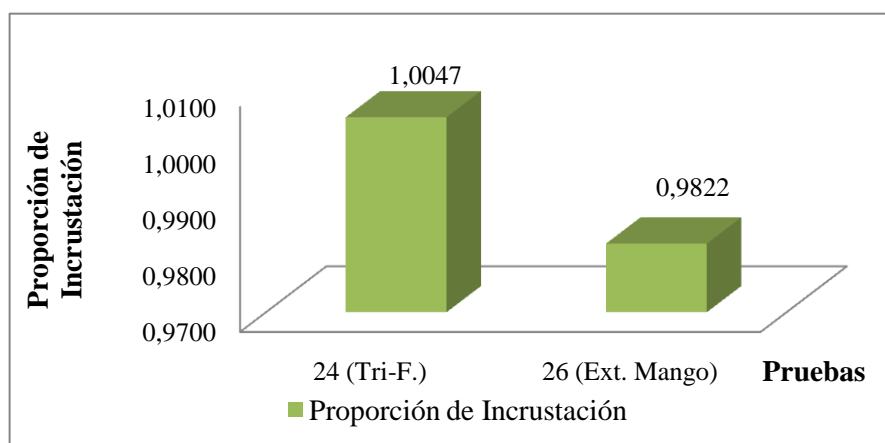


Figura 66. Proporción de incrustación en los ensayos estáticos para remover depósitos de calcio.

4.6.1.- Capacidad de los inhibidores de retirar o evitar formaciones de incrustaciones ya adheridas en las superficies de contacto, en estado dinámico.

En la Tabla 18, se presentan los valores de las variables fisicoquímicas como pH y conductividad, obtenidos en las pruebas realizadas con los inhibidores que arrojaron mejores resultados en las pruebas anteriores, en régimen dinámico. Es importante resaltar que estos mantuvieron la tendencia que se ha discutido en ensayos previos.

Tabla 18. Datos de pH y conductividad de pruebas dinámicas para remover incrustaciones.

Pruebas	Inhibidor	pH _i	pH _f	Cond. _i (mS/cm)	Cond. _f (mS/cm)
23	Tri-fosfato	6,28	7,71	133,10	112,80
25	Extracto de aceite de mango	6,66	6,89	134,27	112,83

pH_i: pH de la solución inicial, pH_f: pH de la solución final, Cond._i: conductividad inicial, Cond._f: conductividad final.

En la Figura 67 que se muestra a continuación se puede observar el tanque (T-301) con la solución carbonatada más la presencia de los inhibidores correspondientes, en la que se destaca el cambio de color en los fluidos respecto al estado inicial, donde

para la prueba 25 se evidencia una tonalidad bastante oscura, debido a la aplicación del extracto de mango para dicho ensayo.



Figura 67. Muestras de agua sintética inicial y final de los ensayos con Tri-fosfato y aloe vera como inhibidor para anillos ya incrustados), elaboración propia.

Para continuar con el estudio del desempeño de los inhibidores seleccionados, se midió la concentración de calcio de las soluciones iniciales y finales. En la Figura 68 se pueden apreciar los resultados obtenidos para estas variables, en los cuales se observa una disminución de la concentración final de las muestras, de acuerdo al grafico podría decirse que la diferencia de concentración final respecto a la inicial es mayor en la prueba realizada con tri-fosfato, lo que podría sugerir que existe mayor presencia de incrustaciones en el sistema, en relación a la prueba en la que se empleó extracto de mango.

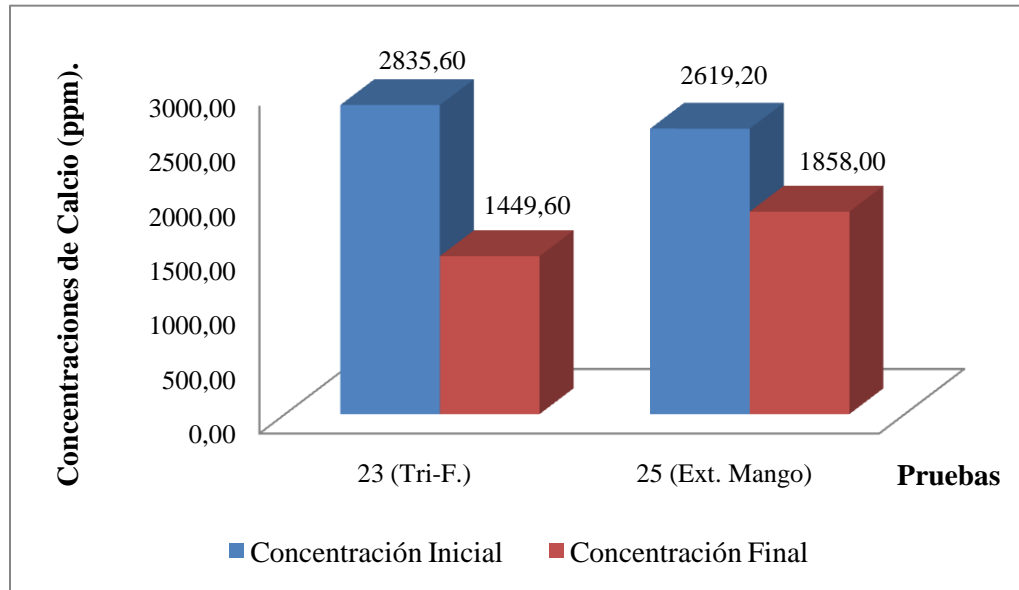


Figura 68. Concentración de calcio inicial y final, de las experiencias realizadas para la remoción de incrustaciones (dinámico) con Tri-fosfato y aloe vera.

De igual manera se determinó la proporción de incrustación de los anillos para estas dos pruebas, en las que se obtuvieron los resultados mostrados en la Figura 69; como se puede observar estos presentaron el mismo comportamiento del caso anterior (régimen estático), es decir, para el caso del ensayo con el tri-fosfato se logró una proporción mayor a uno, lo que sugiere que el inhibidor logró, no solo remover las incrustaciones sino que evitó mayor formación de las mismas. Por otro lado para el caso del ensayo en el que se empleó extracto de mango como inhibidor, se obtuvo un valor de incrustación cercano a uno, pero no en la misma medida que en el tri-fosfato, demostrando que este inhibidor comercial posee mejor rendimiento respecto a los orgánicos estudiados (Extracto de mango). Por ello se puede concluir que los mejores resultados de remoción de incrustaciones en superficie de acero inoxidable que simulan tuberías de agua de producción son los obtenidos por el Tri-Fosfato.

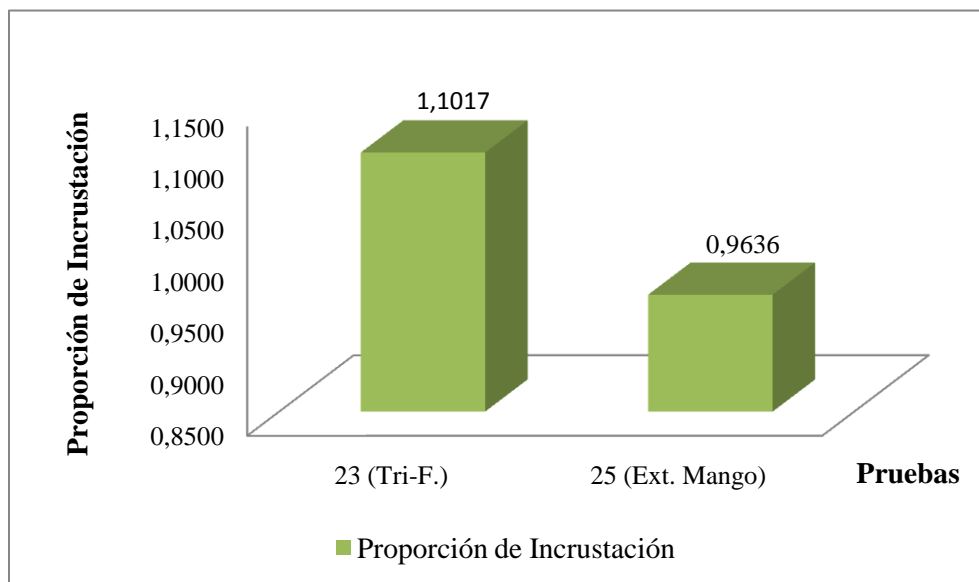


Figura 69. Proporción de incrustación de las pruebas ejecutadas para la remoción de incrustación en estado dinámico, con Tri-fosfato y aloe vera.

4.7.- Evaluación de la morfología de las estructuras de calcio formadas sobre los anillos ya incrustados en régimen dinámico.

Para esta última etapa de pruebas, también se realizó estudios de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) a las dos muestras sólidas obtenidas, para el estudio de las estructuras de carbonato de calcio presentes, lo que nos permitirá determinar el efecto de la aplicación de los inhibidores sobre la conformación de las redes cristalinas de los minerales de la muestra ya incrustadas.

A continuación se presentan los resultados de MEB para las muestras obtenidas en las pruebas 23 y 25 en régimen dinámico de operación, en la Figura 70 se puede observar que los cristales presentan similitud con las reportadas en la Tabla 3, de esta forma la estructura generada es Aragonita. Sin embargo es importante destacar que la escala empleada para obtener dichos resultados de MEB, tanto para estas pruebas como las reportadas con anterioridad, son distintas debido a la dificultad para observar con claridad la morfología de los cristales.

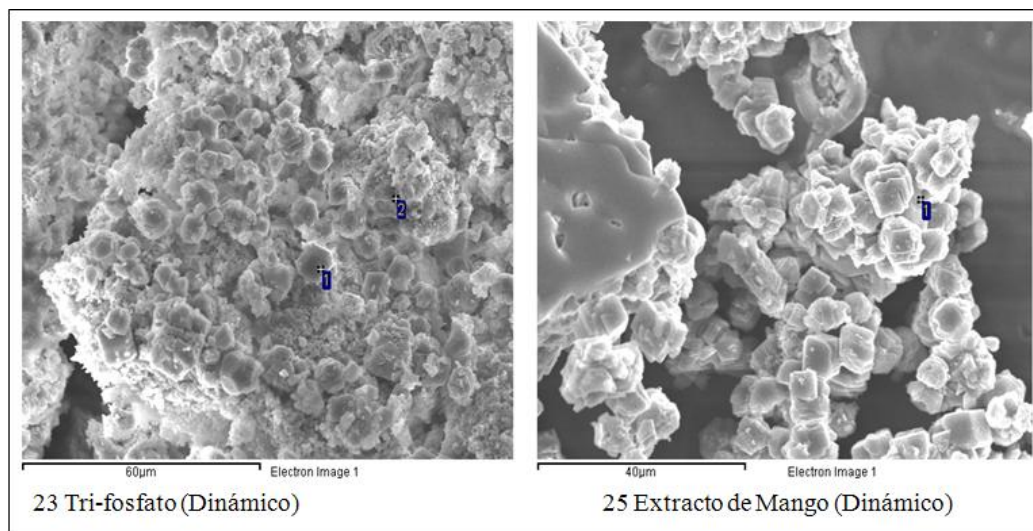


Figura 70. MEB de las estructuras formadas de carbonatos de calcio y cuerpos amorfos, de las pruebas dinámicas realizadas con aloe vera y extracto de mango.

Es de suma importancia resaltar la diferencia en la estructura de los cristales obtenidos al aplicar tri-fosfato y extracto de mango, donde se observa que hubo cambio en la morfología de los cristales.

4.8.- Análisis elemental de la morfología de las estructuras de calcio formadas sobre los anillos ya incrustados en estado dinámico.

Luego de haber analizado las estructuras de carbonatos de calcio por medio de MEB, se realizó, al igual que en las pruebas anteriores, la técnica de Espectroscopía de Energía Dispersiva (EDS), siendo estos resultados alternos a los planteados, este estudio permite hacer un análisis elemental de la presencia de componentes en las muestras sólidas que se aprecian en la Figura 71 y Figura 72.

En el espectro uno (1) reportado en la Figura 71 se puede apreciar el mismo comportamiento descrito previamente, es decir que se observa una diferencia significativa en la cantidad de calcio presentada por cada inhibidor, debido a que el pico en el cual se muestra la cantidad de calcio es mucho mayor para el tri-fosfato que en el extracto de mango. Esto se relaciona con los resultados aportados por la proporción de incrustación, los cuales demostraron que dicha relación es mayor a

uno, lo que indicaba que la cantidad de calcio removida de los anillos está contenida en la solución.

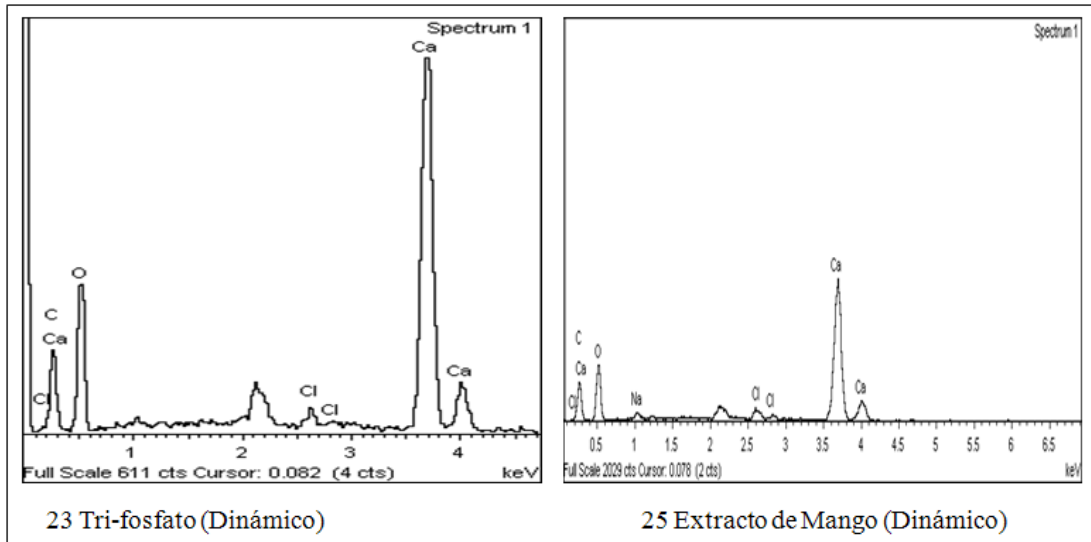


Figura 71. Espectros uno (1) para el estudio de EDS, realizado a los resultados de las pruebas en estado dinámico removiendo la formación de incrustaciones.

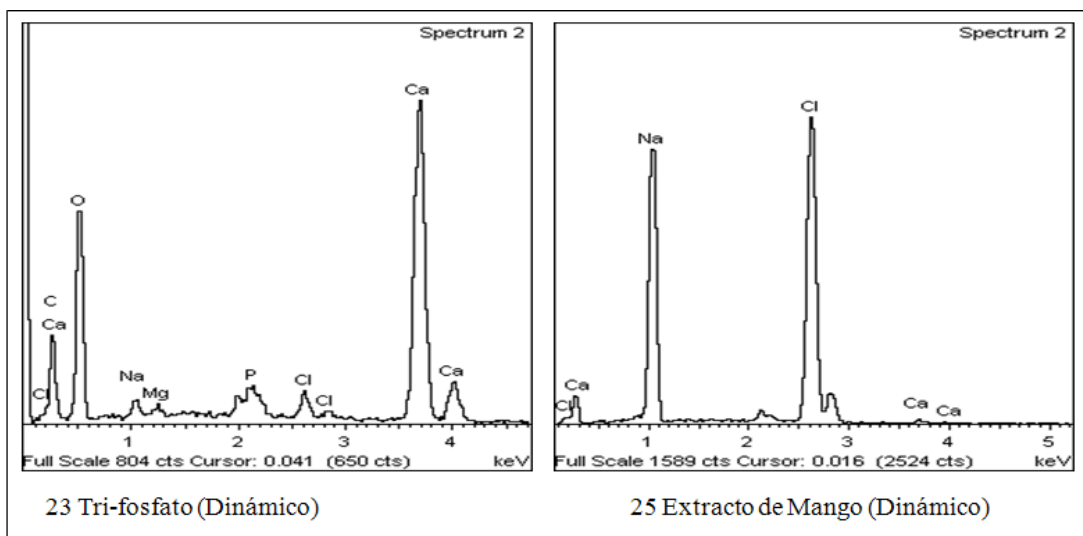


Figura 72. Espectros dos (2) para las pruebas en estado dinámico removiendo la formación de incrustaciones con inhibidores de Tri-fosfato y aloe vera..

Para el espectro dos (2), Figura 72, se puede observar que el cuerpo amorfo contiene gran cantidad de sales en las muestras para los dos ensayos realizados, corroborando lo antes descrito. Sin embargo también se evidencia presencia de calcio en estos

cuerpos amorfos pero en mayor proporción para la prueba con tri-fosfato por lo antes analizado, también se observa gran cantidad de cloro y sodio lo que quiere decir que el inhibidor mantuvo estas sales en disolución, lo que contribuye a que no se formen depósitos de carbonatos.

4.9.- Mecanismos óptimos de trabajo de los diferentes inhibidores tratados.

Los productos utilizados como inhibidores de incrustaciones funcionan por algún tipo de mecanismo actuando sobre la superficie en la cual se desea la reducción de depósitos de carbonatos de calcio. Es por ello que es de suma importancia estudiar cual es el comportamiento de los productos utilizados en la presente investigación.

De acuerdo a la bibliografía, los inhibidores orgánicos actúan como distorsionadores de cristales impidiendo el crecimiento de estos depósitos y evitando que se adhieran a las superficies. Experimentalmente se empleó Aloe Vera y Extracto de Mango, cuyo mecanismo de acción es similar, ya que ambos presentan gran contenido de polisacáridos en su composición.

En el gel de Aloe Vera más del 60% de los sólidos totales son azúcares ligados a polisacáridos mucilaginosos (*Gampel, 2002*), los cuales reaccionan con los iones divalentes en solución para lograr obtener estabilidad conformacional. Se puede explicar este comportamiento por medio del modelo de caja de huevo, en el cual se asume que los iones divalentes como el calcio actúan como puentes para la formación de enlaces iónicos entre dos grupos carboxílicos pertenecientes a dos cadenas distintas en estrecho contacto. Según este modelo los polisacáridos interaccionan con los iones divalentes permitiendo un empaquetamiento coordinado de la estructura (*Castillo, 2008*).

De manera similar, el extracto de mango contiene pectina, que es un polisacárido formado esencialmente por largas cadenas de ácido galacturónico, que pueden encontrarse como carboxilo libre o como carboxilo esterificado por metanol (metoxilado), el cual presenta un porcentaje de esterificación alto (*Landaeta y Orta,*

2010), por lo que la pectina se clasifica como alto metóxilo, presentando el mismo comportamiento que el aloe vera.

Experimentalmente se comprobó que estos inhibidores orgánicos actúan de forma favorable, modificando la estructura de los cristales para cada uno de los ensayos, indicando que evitan o desfavorecen la formación de incrustaciones.

Es importante destacar que el inhibidor orgánico de Extracto de Mango reportó buenos resultados como supresor de incrustaciones en el sistema estático y dinámico. Además de esto se evaluó su comportamiento como inhibidor de hidratos, estudio realizado por los bachilleres Luis Orta y Francisco Landaeta en su trabajo especial de grado titulado “Obtención de la pectina de la semilla del mango, usando Extracción Convencional, Extracción con Fluido Supercrítico, Extracción Asistida con Microondas y Extracción Asistida con Ultrasonido”, en el cual formaron hidratos y luego estudiaron su disolución al aplicar dicho producto, en el que pudieron demostrar que este extracto actúa como supresor de esta problemática, desempeñando un buen mecanismo siendo esto una innovación para este campo de estudio.

En relación a los inhibidores sintéticos (Bi-fosfato y Tri-fosfato), se conoce que son los más empleados comercialmente, gracias a su gran capacidad para retardar la formación de depósitos de carbonato de calcio debido a la presencia del anión fosfórico, el cual tiene la capacidad de dar productos de condensación lineales o cíclicos. A nivel experimental se pudo observar que estos inhibidores modificaron la estructura de los cristales formados, y en el caso particular del Tri-fosfato se logró evitar la formación de nuevos depósitos.

CONCLUSIONES

A continuación se presentan las conclusiones obtenidas en el desarrollo del presente trabajo especial de grado, luego de haber discutido los resultados de la formación y mitigación de las incrustaciones de carbonato de calcio.

- ✓ El proceso de formación de depósitos puede ser estudiado en el equipo (sistema de formación de incrustaciones), donde se realizaron las pruebas evaluando la variación de flujos y temperatura del sistema.
- ✓ El agua sintética preparada según la norma NACE TM0374, posee un gran poder incrustante debido al alto contenido de sales en su composición, simulando agua de producción.
- ✓ En estado estático y dinámico se obtuvo una disminución de la concentración final de carbonato de calcio presente en las soluciones.
- ✓ La proporción de incrustación no depende de la cantidad de superficie (anillos) estudiadas en cada etapa de pruebas.
- ✓ La proporción de incrustación es un parámetro confiable que indica si hay presencia de incrustación.
- ✓ El error presentado por los resultados de la proporción de incrustación es menor al obtenido por las concentraciones de calcio.
- ✓ El estudio de la conductividad, indicó que su disminución es señal de la deposición de calcio en régimen estático y dinámico.

- ✓ Se demostró que al incrementar el flujo de operación se desfavorece la formación de incrustaciones de carbonato de calcio.
- ✓ El aumento de la temperatura favorece la formación de incrustaciones en estado estático y dinámico.
- ✓ Existe repetitividad en los resultados obtenidos al variar las condiciones de temperatura, área de contacto y flujo para las pruebas dinámicas.
- ✓ Existe repetitividad en los resultados obtenidos al variar las condiciones de temperatura y área de contacto para los ensayos estáticos.
- ✓ La aplicación de inhibidores causó una disminución en la formación de incrustaciones en las superficies en estudio, en estado estático y dinámico.
- ✓ El Tri-fosfato evitó en mayor proporción la deposición de carbonato de calcio, en segundo lugar el bi-fosfato, seguido del extracto de mango y en último lugar el aloe vera en régimen dinámico.
- ✓ El extracto de mango evitó en mayor proporción la deposición de carbonato de calcio, en segundo lugar el tri-fosfato, seguido del aloe vera y en último lugar el bi-fosfato en régimen estático.
- ✓ La morfología presentada por los cristales coincidió con la estructura de la aragonita para todos los inhibidores y todas las pruebas realizadas.
- ✓ Los espectros obtenidos por medio de EDS, revelan gran cantidad de calcio en las estructuras, además de cloro y sodio en los cuerpos amorfos.
- ✓ En las pruebas de remoción de incrustaciones, el tri-fosfato reportó los mejores resultados como tratamiento limpiador para depósitos de calcio.
- ✓ Los inhibidores de incrustación modificaron los cristales de todas las muestras estudiadas.

- ✓ Los inhibidores presentaron estabilidad térmica.

RECOMENDACIONES

En esta sección se muestran las recomendaciones para trabajos siguientes, cuyo fin es la mejora y profundización de la presente investigación.

- ✓ Para estudios posteriores se recomienda la adición de dióxido de carbono para observar el comportamiento del sistema para la formación de incrustaciones.
- ✓ Realizar pruebas en estado estático y dinámico para evaluar la remoción de incrustaciones al mezclar los inhibidores orgánicos estudiados (aloe vera y extracto de mango).
- ✓ Evaluar el comportamiento del sistema al aplicar un mayor rango de temperatura.
- ✓ Calcular el potencial químico de las muestras para corroborar la morfología de los cristales de carbonato de calcio formados.
- ✓ Medir las concentraciones de calcio y magnesio, además de pH y conductividad “in situ”.
- ✓ Realizar pruebas con parafinas y gases para ver el comportamiento del sistema con fluidos bifásicos en condiciones reales de operación.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Adoer, N.; Ignacio, J. “Energía. Tratamiento de aguas de refrigeración”.
2. Agüero, S. “Estudio técnico sobre las estimulaciones matriciales en la formación escardalosa miembro O”.
3. Arce, O. “Química del agua”, [Página Web en línea] Disponible:
www.fcyt.umss.edu.bo/docentes/29/documentos/quimicadelagua.pdf.
4. Burnelt, D.; Elphick, J.; Feeley, T.; Galbrun, M. “Manejo de la producción de agua: De residuo a recurso”, 2004. [Página Web en línea] Disponible:
http://www.slb.com/media/services/resources/oilfieldreview/spanish04/aut04/04_managing_water.pdf.
5. Becker, J. “Corrosión and Scale Handbook”. Tulsa, Oklahoma, 1998.
6. Bedrikoretsky, P.; Mackay, E.; Montero, P.; Gladstone, M.; Rosario, F. “Laboratory and field production of sulfate scaling damage. The 2006 SPE International oilfield scale symposium. Aberdeen, UK, SPE 100611, pp 1-18, 2006.
7. Bin, A.; Mohd, A. “Low-sulfate Seawater Injection into Oil Reservoir to avoid Scaling Problem”. Johor, Malasia. 2008. [Página Web en línea] Disponible: <http://scialert.net/pdfs/jas/2008/1169-1178.pdf>.

8. Canut, A.; Guerra, F.; Guzmán, B.; Struck, A. “Número de Reynolds”. Laboratorio de Operaciones Unitarias, México, 2008. [Página Web en línea] Disponible:http://web.mac.com/fjguerra/Personal/6o_Semestre_files/Re.pdf
9. Castillo, L. “Escalamiento tecnológico de un inhibidor de incrustaciones a base de Aloe Vera para el aseguramiento de flujo en la industria del crudo y gas natural”. Trabajo de grado de magíster no publicado. Universidad Central de Venezuela. Caracas, Venezuela, 2008.
10. Castillo, L. “Estudio de la factibilidad técnica de aplicación de biopolímeros y efecto de las nanopartículas en el tratamiento de de incrustaciones y corrosión en la industria del gas”. Trabajo especial de grado. Universidad Central de Venezuela. Caracas, Venezuela, 2005.
11. Ceci, N. “Caracterización de las aguas de producción petroleras del occidente Venezolano”. Trabajo especial de grado. Universidad Central de Venezuela. Caracas, Venezuela, 2003.
12. Crabtree, M.; Eslinge, D.; Fletcher, P.; Johnon, A.; Miller, M.; King, G. “Lucha contra las incrustaciones. Remoción y prevención”. Oilfield Review, 1999, pp 30-49.
13. Champion Technologies. “Líneas of product scale inhibitors”, [Página Web en línea] Disponible: www.champ.com/onec_prod_scal_es.asp.
14. Covenin 2408-86 Agua. Determinación de dureza total y calcio. Método volumétrico. Determinación de magnesio por cálculo.
15. Danhof I. “The history of Aloe Vera total process”, [Página Web en línea] Disponible: www.aloejaumave.com.

16. “Desincrustación de pozos”, [Página Web en línea] Disponible: http://www.miliarium.com/Proyectos/EstudiosHidrogeologicos/Anejos/Corrosion_Incrustaciones/Desincrustacion.htm.
17. Días, J. “Aguas duras y aguas blandas”, 2006. [Página Web en línea] Disponible: <http://iquimica.blogspot.com/2006/05/aguas-duras-y-aguas-blandas.htm/>.
18. El Aloe Vera.com [Página Web en línea] Disponible: www.elaloevera.com/laplanta/laplanta_del_aloe.php.
19. Gampel, R. “Geminis papeles de salud. Aloe Vera o Sábila”. Página Web en línea] Disponible: www.herbogeminis.com/propiedades_y.html.
20. Jacques, F.; Bourland, I. “Study solubility of strontium sulfate. Soc Pet Eng J., 1993, pp 292-300.
21. Kemmer, F.; Mc Callnon, J. “Manual del agua su naturaleza, tratamiento y aplicaciones”. Nalco Chemiscal Company. Tomo III. México, 1995.
22. “La dureza del agua”, [Página Web en línea] Disponible: www.megaozono.com/dureza.htm.
23. Larrea, A.; Malavé, K. “Estudio de problemas de incrustaciones y evaluación de químicos anti-incrustantes en núcleos seleccionados para diseños de tratamientos tipo Squeeze a las areniscas U y T del campo Shushufindi” [Página Web en línea] Disponible: <http://www.dspace.espol.edu.ec/bitstream/123456789/2483/1/4873.pdf>.
24. Larson T. E. and Skold R. V. “Laboratory Studies Relating Mineral Quality of Water to Corrosion of Steel and Cast Iron Illinois State Water” Survey, Champaign, IL pp.43-46: ill. ISWS C-71, 1958.

25. Larionosa, M.; Merendez, R.; Valiente, O; Fuente, V. “Estudio químico de los polisacáridos presentes en el Aloe Vera L y Aloe Arborescens Miller, cultivados en Cuba”. Plant Med, 2004.
26. Leon, O.; Cardenas, C.; Carnyo, J. “Costuned of scale inhibitors in Oilfield water plant”. Revista Técnica de Ingeniería. Universidad del Zulia. Vol. 25, pp 26-32. ISSN 0254-0770, 2002.
27. Mata, C. “Polisacáridos naturales como agentes anti-incrustantes”. Universidad Simón Bolívar, Caracas, Venezuela, 2007.
28. Medina, L.; Zea, L. “Determinación de los parámetros físico-químicos que favorecen la formación de incrustaciones en superficies de hierro, simulando el comportamiento de aguas de producción”. Trabajo especial de grado. Universidad Central de Venezuela. Caracas, Venezuela, 2008.
29. NACE INTERNATIONAL THE CORROSION SOCIETY (2001). Standard Test Method Laboratory Screening Tests to Determine the Ability of Scale Inhibitors to Prevent the Precipitation of Calcium Sulfate and Calcium Carbonate from Solution (for Oil and Gas Production Systems) en NACE Standard TM0374.
30. Oftroff, A. “Introduction to oilfield water technology”. National Association of corrosion engineers. 1979
31. Perozo, E.; Rodriguez, V.”Inhibición de precipitación de asfaltenos, parafinass y escamas”. Documento nro. INT-TETM-0111. Petróleos de Venezuela S.A. INTEVEP. 1995.
32. Perry, R.; Green, D.”Perry’s Chemical Engineers Handbook”. Nueva York. 2008.

33. RAPIDMATIC 2000. “Los principios de la formación de incrustaciones y su eliminación con el Rapidmatic”. España, 2007.
34. Rosa-Brussin, M.; Avendaño, F.; De Jesús, J. “Caracterización fisicoquímica de catalizadores”. PDVSA – INTEVEP. 2004.
35. Selene, M.; Jimenez, M. “Determinación de coeficientes convectivos de transferencia de calor natural y forzada para aletas radiales en agua y agua de mar”. Puebla, México, 2004.
36. “Water Hardness”. [Página Web en línea] Disponible: <http://hydrotec.readywebdesign.co.uk/portals/0/pdfdownloads/pdfs%20info%20centre/hard%20water/waterhardness.pdf>.
37. Zhang, Y.; Dawe, R. “The kinetics of calcite precipitation from a high salinity water”. Revista Applied Geochemistry. Vol.13, pp 177-184. 1997.

APÉNDICES

APÉNDICE A. Manual de operación de la planta desmineralizadora de agua, ubicada en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Central de Venezuela.

1. Verificar que todas las válvulas estén cerradas.
2. Abrir las válvulas V-105, V-128, V-104, V-103, V-102 y V-101, para dar inicio al llenado del tanque T-101.
3. Cuando el nivel del tanque T-101 alcance el 60% de su volumen, encender la bomba P-101 y abrir parcialmente las válvulas V-118, V-117, V-110, V-109, V-108 y V-107.
4. Manipulando la válvula V-106 del rotámetro, fijar en 3 L/min., el caudal de agua que va hacia las columnas de intercambio iónico.
5. Permitir el paso de agua por 10 minutos, tomar en un beacker una muestra del agua tratada y medir su conductividad.
6. Si la conductividad es mayor a 10 μS , dejar circular el agua y tomar muestras cada 5 minutos, hasta que la conductividad reportada se encuentre por debajo de los 10 μS . Una vez alcanzado el valor deseado de conductividad, abrir la válvula V-111 y cerrar las válvulas V-117 y V-118.
7. Verificar la lectura en el analizador de conductividad en línea CI.
8. Cuando se llene el tanque T-102, apagar la bomba P-101 y cerrar todas las válvulas. En la Figura 73 se puede observar el diagrama de flujo de proceso (DFP-01), el cual contiene el sistema a utilizar para producir esta agua base.

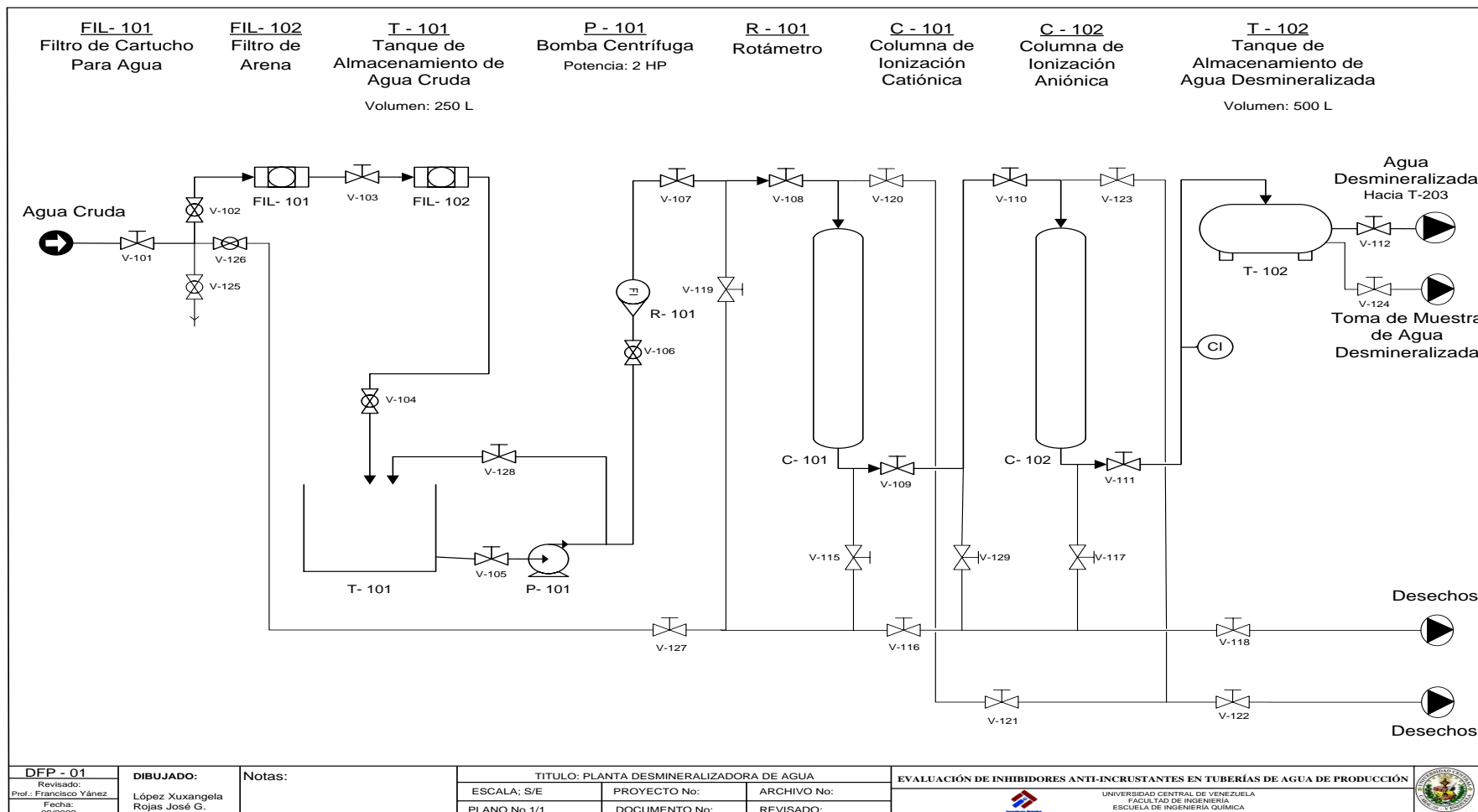


Figura 73. Diagrama de flujo de proceso (DFP-01) de la planta desmineralizadora de agua (Elaboración propia).

APÉNDICE B. Manual de operación de lavado y acondicionamiento del equipo de prueba de incrustaciones, ubicada en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Central de Venezuela.

1. Para dar comienzo al lavado se comprueba que todas las válvulas del sistema estén cerradas.
2. Abrir las válvulas V-101, V-202, y V-203, para dar inicio al llenado del tanque T-201 con agua cruda hasta completar el 75% del nivel del mismo.
3. Se enciende la bomba P-201, para realizar la primera corrida de lavado en el sistema.
4. Se deja recircular el agua en todo el sistema por quince (15) minutos.
5. Se apaga la bomba P-201.
6. Se abre la válvula V-204, para desechar el agua usada en el lavado.
7. Se repite el paso número 2.
8. Se le agregan 26,1 mL. de ácido clorhídrico (HCl) al 30,61%, para realizar la depuración, es importante destacar que este compuesto ha sido usado con anterioridad como método químico para la remoción de incrustaciones, con la finalidad de disminuir el pH del agua y promover su disolución, pero no resulta una técnica realmente efectiva dado a que hay que aplicarlo con especial atención para prevenir problemas como la corrosión (Larson y Skold, 1958), por lo que se utiliza la cantidad requerida para solo el lavado y depurado de los depósitos y/o obstrucciones que puedan contener o estar adheridas en las paredes internas de la tubería
9. Repetir del paso N° 3 al N° 6.

10. Se repite el paso número 2.
11. Se le agregan 16,3 mL. de soda cáustica al 49%.
12. Repetir del paso N° 3 al N° 6.
13. Repetir del paso N° 2.
14. Se le agrega jabón líquido al sistema, retirar los restos que hayan quedado en la tubería.
15. Se repite del paso N° 3 al N° 6.
16. Se llena el tanque nuevamente con agua.
17. Se repite el paso del N° 3 al N° 6, hasta retirar todo el jabón del sistema y no observar espuma en el mismo.

APÉNDICE C. Manual de operación del equipo de pruebas de incrustación, ubicada en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Central de Venezuela.

1. Verificar que todas las válvulas del sistema se encuentren cerradas.
2. Verificar el nivel de agua desmineralizada en el tanque T-102, el cual debe estar como mínimo lleno un 50%., si no se debe producir nueva agua.
3. Abrir la válvula V-201 para dar comienzo al llenado del tanque T-201.
4. Al tener el tanque T-201 lleno en un 20% se procede a cerrar la válvula V-201.
5. Se desprende la unión U-201, para separar los tubos y de esta forma quitar la tapa del tanque T-201 hacia un lado del equipo.

6. Se suministra la solución 01 y 02 para la simulación del agua sintética, preparada con anterioridad según la Norma NACE TM-0374, se toman muestra de esta agua inicial para estudios previos.
7. Se abre la válvula V-201 para completar el 75% de agua sintética en el tanque T-201.
8. Luego se abre la válvula V-202 para asegurar un mínimo requerido de recirculación en el sistema, de igual forma la válvula anterior se manipula para obtener los caudales apropiados.
9. Se desprende la tubería de plexiglás para introducir los anillos Pall previamente lavados, removiendo la unión U-203, U-205, de esta forma se retira el tubo de prueba y se procede a desprender la unión U-204 para introducir los anillos.
10. Se coloca la sección de tubería en su lugar para comenzar la prueba.
11. Se procede a encender la bomba P-201, para dar suministro de agua en las tuberías del sistema en estudio.
12. Fijar el caudal de agua con la solución anterior, con el rotámetro R-201, manipulando la válvula V-203, garantizando un caudal acorde a la prueba a realizar, esto dependerá del flujo con el que se desea trabajar.
13. El equipo se deja trabajando en un tiempo de un día (24 horas) para cumplir con los objetivos planteados en dicha investigación, garantizando un buen rango de incrustación en los anillos.
14. Luego de transcurrido el tiempo de trabajo del equipo, se apaga la bomba P-201 y se toma muestra del agua para estudios previos.

15. Se abre la válvula V-204, para desechar el agua del tanque y de la tubería por diferencia de gravedad.
16. Se desprende el tubo de prueba con sumo cuidado para extraer los anillos Pall con su incrustación correspondiente, removiendo la unión U-203, U-205, de esta forma se retira el tubo de prueba y se procede a desprender la unión U-204 para obtener los anillos y hacerle las pruebas que ameritan.
17. Se coloca el tubo de prueba en su lugar.
18. Se realiza un lavado del equipo como fue descrito anteriormente en el apéndice B, de esta forma se acondiciona el sistema para realizar las diferentes pruebas.

APÉNDICE D. Manual de lavado y acondicionamiento de los anillos Pall de acero inoxidable.

1. Inicialmente se determina y selecciona el número de anillos necesarios para la realización de todas las pruebas tanto estáticas como dinámicas, con la finalidad de optimizar el tiempo de trabajo.
2. Luego estos anillos son sumergidos en un beacker con suficiente propanol, por un período de cinco (5) minutos para retirarle la grasa e impurezas que puedan contener y de esta forma proporcionarle la depuración necesaria.
3. Seguidamente, los anillos, deben ser retirados cuidadosamente del propanol y ser colocados sobre una superficie absorbente de forma de ayudar al secado de los mimos.
4. Posteriormente, se introducen en una estufa a una temperatura de 60 °C, por un periodo de un día (24 horas), para ser secados completamente.

5. Después del período de secado son retirados de la estufa para continuar con el acondicionamiento.
6. Se procede a sumergirlos en una solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4) al 30% p/p, durante un (1) minuto; período suficiente para crear porosidad y rugosidad en las paredes del material y así tener un mayor número de sitios de nucleación, donde se puedan depositar cantidades óptimas de carbonatos y minerales para su posterior estudio.
7. Seguidamente los anillos se lavan con agua destilada para evitar que el ácido sulfúrico siga actuando sobre su superficie, inmediatamente se introducen a la estufa a una temperatura de 60 °C, por un día (24 horas) para ser secados y llegar a la condición de peso constante.
8. Posteriormente son retirados de la estufa y los anillos estarán aptos para las pruebas de incrustaciones, cumpliendo con los requerimientos experimentales, se deben guardar en recipientes con tapa y limpios de modo de resguardarlos para que no sean contaminados ni expuestos a alteraciones que puedan afectar

APÉNDICE E. Cálculos tipo.

1.- Cálculo de la cantidad necesaria de reactivos para 15 litros de agua sintética.

Solución 1:

$$12,15 \frac{grs}{l} CaCl_2 \cdot 2H_2O \times 15l = 182,25 grs. CaCl_2 \cdot 2H_2O$$

$$3,68 \frac{grs.}{l} MgCl_2 \cdot 6H_2O = 55,2grs. MgCl_2 \cdot 6H_2O$$

$$33,00 \frac{grs}{l} NaCl = 495grs. NaCl$$

Solución 2:

$$7,36 \frac{\text{grs.}}{\text{l}} \text{NaHCO}_3 = 110,4 \text{grs. NaHCO}_3$$

$$33,00 \frac{\text{grs}}{\text{l}} \text{NaCl} = 495 \text{grs. NaCl}$$

Este cálculo se realizó de la misma forma para los otros volúmenes utilizados.

2.- Cálculo de la proporción de incrustación de los anillos.

$$\text{Relación o proporción de incrustación} = \frac{\text{masa inicial de los anillos}}{\text{masa final de los anillos}}$$

Tomando los resultados obtenidos en la prueba N° 3:

$$\text{Proporción de incrustación} = \frac{54,2635 \text{grs}}{61,8004 \text{grs}}$$

$$\text{Proporción de incrustación} = 0,8780$$

Este cálculo se realizó de la misma forma para todas las pruebas realizadas.

3.- Cálculo del área de incrustación.**Anillos Pall 5/8"**

$$\text{Diámetro} = \frac{5}{8}'' = 15,7 \text{mm} = 1,57 \text{cm.}$$

$$\text{Radio} = 0,785 \text{cm}$$

$$h = 0,785 \text{cm}$$

$$\text{Área} = 2 \cdot \pi \cdot r \cdot h = 2 \cdot \pi \cdot 0,785 \cdot 0,785 \text{cm}$$

$$\text{Área} = 3,8698 \text{cm}^2 = 3,870 \times 10^{-4} \text{m}^2$$

$$\text{Proporción} = \frac{\text{masa inicial anillos}}{\text{masa final anillos}} = \frac{\text{Área incrustada}}{\text{Área sin incrustación}}$$

$$\text{Área incrustada} = \text{Proporción} \cdot \text{Área sin incrustación}$$

$$\text{Área de incrustación} = 0,9623 \cdot 0,0039\text{m}^2 = 0,0037\text{m}^2$$

Este cálculo se realizó de la misma forma para todas las pruebas realizadas.

4.- Cálculo del volumen del sistema de formación de incrustaciones modificado, para las pruebas en estado dinámico.

Para calcular el volumen del nuevo tanque, se llenó completamente y luego se vació en un recipiente vacío previamente pesado. Luego se pesó nuevamente el recipiente con el contenido proveniente del tanque y se obtuvo el volumen del mismo.

$$\text{Peso recipiente vacío} = 0,30\text{Kg}$$

$$\text{Peso recipiente lleno} = 9,073\text{kg}$$

$$\text{Peso contenido del recipiente} = 9,073\text{Kg} - 0,30\text{Kg} = 8,773\text{Kg}$$

$$\rho = \frac{\text{masa}}{\text{volumen}} \rightarrow v = \frac{\text{masa}}{\rho}$$

$$v = \frac{8,773\text{Kg}}{1 \text{ Kg/l}} = 8,773$$

Para calcular el volumen correspondiente al tramo de tuberías, se toma la longitud total de la misma y el diámetro para realizar los cálculos correspondientes.

$$\text{longitud total} = 18\text{m}$$

$$\text{Diámetro} = 1\text{plg} = 2,54\text{cm}$$

$$v = \pi \cdot r^2 \cdot h$$

$$v = \pi \cdot (0,0127\text{m})^2 \cdot 18 = 0,00912\text{m}^3 = 9,12\text{l}$$

$$\text{volumen total} = 9,12\text{l} + 8,73\text{l} = 17,893\text{l} \approx 18\text{l}$$

5.- Cálculo del Número de Reynolds (Re).

$$\text{viscosidad del agua} = 0,01 \text{ poise}$$

$$\text{Densidad del agua} = 1 \text{ gr/cm}^3$$

$$\text{Diámetro} = 1\text{plg} = 2,54\text{cm}$$

$$\text{Radio tubería} = 1,27\text{cm}$$

$$\text{Área de la tubería} = 5,0671\text{cm}^2$$

$$\text{Velocidad} = \frac{\text{flujo másico}}{\text{densidad} \cdot \text{área}}$$

Tomando los datos de la prueba N°4:

$$\text{velocidad} = \frac{30000 \text{ gr/cm}}{1 \text{ gr/cm}^3 \cdot 5,0671\text{cm}^2} = 5920,56 \text{ cm/min}$$

$$\text{Re} = \frac{\text{diámetro} \cdot \text{velocidad} \cdot \text{densidad}}{\text{viscosidad}}$$

$$\text{Re} = \frac{2,54\text{cm} \cdot 5920,56 \text{ cm/min} \cdot 1 \text{ gr/cm}^3}{0,01\text{poise}} = 1503822,72$$

6.- Cálculo de la cantidad de inhibidor para cada prueba.

Según la norma NACE TM0374 es necesaria la adición de 2000ppm de inhibidor para cada caso.

Para el caso de los inhibidores en estado líquido (Aloe Vera y Extracto de mango) se realizó lo siguiente:

$$\text{Peso picnómetro vacío} = 17,0057\text{gr}$$

$$\text{Peso picnómetro lleno} = 43,6850\text{gr}$$

$$\text{Volumen del picnómetro} = 25\text{ml}$$

$$\rho = \frac{\text{masa}}{\text{volumen}} \rightarrow v = \frac{\text{masa}}{\rho}$$

Donde:

ρ = densidad fluido

$$\text{masa} = 43,6850\text{gr} - 17,0057\text{gr} = 26,6793\text{gr}$$

$$\rho = \frac{26,6793\text{gr}}{25\text{ml}} = 1,0672 \text{ gr/ml}$$

$$\text{volumen} = \frac{38\text{gr}}{1,0672 \text{ gr/ml}} = 35,6072\text{ml} \approx 36\text{ml}$$

La cantidad de extracto de mango necesaria se calculó de manera similar.

Para el caso de los inhibidores en estado sólido (Bi-fosfato y Tri-fosfato) se realizó lo siguiente:

$$2000\text{ppm} = 2000 \frac{\text{mg}}{\text{l}}$$

Como son 18 litros:

$$2000 \frac{mg}{l} \cdot 18l = 36000mg = 36gr$$

APÉNDICE F. Resultados de Espectroscopía de Energía Dispersiva.

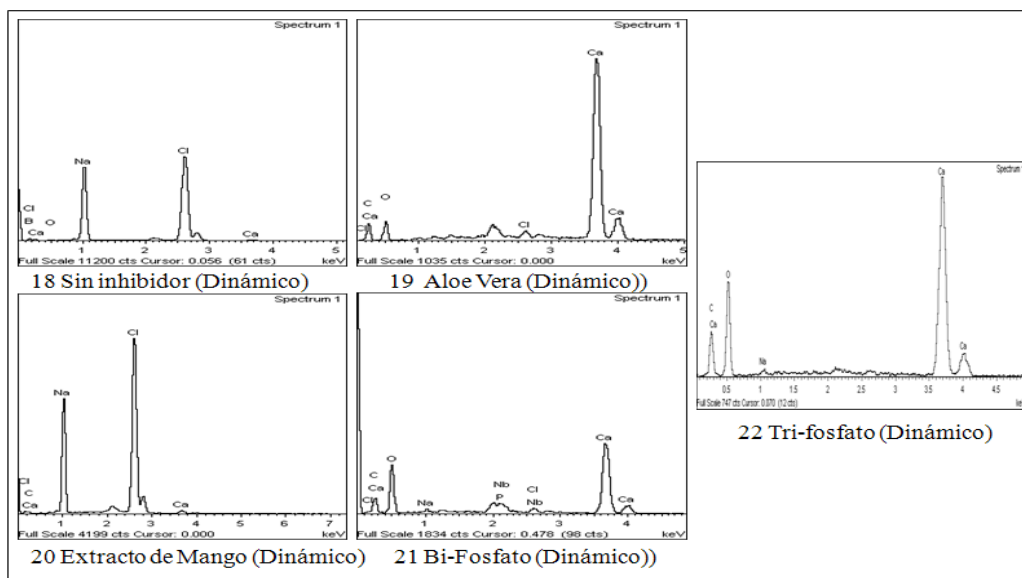


Figura 74. Espectros 1 de los elementos contenidos en los cristales presentes en los ensayos con diferentes inhibidores.

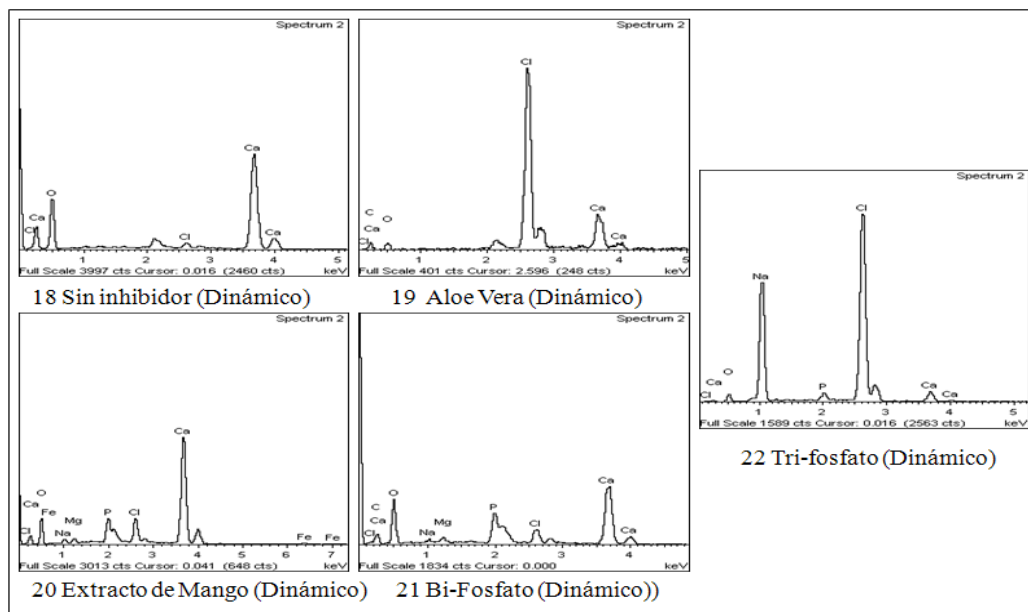


Figura 75. Espectros 2 de los elementos contenidos en los cristales presentes en los ensayos con diferentes inhibidores.

APÉNDICE G. Tablas de resultados de los análisis para cada prueba realizada.

1.- Lista de área de incrustaciones y proporción de incrustación en los Anillos Pall.

Tabla 19. Resultados de proporción y área de incrustación de la primera etapa de pruebas.

Prueba	Régimen	N° Anillos	Flujos	Área de Anillos sin Incrustación (m ²)	Área de Anillos con Incrustación (m ²)	Peso Inicial de los Anillos	Peso Final de los Anillos	Proporción de Incrustación	Área de un anillo sin incrustación (m ²)
1	Estático	10	250 mL	0,00387	0,00383	27,18700	27,44460	0,9906	0,000387
2	Estático	20	250 mL	0,00774	0,00763	54,35320	55,11400	0,9862	
3	Estático	30	250 mL	0,01161	0,01151	81,41790	82,10540	0,9916	
4	Dinámico	10	30 L/Min	0,00387	0,00372	27,25950	28,32800	0,9623	
5	Dinámico	20	30 L/Min	0,00774	0,00711	54,52170	59,33280	0,9189	
6	Dinámico	30	30 L/Min	0,01161	0,01082	81,12830	87,08520	0,9316	
7	Dinámico	10	30 L/Min	0,00387	0,00345	27,12540	30,39350	0,8925	
8	Dinámico	20	20 L/Min	0,00774	0,00741	81,38120	85,06240	0,9567	
9	Dinámico	20	15 L/Min	0,00774	0,00680	54,26350	61,80040	0,8780	
10	Dinámico	20	45 L/Min	0,00774	0,00735	54,09950	56,95180	0,9499	

Tabla 20. Resultados de proporción y área de incrustación de la segunda etapa de pruebas.

Prueba	Inhibidor	Régimen	Nº Anillos	Flujos	Área de Anillos sin Incrustación (m ²)	Área de Anillos con Incrustación (m ²)	Peso Inicial de los Anillos	Peso Final de los Anillos	Proporción de Incrustación	Área de un anillo sin incrustación (m ²)
11	Blanco 1	Estático	20	500 mL	0,00774	0,00760	54,0730	55,0836	0,9817	0,000387
12	Aloe vera	Estático	20	500 mL	0,00774	0,00759	54,2798	55,3632	0,9804	
13	Extracto de aceite de mango	Estático	20	500 mL	0,00774	0,00764	54,4638	55,2017	0,9866	
14	Bi-Fosfato	Estático	20	500 mL	0,00774	0,00757	53,9632	55,2092	0,9774	
15	Tri-fosfato	Estático	20	500 mL	0,00774	0,00763	54,2217	55,0044	0,9858	
16	Blanco 2	Dinámico	0	30 L/Min	0	0,00000	0,00000	0,00000	0,0000	
17	Blanco 3	Dinámico	20	30 L/Min	0,00774	0,00774	54,2841	54,2864	1,0000	
18	Blanco 4	Dinámico	20	30 L/Min	0,00774	0,00670	53,4102	61,7308	0,8652	
19	Aloe vera	Dinámico	20	30 L/Min	0,00774	0,00731	54,2251	57,4464	0,9439	
20	Extracto de aceite de mango	Dinámico	20	30 L/Min	0,00774	0,00742	54,5033	56,8804	0,9582	
21	Bi-Fosfato	Dinámico	20	30 L/Min	0,00774	0,00759	54,2438	55,3052	0,9808	
22	Tri-fosfato	Dinámico	20	30 L/Min	0,00774	0,00767	54,4320	54,9252	0,9910	

Tabla 21. Resultados de proporción y área de incrustación de la tercera etapa de pruebas.

Prueba	Inhibidor	Régimen	Nº Anillos	Flujos	Área de Anillos sin Incrustación (m ²)	Área de Anillos con Incrustación (m ²)	Peso Inicial de los Anillos	Peso Final de los Anillos	Proporción de Incrustación	Área de un anillo sin incrustación (m ²)
23	Tri-fosfato	Dinámico	20	500 mL	0,00774	0,00853	61,2864	55,6274	1,1017	0,000387
24	Tri-fosfato	Estático	20	30 L/Min	0,00774	0,00778	56,6274	56,3650	1,0047	
25	Extracto de aceite de mango	Dinámico	20	30 L/Min	0,00774	0,00746	56,5872	58,7230	0,9636	
26	Extracto de aceite de mango	Estático	20	500 mL	0,00774	0,00760	55,9970	57,0123	0,9822	

2.- Resultados de concentraciones iniciales y finales de calcio medidas.

Tabla 22. Resultados de concentraciones de calcio de las pruebas en estado estático.

Prueba	Régimen	Inhibidor	Nº Anillos	Conc. Inicial	Conc. Final
1	Estático	-	10	1619,00	1430,00
2	Estático	-	20	1619,00	1389,00
3	Estático	-	30	1619,00	1435,00
11	Estático	Blanco 1	20	1494,40	1437,60
12	Estático	Aloe vera	20	1494,40	1432,00
13	Estático	Extracto de aceite de mango	20	1494,40	1399,60
14	Estático	Bi-Fosfato	20	1494,40	1326,00
15	Estático	Tri-fosfato	20	1494,40	1398,40

Tabla 23. Resultados de concentraciones de calcio de las pruebas en estado estático.

Prueba	Régimen	Inhibidor	Nº Anillos	Conc. Inicial	Conc. Final
4	Dinámico	-	10	1318,00	1170,80
5	Dinámico	-	20	1680,00	1217,00
6	Dinámico	-	30	1472,40	1110,80
7	Dinámico	-	10	2068,00	1223,60
8	Dinámico	-	30	1570,00	1350,00
9	Dinámico	-	20	1512,40	1194,80
10	Dinámico	-	20	1988,00	1543,60
18	Dinámico	Blanco 4	20	2210,80	1810,80
19	Dinámico	Aloe vera	20	1965,20	2408,00
20	Dinámico	Extracto de aceite de mango	20	2370,00	1914,00
21	Dinámico	Bi-Fosfato	20	1598,40	1371,20
22	Dinámico	Tri-fosfato	20	2212,00	1564,40
23	Dinámico	Tri-fosfato	20	2835,60	1449,60
24	Estático	Tri-fosfato	20	1389,60	1593,60

Tabla 23. Resultados de concentraciones de calcio de las pruebas en estado estático
(Continuación).

Prueba	Régimen	Inhibidor	Nº Anillos	Conc. Inicial	Conc. Final
25	Dinámico	Extracto de aceite de mango	20	2619,20	1858,00
26	Estático	Extracto de aceite de mango	20	1389,60	1255,83

3.- Resultados de número de Reynolds, velocidades y flujos calculados.

Tabla 24. Resultados de parámetros fluido-dinámicos de la mezcla para las pruebas en estado dinámico, en la que se varió el flujo en estudio.

Pruebas	Flujo (L/Min)	Nº Anillos	Re (Reynolds)	Flujo Vol. (cm ³ /min)	Flujo Másico (g/min)	Velocidad (cm/min)
4	30	10	1503822,717	5920561,879	5920561,879	296782,52
5	30	20	1503822,717	5920561,879	5920561,879	296782,52
6	30	30	1503822,717	5920561,879	5920561,879	296782,52
7	30	10	1503822,717	5920561,879	5920561,879	296782,52
8	20	20	1002548,478	3947041,253	3947041,253	197855,01
9	15	20	751911,3587	2960280,94	2960280,94	148391,26
10	45	20	2255734,076	8880842,819	8880842,819	445173,77

ANEXOS

1.- Norma Internacional NACE TM0374-2001.



NACE Standard TM0374-2001
Item No. 21208

**Standard
Test Method**

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

This NACE International standard represents a consensus of those individual members who have reviewed this document, its scope, and provisions. Its acceptance does not in any respect preclude anyone, whether he has adopted the standard or not, from manufacturing, marketing, purchasing, or using products, processes, or procedures not in conformance with this standard. Nothing contained in this NACE International standard is to be construed as granting any right, by implication or otherwise, to manufacture, sell, or use in connection with any method, apparatus, or product covered by Letters Patent, or as indemnifying or protecting anyone against liability for infringement of Letters Patent. This standard represents minimum requirements and should in no way be interpreted as a restriction on the use of better procedures or materials. Neither is this standard intended to apply in all cases relating to the subject. Unpredictable circumstances may negate the usefulness of this standard in specific instances. NACE International assumes no responsibility for the interpretation or use of this standard by other parties and accepts responsibility for only those official NACE International interpretations issued by NACE International in accordance with its governing procedures and policies which preclude the issuance of interpretations by individual volunteers.

Users of this NACE International standard are responsible for reviewing appropriate health, safety, environmental, and regulatory documents and for determining their applicability in relation to this standard prior to its use. This NACE International standard may not necessarily address all potential health and safety problems or environmental hazards associated with the use of materials, equipment, and/or operations detailed or referred to within this standard. Users of this NACE International standard are also responsible for establishing appropriate health, safety, and environmental protection practices, in consultation with appropriate regulatory authorities if necessary, to achieve compliance with any existing applicable regulatory requirements prior to the use of this standard.

CAUTIONARY NOTICE: NACE International standards are subject to periodic review, and may be revised or withdrawn at any time without prior notice. NACE International requires that action be taken to reaffirm, revise, or withdraw this standard no later than five years from the date of initial publication. The user is cautioned to obtain the latest edition. Purchasers of NACE International standards may receive current information on all standards and other NACE International publications by contacting the NACE International Membership Services Department, 1440 South Creek Drive, Houston, Texas 77084-4906 (telephone +1 [281]228-6200).

Reaffirmed 2001-03-15
Approved November 1974
Revised January 1990
Reaffirmed March 1995
NACE International
1440 South Creek Drive
Houston, Texas 77084-4906
+1 (281) 228-6200

ISBN 1-57590-124-2
© 2001, NACE International

Foreword

Scale is an adherent deposit of inorganic compounds precipitated from water onto surfaces. Most oilfield waters are brines containing large amounts of calcium salts. When calcium is deposited as calcium carbonate or calcium sulfate scale, a loss of production and increased maintenance expenses can result; therefore, effective scale inhibition is of primary importance to the oil producer.

Scale inhibitors can be used in many circumstances to control scale formation, thereby reducing production difficulties. Scale inhibitors are commercially available and are widely used in oil and gas production systems. The test methods in this standard are designed to provide a relative and quantitative measure of the abilities of scale inhibitors to prevent the precipitation of solids, a necessary and critical stage in the formation of scale. The laboratory screening tests described in this standard cannot and do not allow for the wide variation in water chemistry and system properties seen in field operations. As such they must only be regarded as a starting point in the evaluation of scale inhibitors. The existence and use of these methods allow for a uniform mode of collection of screening test results and facilitate discussion of the results by interested parties.

The test methods in this standard have been selected as a means of comparing, under the specified laboratory conditions, the effectiveness of scale inhibitors in preventing precipitation of calcium sulfate and calcium carbonate from solution. Because the prices of scale inhibitors change with time and may be unknown to the tester, no attempt has been made to dilute the scale inhibitor to a common cost base.

This standard was originally issued in 1974 by Task Group T-1D-9 and was revised in 1990 by Task Group T-1D-31, a component of Unit Committee T-1D on Corrosion Monitoring and Control of Corrosion Environments in Petroleum Production Operations. It was reviewed and reaffirmed in 1995 by members of T-1D, and in 2001 by members of Specific Technology Group (STG) 31 on Oil and Gas Production – Corrosion and Scale Inhibition. It is issued by NACE International under the auspices of STG 31.

In NACE standards, the terms *shall*, *must*, *should*, and *may* are used in accordance with the definitions of these terms in the *NACE Publications Style Manual*, 4th ed., Paragraph 7.4.1.9. *Shall* and *must* are used to state mandatory requirements. *Should* is used to state something considered good and is recommended but is not mandatory. *May* is used to state something considered optional.

**NACE International
Standard
Test Method**

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

Contents

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

Section 1: General

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

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

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

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

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

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

Section 2: Calcium Sulfate Precipitation Test

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

2.2 Apparatus and Solutions

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

2.3 Test Procedure

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

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

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

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

TM0374-2001

2.3.2 Prepare duplicate blanks as follows:

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Section 3: Calcium Carbonate Precipitation Test

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

3.2 Apparatus and Solutions

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

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

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

TM0374-2001

3.2.4 Fritted-glass gas dispersion tube(s) (medium or coarse porosity rating).

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

3.2.5.1 Calcium-containing brine: 12.15 g/L $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (ACS reagent grade); 3.68 g/L $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (ACS reagent grade); 33.0 g/L NaCl (ACS reagent grade).

3.2.5.2 Bicarbonate-containing brine: 7.36 g/L NaHCO_3 (ACS reagent grade); 33.0 g/L NaCl (ACS reagent grade).

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

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

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

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

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

3.3 Test Procedure

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

3.3.2 Prepare duplicate blanks as follows:

3.3.2.1 Set aside two samples of the calcium-containing brine (50 mL each). Determine the calcium ion concentration of the blanks before precipitation in accordance with Paragraph 3.3.9 and divide each value by 2.

3.3.2.2 Prepare and handle the blanks after precipitation according to Paragraphs 3.3.3 through 3.3.9, but do not include a scale inhibitor.

3.3.3 Saturate both the calcium- and bicarbonate-containing brines with CO_2 immediately before using. Accomplish saturation at room temperature by

bubbling CO_2 through a fritted-glass gas dispersion tube immersed to the bottom of the container. A rate of 250 mL/min of CO_2 for 30 minutes will be sufficient to saturate up to 1 L of each brine simultaneously. A tee may be used to split the gas flow for this purpose.

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

3.3.5 Cap the test cell immediately and agitate to mix the brines and the scale inhibitor thoroughly. The test cells must be capped tightly to avoid loss of CO_2 . Note: Pressure will build in the test cells as the CO_2 -saturated test brine approaches and reaches the test temperature. Rupture of the test cells has not been reported, yet it is a potential hazard associated with this test procedure. Safety precautions must be employed to address this potential hazard. Also, an improperly sealed test cell may lead to pressure release, a resulting test brine compositional change, and an invalid test result.

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

3.3.7 Remove the test cells after the 24-hour exposure and avoid agitation. Allow the test cells to cool to 25 \pm 5°C (77 \pm 9°F) for a time not to exceed two hours.

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

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

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

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

3.3.12 Representative data from the evaluation of three scale inhibitors are given in Table 2. These data are examples only and do not reflect experimental precision. These data indicate that scale inhibitor C is most effective. Note: Costs of the scale inhibitors have not been considered.

TM0374-2001

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

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

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

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

Section 4: Percent Inhibition Calculation

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

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

Where:

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

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

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

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

References

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