



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
PROGRAMA DE MAESTRÍA Y DOCTORADO EN INGENIERÍA
POSGRADO EN INGENIERÍA EN EXPLORACIÓN Y EXPLOTACIÓN DE
RECURSOS NATURALES – PRODUCCIÓN

ESTUDIO DE LA COMPATIBILIDAD Y ESTABILIDAD FISICOQUÍMICA DE
MEZCLAS DE ACEITE LIGERO Y ACEITE PESADO

TESIS
QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:
MAESTRO EN INGENIERÍA

PRESENTA:
YALIL SHIDENI MALDONADO PÉREZ

DIRECTOR DE TESIS:
DR. EDGAR RAMÍREZ JARAMILLO

CIUDAD UNIVERSITARIA, CIUDAD DE MÉXICO, MAYO 2019.



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

*No existen más que dos reglas para escribir,
tener algo que decir y decirlo.*

Oscar Wilde (1854-1900).

**La raison a tant de formes, que nous ne savons à laquelle Nous prendre;
l'expérience n'en a pas moins.**

Montaigne, Essays, XXI of Experience, tr. Charles Cotton.

Agradecimientos

Quiero dedicar un agradecimiento muy especial a los laboratorios de Aseguramiento de Flujo del Centro de Tecnologías para Aguas Profundas (CTAP) y al laboratorio de Termodinámica y síntesis de productos químicos del Instituto Mexicano del Petróleo (IMP) por las facilidades otorgadas para la realización del trabajo experimental de esta tesis.



Agradezco profundamente a mi alma mater, la Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM) por permitir desarrollarme como universitaria desde mi formación en nivel Medio Superior, en la Licenciatura y en el Posgrado, gracias infinitas por permitirme pertenecer a una de las mejores Universidades del mundo.

Agradezco infinitamente a la Facultad de Ingeniería por brindarme tantos conocimientos, experiencias y por permitirme conocer a personas extraordinarias que me ayudaron a crecer como persona y como profesionista. No dudaré en retribuir de algún modo todo lo que he aprendido a mi amada Facultad.



- ❖ **Dios Mío, Padre te agradezco por tus infinitas bendiciones día a día, reconozco que todo lo que tengo el día de hoy es gracias a ti.**

- ❖ A mi asesor de tesis, **Dr. Edgar Ramírez Jaramillo**, le agradezco profundamente su apoyo, sus enseñanzas, su confianza, el conocimiento que me ha brindado, sus consejos y el tiempo que se ha tomado para llevar a cabo este trabajo, sin usted, éste no se hubiera logrado. Gracias por abrirme las puertas de su oficina y por darme tantas oportunidades para triunfar; sobre todo, gracias por la amistad que hemos formado. Mi más sincero y profundo agradecimiento.

- ❖ A mi jurado para el examen de grado, **Mtro. David Escobedo Zenil, Dr. Albiter Hernández Apolinar, Dr. José Enrique Guzmán Vázquez y Dr. Erick Emanuel Luna Rojero**, les agradezco su apoyo y sus conocimientos brindados para la elaboración de este trabajo.

- ❖ A mi madre, **Alicia Pérez Mejía**, te agradezco el haberme traído a este mundo y el haberme enseñado tantas cosas sobre la vida, TE AMO MUCHO MAMI, sé que pasarán 20 o 30 años más y siempre habrá algo que me puedas enseñar, mi único propósito es que te puedas sentir orgullosa de mi. Te agradezco tu apoyo incondicional en todos los sentidos para que haya podido concluir mis estudios de Maestría.

- ❖ A mi hermanita, **Mayra Itzel Maldonado Pérez**, porque gracias a ti siempre doy lo mejor de mí, porque tu me impulsas a ser un buen ejemplo para ti y porque me motivas a hacer cosas que pienso que no puedo lograr, gracias por estar ahí siempre, TE AMO MUCHO HERMANITA.

- ❖ A mi tía, **Edma Pérez Mejía**, te agradezco tu apoyo incondicional, sabes que gran parte de este logro es gracias a ti, con todo el amor te lo dedico.

- ❖ A aquellas personas que me brindaron su apoyo para realizar las pruebas en laboratorio, **Marco, Limón, Lupita, Dr. José Luis, Tommy, Sonia, Abi**, reconozco profundamente su ayuda.

- ❖ Por todas las risas, los llantos, el día a día de convivir más entre nosotros que con nuestras propias familias, por todo lo que compartimos en aquellos días en los que vislumbrábamos tan lejos el final, pero que pudimos concluir satisfactoriamente, les agradezco enormemente su maravillosa amistad, simplemente porque sin ustedes nada de esto sería posible, a mis compañeros que se convirtieron en parte de mi familia **Jacqueline Guerrero**, sabemos que la vida tiene formas misteriosas de actuar, pero es un placer continuar compartiendo el mismo camino amiga. **José Luis Cabrera**, se que no habrá forma de agradecer tu infinita paciencia ni todo el conocimiento que me brindaste, académicamente como de la vida, pero quiero reconocer que este logro también fue gracias a ti, ya que desde el inicio siempre me brindaste la serenidad necesaria para poder ver las cosas más allá. **Pedro Argüello**, te convertiste en mi hermano y como todos los hermanos, reímos y peleamos juntos, sé que nada hubiera sido lo mismo sin ti, ambos aprendimos mucho de los dos, me siento muy orgullosa de ti y tu crecimiento hermanito. **Luis Almeida**, siempre disfrute mucho de tu compañía, te convertiste en mi compañero friki de la Maestría, pero sobre todo valoro mucho tu gran esfuerzo y perseverancia, gracias por convertir las reuniones de estudios en momentos para reír. **Diego Lagunas**, fue una experiencia totalmente gratificante el haberte llagado a conocer, bebé de petróleo, siempre tuviste una sonrisa en la cara que lograbas contagiar, me enseñaste que si existen personas que nunca se enojan o se frustan o se presionan, siempre tomaste las cosas de la mejor forma y lo maravilloso es esa calma que logras transmitir. **Ariana López** te agradezco todo el apoyo para superar este gran reto, siempre fuiste mi ejemplo, eres una mujer muy fuerte a la cual admiro totalmente.
- ❖ Quiero dedicar un especial agradecimiento a **Carlos Alberto Avendaño Salazar** por brindarme tu tiempo, tus conocimientos y tu apoyo, pero sobre todo por tu valiosa amistad y por enseñarme que la vida suele dar muchas vueltas, muchas de las cuales no entendemos el porque, pero que siempre nos llevan en la dirección correcta y a lado de las personas correctas, BARBACOA DE MARISCOS.

Contenido

| | |
|--|----|
| Índice de Figuras | v |
| Índice de Tablas | ix |
| Objetivos específicos | 1 |
| Introducción | 3 |
| 1. Antecedentes | 5 |
| 1.1. Interés estratégico y económico en la explotación de aceite extrapesado | 5 |
| 1.2. Características de los aceites extrapesados | 8 |
| 1.2.1. Naturaleza viscosa de los aceites pesados | 11 |
| 1.2.2. Componentes del aceite pesado responsables de su baja fluidez | 11 |
| 1.2.3. Composición del aceite | 13 |
| 1.2.4. Solubilidad | 15 |
| 1.2.5. Efecto de la Temperatura | 18 |
| 2. Estado del Arte | 23 |
| 2.1. Tecnologías para el transporte en tuberías | 23 |
| 2.1.1. Tratamientos de calentamiento | 23 |
| 2.1.2. Emulsión | 23 |
| 2.1.3. Flujo Anular Central | 24 |
| 2.1.4. Dilución | 25 |
| 2.2. Estabilidad de fluido | 31 |
| 2.3. Compatibilidad de fluidos | 33 |
| 3. Metodología experimental para el estudio de la Estabilidad y Compatibilidad de mezclas de los aceites seleccionados | 37 |
| 3.1. Descripción de la metodología propuesta | 38 |

| | | |
|--------|--|-----|
| 3.2. | Características generales de los Campos Sigma y Gamma | 40 |
| 3.3. | Descripción de las técnicas experimentales principales..... | 44 |
| 3.3.1. | Viscosidad y Densidad | 44 |
| 3.3.2. | Estudios Termogravimétricos, DSC-TGA..... | 46 |
| 3.3.3. | Estudios de Calorimetría Diferencial de Barrido, DSC | 49 |
| 3.3.4. | Análisis de estabilidad, Turbiscan..... | 51 |
| 3.4. | Propiedades Fisicoquímicas de las muestras de aceite..... | 56 |
| 3.4.1. | Aceite Sigma | 56 |
| 3.4.2. | Aceite Gamma..... | 65 |
| 3.5. | Preparación de las mezclas de los aceites Sigma-Gamma..... | 73 |
| 4. | Análisis y discusión de datos experimentales | 81 |
| 4.1. | Densidad y viscosidad | 81 |
| 4.2. | Estudios Termogravimétricos, DSC-TGA..... | 110 |
| 4.3. | Estudios de Calorimetría Diferencial de Barrido, DSC | 121 |
| 4.4. | Análisis de estabilidad | 145 |
| 5. | Conclusiones | 147 |
| 6. | Recomendaciones | 151 |
| | Bibliografía..... | 153 |
| | Anexo A. Descripción del software del equipo DSC - TGA 3+ | 159 |
| | Anexo B. Descripción del software del equipo DSC 3+..... | 165 |
| | Anexo C. Gráficas obtenidas de los experimentos de Calorimetría Diferencial de Barrido | 177 |
| | Anexo D. Análisis del margen de error asociado a las mediciones de densidad y viscosidad | 191 |

Anexo E. Análisis del margen de error asociado a las mediciones con el equipo de Termogravimetría, DSC-TGA..... 199

Índice de Figuras

| | |
|--|----|
| <i>Figura 1- 1. Consumo del tipo de energía por región. (BP, 2017).</i> | 5 |
| <i>Figura 1- 2. Distribución geográfica del volumen de aceite convencional, aceite en arenas y aceite en lutitas técnicamente recuperable. (IEA, 2016).</i> | 7 |
| <i>Figura 1- 3. Producción de petróleo crudo en 2017 por el tipo de hidrocarburo. (Pemex, 2017).</i> | 8 |
| <i>Figura 1- 4. Relación general entre la viscosidad y la densidad API (Thomas, 2008).</i> | 10 |
| <i>Figura 1- 5. Comportamiento de la viscosidad relativa en función de la fracción peso de asfáltenos a 20°C (Arguillier et al., 2009).</i> | 13 |
| <i>Figura 2- 1. Reducción de las viscosidades del aceite pesado y bitumen mediante la creación de emulsión aceite en agua (Gerez y Pick, 2006).</i> | 24 |
| <i>Figura 2- 2. Esquema del diseño de la tubería que permite un flujo de forma anular central para aceites pesados después de un paro (Zagustin et al., 1988).</i> | 24 |
| <i>Figura 2- 3. Efecto de la dilución de un aceite viscoso con un condensado de diferentes gravedades API (Saniere et al., 2014).</i> | 26 |
| <i>Figura 2- 4. Comparación de las viscosidades relativas de aceite recombinado y diluido (Argillier et al., 2016).</i> | 27 |
| <i>Figura 2- 5. Relación entre la eficiencia de dilución y la viscosidad de diluyentes de hidrocarburos ligeros (Argillier et al., 2016).</i> | 27 |
| <i>Figura 2- 6. Influencia de la temperatura en la reducción de la viscosidad de diferentes hidrocarburos de baja viscosidad (Argillier et al., 2009).</i> | 29 |
| <i>Figura 2- 7. Comparación entre aceite ligero y alcohol como diluyentes (Hasan et al., 2010).</i> | 30 |
| <i>Figura 3- 1. Metodología para realizar los estudios de compatibilidad y estabilidad de aceites ligero y pesado.</i> | 38 |
| <i>Figura 3- 2. Viscosímetro Stabinger SVM 3000 utilizado en el laboratorio.</i> | 44 |
| <i>Figura 3- 3. Equipo experimental DSC – TGA 3+ (www.mt.com).</i> | 46 |
| <i>Figura 3- 4. Crisoles de PCA, (Alúmina) en donde se colocaron las muestras de aceite para las pruebas experimentales DSC – TGA 3+ (www.mt.com).</i> | 47 |
| <i>Figura 3- 5. Equipo experimental DSC 3+ (www.mt.com).</i> | 49 |
| <i>Figura 3- 6. Crisoles de Aluminio para realizar las pruebas en el equipo DSC 3+.</i> | 50 |
| <i>Figura 3- 7. Turbiscan Heavy Fuel Clásico (www.formulaction.com).</i> | 51 |
| <i>Figura 3- 8. Preparación de la muestra de aceite diluida en tolueno en una proporción 1:9 en peso.</i> | 53 |
| <i>Figura 3- 9. Software para el análisis de estabilidad.</i> | 54 |

| | | |
|----------------------|--|-----------|
| <i>Figura 3- 10</i> | <i>Análisis de estabilidad de una muestra finalizado.</i> | <i>55</i> |
| <i>Figura 3- 11.</i> | <i>Comportamiento de la viscosidad y densidad del aceite Sigma.</i> | <i>59</i> |
| <i>Figura 3- 12.</i> | <i>Análisis de las parafinas del aceite Sigma.</i> | <i>60</i> |
| <i>Figura 3- 13.</i> | <i>Resultado del análisis termogravimétrico, TGA de la muestra de aceite Sigma.</i> | <i>61</i> |
| <i>Figura 3- 14.</i> | <i>Temperatura de cristalización de parafinas a una velocidad de enfriamiento de 5 K/min resultado del Análisis DSC de la muestra de aceite Sigma.</i> | <i>62</i> |
| <i>Figura 3- 15.</i> | <i>Temperatura de fusión de parafinas a una velocidad de calentamiento de 5 K/min resultado del Análisis DSC de la muestra de aceite Sigma.</i> | <i>63</i> |
| <i>Figura 3- 16.</i> | <i>Resultado obtenido del análisis de estabilidad del aceite Sigma.</i> | <i>64</i> |
| <i>Figura 3- 17.</i> | <i>Muestra del aceite Sigma después de la prueba de estabilidad.</i> | <i>64</i> |
| <i>Figura 3- 18.</i> | <i>Comportamiento de la viscosidad y densidad del Aceite Gamma.</i> | <i>67</i> |
| <i>Figura 3- 19.</i> | <i>Análisis de las parafinas del Aceite Gamma.</i> | <i>68</i> |
| <i>Figura 3- 20.</i> | <i>Resultado del análisis termogravimétrico, TGA de la muestra de aceite Gamma.</i> | <i>69</i> |
| <i>Figura 3- 21.</i> | <i>Temperatura de cristalización de parafinas a una velocidad de enfriamiento de 4°K/min resultado del Análisis DSC de la muestra de aceite Gamma.</i> | <i>70</i> |
| <i>Figura 3- 22.</i> | <i>Temperatura de fusión de parafinas a una velocidad de calentamiento de 4°K/min resultado del Análisis DSC de la muestra de aceite Gamma.</i> | <i>71</i> |
| <i>Figura 3- 23.</i> | <i>Resultado obtenido del análisis de estabilidad del Aceite Gamma.</i> | <i>72</i> |
| <i>Figura 3- 24.</i> | <i>Flujo de trabajo para la determinación del volumen de aceite ligero y la masa de aceite extrapesado para las diferentes concentraciones.</i> | <i>73</i> |
| <i>Figura 3- 25.</i> | <i>Medición del aceite Gamma para la preparación de las diferentes diluciones.</i> | <i>75</i> |
| <i>Figura 3- 26.</i> | <i>Medición del aceite Sigma para la preparación de las diferentes diluciones.</i> | <i>76</i> |
| <i>Figura 3- 27.</i> | <i>Homogeneización de la muestra de aceite a una concentración del 1% de aceite Gamma.</i> | <i>77</i> |
| <i>Figura 3- 28.</i> | <i>Esquema del proceso Fuller (Levitt, 1980).</i> | <i>78</i> |
| <i>Figura 3- 29.</i> | <i>Esquema del proceso Polysius (Levitt, 1980).</i> | <i>79</i> |
| <i>Figura 3- 30.</i> | <i>Esquema del proceso por franjas (Levitt, 1980).</i> | <i>79</i> |
| <i>Figura 3- 31.</i> | <i>Esquema del proceso Geiser (Levitt, 1980).</i> | <i>80</i> |
| <i>Figura 3- 32.</i> | <i>Muestras de dilución de aceite Sigma con aceite Gamma a diferentes concentraciones.</i> | <i>80</i> |
| <i>Figura 4- 1.</i> | <i>Comportamiento de la densidad y de la viscosidad del aceite Sigma (verde) al 100% y del aceite Gamma (azul) al 100% a diferentes temperaturas.</i> | <i>84</i> |
| <i>Figura 4- 2.</i> | <i>Comportamiento de la densidad y de la viscosidad de la dilución (99%- 1%).</i> | <i>86</i> |
| <i>Figura 4- 3.</i> | <i>Comportamiento de la densidad y de la viscosidad de la dilución (95%- 5%).</i> | <i>88</i> |
| <i>Figura 4- 4.</i> | <i>Comportamiento de la densidad y de la viscosidad de la dilución (90%- 10%).</i> | <i>90</i> |

| | |
|---|-----|
| Figura 4- 5. Comportamiento de la densidad y de la viscosidad de la dilución (85%- 15%). | 92 |
| Figura 4- 6. Comportamiento de la densidad y de la viscosidad de la dilución (80%- 20%). | 94 |
| Figura 4- 7. Comportamiento de la densidad y de la viscosidad de la dilución (75%-25%). | 96 |
| Figura 4- 8. Comportamiento de la densidad y de la viscosidad de la dilución (70%- 30%). | 98 |
| Figura 4- 9. Comportamiento de la viscosidad de las diferentes diluciones. | 101 |
| Figura 4- 10. Comportamiento de la extrapolación de la viscosidad a una temperatura de 5°C. | 104 |
| Figura 4- 11. Comportamiento de la viscosidad en escala logarítmica de las diluciones y el aceite Sigma al 100%. | 106 |
| Figura 4- 12. Comportamiento del incremento de la viscosidad con respecto a la viscosidad de Sigma al 100%. | 108 |
| Figura 4- 13. Comportamiento de la densidad en función de la concentración de aceite ligero. | 109 |
| Figura 4- 14. Comportamiento de la densidad API de las diferentes diluciones a 15°C. | 110 |
| Figura 4- 15. Resultados del estudio TGA para la dilución al 1% de aceite Gamma. | 111 |
| Figura 4- 16. Resultados del estudio TGA para la dilución al 5% de aceite Gamma. | 112 |
| Figura 4- 17. Resultados del estudio TGA para la dilución al 10% de aceite Gamma. | 113 |
| Figura 4- 18. Resultados del estudio TGA para la dilución al 15% de aceite Gamma. | 114 |
| Figura 4- 19. Resultados del estudio TGA para la dilución al 20% de aceite Gamma. | 115 |
| Figura 4- 20. Resultados del estudio TGA para la dilución al 25% de aceite Gamma. | 116 |
| Figura 4- 21. Resultados del estudio TGA para la dilución al 30% de aceite Gamma. | 117 |
| Figura 4- 22. Resultados del estudio DSC completo del aceite Sigma al 100%. | 121 |
| Figura 4- 23. Resultados de cristalización de parafinas del estudio DSC para el aceite Sigma al 100% @ 10 K/min. | 122 |
| Figura 4- 24. Resultados de fusión de parafinas del estudio DSC para el aceite Sigma al 100% @ 10 K/min. | 123 |
| Figura 4- 25. Resultados del estudio DSC del aceite Sigma a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 5 K/min al 100%. | 124 |
| Figura 4- 26. Resultados del estudio DSC del aceite Gamma al 100%. | 125 |
| Figura 4- 27. Resultados del estudio DSC de la dilución 99% de aceite Sigma y 1% de aceite Gamma. | 127 |
| Figura 4- 28. Resultados del estudio DSC de la dilución 95% de aceite Sigma y 5% de aceite Gamma. | 129 |
| Figura 4- 29. Resultados del estudio DSC de la dilución 90% de aceite Sigma y 10% de aceite Gamma. | 131 |
| Figura 4- 30. Resultados del estudio DSC de la dilución 85% de aceite Sigma y 15% de aceite Gamma. | 133 |
| Figura 4- 31. Resultados del estudio DSC de la dilución 80% de aceite Sigma y 20% de aceite Gamma. | 135 |
| Figura 4- 32. Resultados del estudio DSC de a dilución 75% de aceite Sigma y 25% de aceite Gamma. | 137 |
| Figura 4- 33. Resultados del estudio DSC de la dilución 70% de aceite Sigma y 30% de aceite Gamma. | 139 |

Figura 4- 34. Resultados de Estabilidad de las diferentes concentraciones, del aceite Sigma al 100% y el aceite Gamma al 100%. 146

Índice de Tablas

| | |
|--|-----------|
| <i>Tabla 1- 1. Análisis SARA de cuatro tipos de aceites característicos de México (Castro y Vázquez, 2009).....</i> | <i>12</i> |
| <i>Tabla 1- 2. Contenido y química de las moléculas heteroátomos encontrados en el aceite crudo (Speight, 2016).....</i> | <i>14</i> |
| <i>Tabla 1- 3. Química de los hidrocarburos encontrados en el Aceite Crudo (Speight, 2016).</i> | <i>15</i> |
| <i>Tabla 1- 4. Efecto de la presión sobre el contenido de metales insolubles en C₇ (Pasadakis et al., 2008).</i> | <i>17</i> |
| <i>Tabla 1- 5. Composición y contenido de asfaltenos de los diferentes tipos de aceite en México. (Ancheyta, 2002).....</i> | <i>18</i> |
| <i>Tabla 1- 6. Efecto de la temperatura en la estabilidad del aceite producido en India (Khan et al., 2006).</i> | <i>20</i> |
| <i>Tabla 2- 1. Factores que afectan la estabilidad del aceite (Speight, 2016).....</i> | <i>32</i> |
| <i>Tabla 3- 1. Análisis de la Producción del pozo Sigma.....</i> | <i>40</i> |
| <i>Tabla 3- 2. Principales propiedades Fisicoquímicas del aceite Sigma.....</i> | <i>41</i> |
| <i>Tabla 3- 3. Análisis de la Producción del pozo Gamma (www.pemex.com).</i> | <i>41</i> |
| <i>Tabla 3- 4. Resultados PVT del pozo Gamma (Terrazas, 2016).</i> | <i>42</i> |
| <i>Tabla 3- 5. Principales propiedades Fisicoquímicas del aceite Gamma (Ramírez y Meza, 2015).</i> | <i>43</i> |
| <i>Tabla 3- 6. Características del Aluminio y Alúmina.</i> | <i>48</i> |
| <i>Tabla 3- 7. Características de los elementos de referencia para calibrar el equipo DSC – TGA 3+.....</i> | <i>48</i> |
| <i>Tabla 3- 8. Clasificación de los grados de los aceites pesados combustibles según las normas de la ASTM (www.astm.org).</i> | <i>52</i> |
| <i>Tabla 3- 9 Análisis composicional del aceite Sigma.....</i> | <i>56</i> |
| <i>Tabla 3- 10. Resultados del Análisis SARA de la muestra de aceite Sigma.....</i> | <i>57</i> |
| <i>Tabla 3- 11. Análisis composicional del aceite Gamma (Terrazas, 2016).....</i> | <i>65</i> |
| <i>Tabla 3- 12. Resultados del Análisis SARA de la muestra de aceite Gamma.</i> | <i>66</i> |
| <i>Tabla 3- 13. Resultados obtenidos de los datos de las gráficas de densidad.</i> | <i>74</i> |
| <i>Tabla 3- 14. Proporción en fracción masa de las concentraciones para las diluciones que se desean obtener.</i> | <i>75</i> |
| <i>Tabla 3- 15. Masa calculada del aceite Sigma y volumen calculado del aceite Gamma para las diferentes concentraciones de dilución.</i> | <i>76</i> |
| <i>Tabla 4- 1. Resultados de viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y densidad del aceite Sigma.....</i> | <i>82</i> |
| <i>Tabla 4- 2. Resultados de viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y densidad del aceite Gamma.</i> | <i>83</i> |
| <i>Tabla 4- 3. Resultados de viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y densidad de la dilución (99%- 1%). .</i> | <i>85</i> |

| | |
|--|-------------|
| <i>Tabla 4- 4. Resultados de viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y densidad de la dilución (95%-5%). ..</i> | <i>87</i> |
| <i>Tabla 4- 5. Resultados de viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y densidad de la dilución (90%-10%).</i> | <i>89</i> |
| <i>Tabla 4- 6. Resultados de viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y densidad de la dilución (85%- 15%).</i> | <i>91</i> |
| <i>Tabla 4- 7. Resultados de viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y densidad de la dilución (80%- 20%).</i> | <i>93</i> |
| <i>Tabla 4- 8. Resultados de viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y densidad de la dilución (75%- 25%).</i> | <i>95</i> |
| <i>Tabla 4- 9. Resultados de viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y densidad de la diución (70%- 30%).</i> | <i>97</i> |
| <i>Tabla 4- 10. Comparación de viscosidad y densidad de los resultados de las diluciones realizadas.</i> | <i>99</i> |
| <i>Tabla 4- 11. Ecuaciones que describen el comportamiento de la viscosidad en un rango de temperatura de 45 a 5°C.</i> | <i>102</i> |
| <i>Tabla 4- 12. Resultados de viscosidad por extrapolación de 40°C hasta 5°C.</i> | <i>103</i> |
| <i>Tabla 4- 13. Cálculo de incrementos de viscosidad tomando como referencia la viscosidad a 50°C.</i> | <i>105</i> |
| <i>Tabla 4- 14. Cálculo del incremento de la viscosidad a 30°C con respecto a la viscosidad de Sigma al 100%.</i> | <i>107</i> |
| <i>Tabla 4- 15. Resultados de los estudios TGA del aceite Sigma, aceite Gamma y sus diluciones.</i> | <i>119</i> |
| <i>Tabla 4- 16. Comparación de resultados del estudio del equipo DSC de las diluciones realizadas.....</i> | <i>142.</i> |
| <i>Tabla 4- 17. Resultados obtenidos del equipo Turbiscan.....</i> | <i>145</i> |

Objetivo general

Desarrollar una metodología experimental para evaluar la estabilidad y compatibilidad de mezclas entre aceite ligero y aceite pesado determinando una concentración óptima para fines del mejoramiento del transporte.

Objetivos específicos

- Realizar la caracterización fisicoquímica de un aceite pesado, la cual involucra propiedades de transporte (viscosidad y densidad), análisis de estabilidad de asfaltenos (equipo experimental Turbiscan) así como análisis de Termogravimetría (equipo experimental TGA) y Calorimetría Diferencial de Barrido (equipo experimental DSC).
- Realizar la caracterización fisicoquímica de un aceite ligero, la cual involucra propiedades de transporte (viscosidad y densidad), análisis de estabilidad de asfaltenos (equipo experimental Turbiscan) así como análisis de Termogravimetría (equipo experimental TGA) y Calorimetría Diferencial de Barrido (equipo experimental DSC).
- Realizar la caracterización composicional (análisis cromatográfico extendido hasta C₃₀₊ y SARA) de un aceite pesado, uno ligero y sus mezclas a diferentes concentraciones.
- Estudio de compatibilidad mediante técnicas de TGA, DSC y estabilidad de asfaltenos.

Introducción

La demanda global de petróleo continúa creciendo año con año y el desafío que el mundo tiene planteado para satisfacer su creciente demanda tanto de petróleo como de gas radica en vencer una serie de obstáculos técnicos, económicos, medioambientales y políticos que dificultan la conversión de los recursos y reservas en flujos de producción listos para el consumo.

Aun cuando a nivel mundial se cuenta con un considerable volumen de reservas de hidrocarburos, algunos países, como México, ante la disminución de sus reservas de aceite ligero y con la producción en aumento de aceites pesados y extrapesados, han encontrado una opción viable, desde el punto de vista económico, la mezcla entre aceites de diferente origen, con el objetivo de satisfacer la demanda energética, además de facilitar el transporte a través de las tuberías, ya que la viscosidad de los aceites pesados y extrapesados se reduce considerablemente mediante su dilución con hidrocarburos más ligeros. Sin embargo, no existen abundantes reportes en la literatura de mezclas entre aceites de México.

Es de suma importancia considerar que la mezcla de hidrocarburos bajo ciertas condiciones de proceso (temperatura, presión, composición, régimen de flujo) generará fenómenos de separación y precipitación de asfaltenos, sus componentes de mayor polaridad y peso molecular, lo cual ocasionará pérdidas económicas sumamente importantes, a causa de la reducción progresiva de la producción por el taponamiento de las líneas de transporte.

Desde el punto de vista técnico y aun considerando que los aceites son altamente compatibles entre sí (miscibles), el éxito de realizar las mezclas en campo dependerá del desarrollo de estudios experimentales previos que permitan mejorar el conocimiento sobre el comportamiento de las mezclas, primordialmente en referencia a su compatibilidad y estabilidad.

La compatibilidad de las mezclas de hidrocarburos está en función de la estabilidad de los asfaltenos que se encuentran dispersos en el medio. Estos se encuentran principalmente relacionados con la variación de ciertas condiciones como la temperatura, la presión y la composición. Es importante considerar que no todas las mezclas de hidrocarburos son

susceptibles a la depositación, además de que un alto o bajo contenido de asfaltenos en el medio no representa por sí sólo un factor determinante para su precipitación.

En caso de los aceites pesados de naturaleza química intermedia (parafínica-nafténica), al adicionar un hidrocarburo ligero en ciertas concentraciones de naturaleza química parafínica, favorecerá la precipitación de asfaltenos, a causa de la incompatibilidad entre las corrientes, debido a esto, es de suma importancia determinar la concentración que no genere un efecto desfavorable en la mezcla de hidrocarburos.

Con base en lo anterior, es conveniente que antes de la preparación de las mezclas de hidrocarburos en campo, se realicen estudios de compatibilidad entre las corrientes de aceites involucradas, lo cual permitirá anticipar cualquier problemática relacionada con la precipitación de sólidos orgánicos. En este trabajo se abordará y discutirá la compatibilidad y estabilidad fisicoquímica de mezclas de aceite ligero y aceite pesado, mediante resultados experimentales que se obtuvieron para 7 diluciones entre un aceite pesado y un aceite ligero a diferentes concentraciones (1%, 5%, 10%, 15%, 20%, 25% y 30% de aceite ligero), como lo son viscosidad, densidad y análisis de estabilidad de asfaltenos (Turbiscan) así como los resultados experimentales de técnicas de estabilidad de sólidos, análisis de Calorimetría Diferencial de Barrido y Termogravimetría. Derivado del trabajo experimental se propone una metodología para evaluar la estabilidad y compatibilidad de mezclas entre aceite ligero y aceite pesado determinando una concentración óptima para fines del mejoramiento del transporte.

1. Antecedentes

1.1. Interés estratégico y económico en la explotación de aceite extrapesado

Actualmente, es necesaria la explotación y producción de los recursos no convencionales, debido al incremento de la demanda global de aceite proveniente de los recursos convencionales, los cuales tienen altos ritmos de agotamiento. De acuerdo con los datos estadísticos de BP en 2017 (**Figura 1- 1**), el petróleo continúa siendo el combustible que más se consume en África y América, mientras que en Europa y Eurasia el consumo de gas natural y petróleo es muy similar, y en Medio Oriente domina el gas natural. El carbón es el combustible dominante en la región del Pacífico, el cual representa cerca del 49% del consumo de energía.

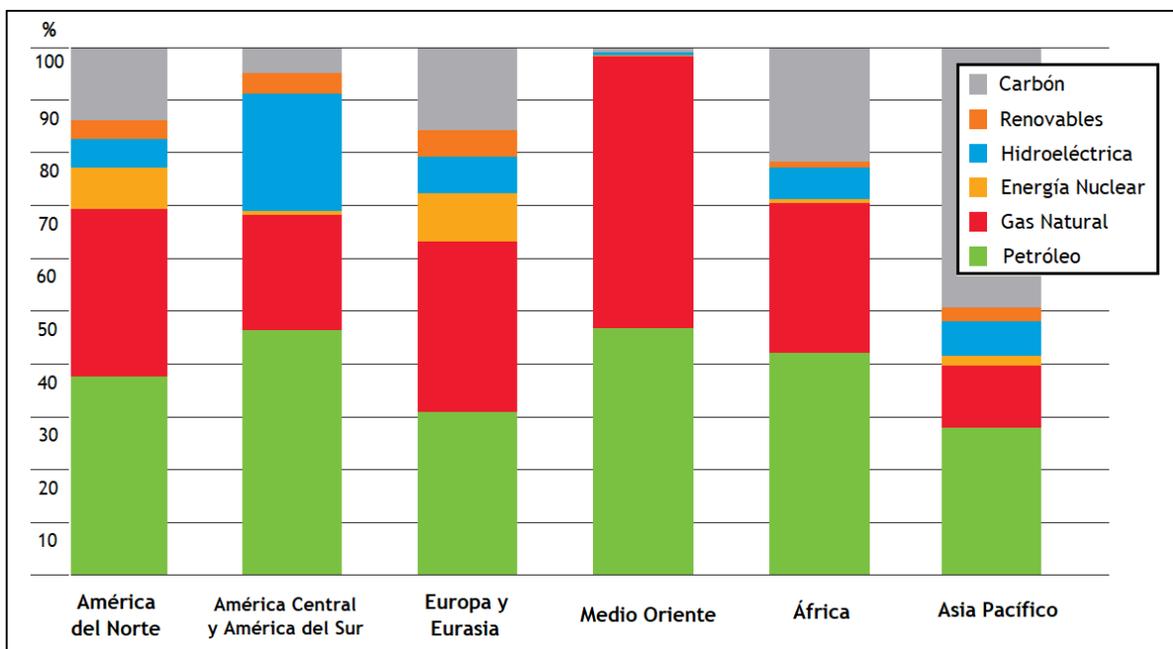


Figura 1- 1. Consumo del tipo de energía por región. (BP, 2017).

Una mayor parte de los recursos de petróleo que el mundo podrá utilizar en el futuro incluyen al aceite pesado y extrapesado, los cuales son considerados recursos no convencionales. Aunque, se han experimentado progresos considerables en la superación de desafíos técnicos y se ha avanzado en la reducción de costos, aún es necesario hacer más eficiente su producción.

Se ha estimado que los recursos in situ de estos dos tipos de hidrocarburos suman cerca de 6 billones de barriles, lo que equivale casi al triple de los recursos de aceite convencional en el mundo, de los cuales entre 1 y 2 billones pueden ser económicamente recuperables (**IEA, 2008**). Los mayores porcentajes de reservas se encuentran en Canadá, Venezuela y China.

Este tipo de hidrocarburos, tiene como característica principal una alta viscosidad y una baja gravedad API, lo cual origina dificultades para su producción. La resistencia al flujo, en el yacimiento y en la tubería de producción, debido a su alta viscosidad, influye negativamente en la producción de aceite pesado y extrapesado. Algunas técnicas de recuperación, como la inyección de agua, no puede aplicarse a yacimientos de aceite pesado, debido a la alta movilidad del agua en comparación con la del aceite pesado.

Otra dificultad asociada con este tipo de aceite es su transporte a través de las tuberías. Una alta concentración de asfáltenos, sal, azufre y diferentes metales como el níquel y el vanadio, causan la formación de un flujo multifásico, con altas caídas de presión y obstrucciones en las tuberías, que son obstáculos para el transporte del aceite pesado a través de las tuberías (**Matrinez-Palou et al., 2011**).

La formación de emulsiones tipo agua en aceite, es otra problemática observada en los aceites pesados. La presencia de agua y contenido de asfáltenos, resinas y ácidos nafténicos, con la contribución de aspectos mecánicos, como estranguladores y válvulas llevan a la acumulación de éstos componentes en la interfase agua-aceite e impiden la formación de fases separadas que resultan en el incremento dramático de la viscosidad (**Hasan et al., 2010**).

Los aceites pesados y extrapesados no pueden ser transportados a través de las tuberías sin que antes exista una reducción en su viscosidad. Por lo que, en ocasiones se logra mezclándolos con hidrocarburos ligeros, condensados, nafta o queroseno. En este caso, la viscosidad resultante de la mezcla depende solamente del grado de dilución y de las viscosidades y densidades respectivas del aceite y del diluyente. Se ha encontrado una relación exponencial entre la viscosidad resultante de la mezcla y la fracción volumen del diluyente, lo cual hace que el método de dilución sea una alternativa viable para su aplicación en campo (**Guevara et al., 2008**).

Desde el punto de vista económico, cualquier mejora en la eficiencia del diluyente podrá resultar benéfico para el transporte de este tipo de aceites, reduciendo la cantidad de diluyente necesario para obtener una viscosidad que logre aumentar la movilidad del aceite.

De acuerdo con la Agencia Internacional de Energía (IEA, 2016), la demanda mundial de energía primaria aumentará un 66% para el 2030, con un incremento promedio por año del 1.7%. Para cubrir esta demanda, será necesario acceder a todas las fuentes de energía, y los hidrocarburos continuaran teniendo un papel importante en el requerimiento de energía mundial, especialmente los hidrocarburos extrapesados. De acuerdo con la IEA, el aceite extrapesado representará el 15% de crecimiento del suministro de petróleo entre el 2000 y el 2030. Actualmente, representan una alta cantidad de recursos hidrocarburos, pero sólo una pequeña parte de la producción mundial de petróleo.

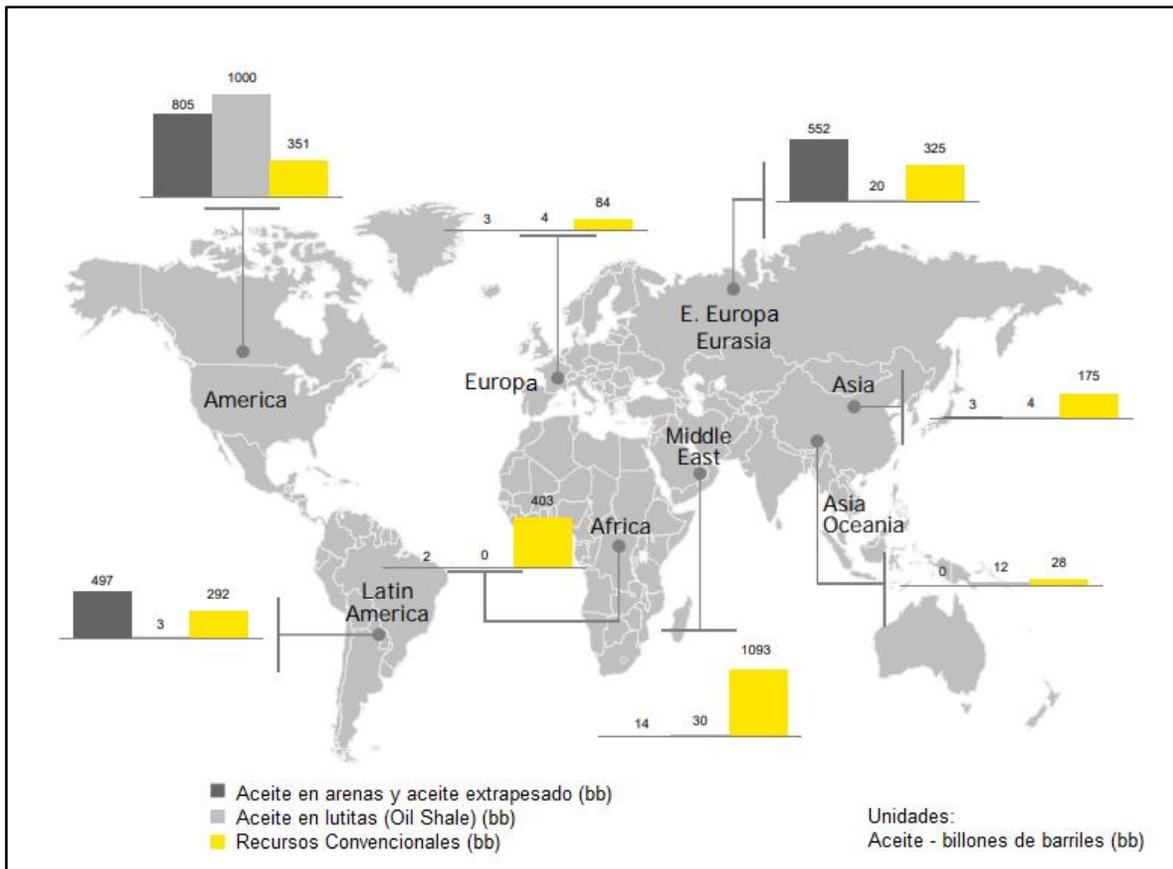


Figura 1- 2. Distribución geográfica del volumen de aceite convencional, aceite en arenas y aceite en lutitas técnicamente recuperable. (IEA, 2016).

Con base en la **Figura 1- 2** se puede concluir que las perspectivas para los suministros nacionales de petróleo pueden mejorar si se incluyen fuentes de petróleo que provengan de los recursos no convencionales. Se observa que en America Latina, Eurasia y los países de América pertenecientes a la OCDE, son los países en donde se encuentran mayores volúmenes de aceite extrapesado, superando el volumen de aceite convencional

De acuerdo con el Anuario Estadístico de 2017 de Petróleos de México (PEMEX), se obtuvo una producción de 1,948 miles de barriles diarios, de los cuales la mayor aportación fue de aceite pesado. Como se muestra en la **Figura 1- 3** el 10.7% de la producción fue de aceite superligero, lo que equivale a 210 mil barriles diarios, el 35.5% corresponde a aceite ligero, que fue de 689 mil barriles diarios y el 53.8% fue producción de aceite pesado, lo que equivale a 1,049 miles de barriles diarios.

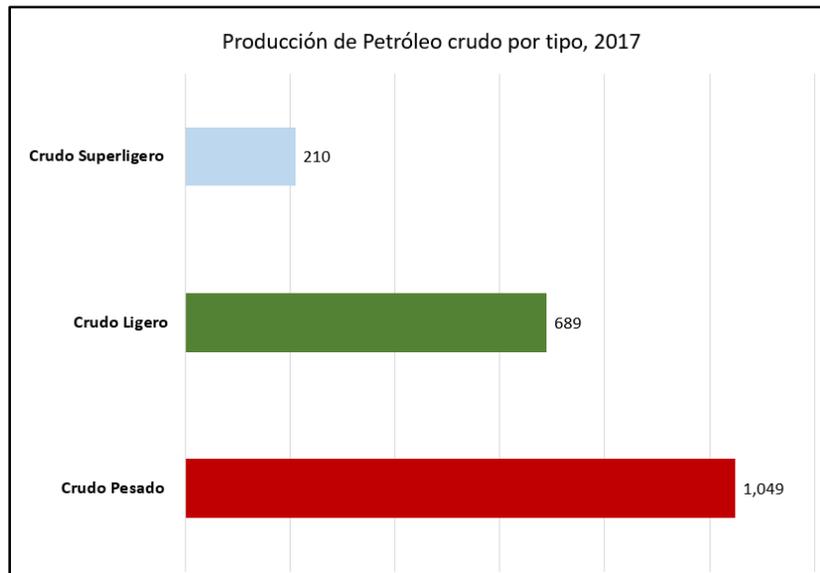


Figura 1- 3. Producción de petróleo crudo en 2017 por el tipo de hidrocarburo. (Pemex, 2017).

1.2. Características de los aceites extrapesados

El aceite es una mezcla de moléculas en estado líquido, sólido y gaseoso que se encuentran en depósitos de rocas localizados en diferentes partes del mundo. La recuperación de aceite de las rocas sedimentarias porosas depende de la eficiencia con la cual el aceite es desplazado por otros fluidos (**Morrow, 1982**). La literatura ha reportado Recuperación Mejorada de Aceite (EOR) con microemulsiones (**Miller y Qutubuddin, 1997**). El comportamiento del flujo del aceite crudo, gas y salmuera en el medio poroso de la roca de

los yacimientos de petróleo es controlado en mayor parte por las interacciones entre las interfaces dentro de los diferentes fluidos. En el caso particular del gas natural, se puede encontrar en una cantidad considerable de yacimientos petroleros, y en algunas ocasiones es el único ocupante de éstos.

Cuando la roca generadora produce aceite, éste no es pesado. Estudios basados en la geoquímica han encontrado que casi todos los aceites originalmente inician con densidades de entre 30 y 40°API, pero el aceite se vuelve pesado después de que sufre una degradación sustancial, la cual ocurre durante la migración y luego del entrapamiento. Esta degradación se produce a través de una variedad de procesos biológicos, químicos y físicos, la cual provoca que el aceite tenga una movilidad casi o totalmente nula, incluso a condiciones de superficie, debido a su alta viscosidad (**Tissot y Welte, 1978**).

El agua de formación también remueve hidrocarburos por solución, eliminando hidrocarburos de menor peso molecular, los cuales son más solubles en agua. El aceite también se degrada por volatilización cuando un sello de pobre calidad permite que las moléculas más livianas se separen y escapen.

Las formaciones productoras de aceite pesado son formaciones geológicamente jóvenes; Pleistoceno, Plioceno y Mioceno. Estos yacimientos tienden a ser someros y poseen sellos menos efectivos, exponiéndolos a condiciones que producen la formación de aceite pesado.

Los aceites pesados se componen principalmente de hidrocarburos alifáticos y aromáticos, además de componentes heteroatómicos y pequeñas cantidades de componentes organometálicos. Existen diversas formas de expresar la composición de un aceite, pero la forma más usada y aceptada, es de acuerdo a sus cuatro fracciones diferentes, saturados, aromáticos, resinas y asfáltenos, que se basan en su peso molecular promedio y polaridad; siendo las últimas dos fracciones las más polares y pesadas.

Los aceites pesados tienen diferentes propiedades físicas y químicas, además de que poseen una mayor viscosidad, también poseen un mayor contenido de metales, azufre y nitrógeno. Clasificándose de la siguiente forma (**www.gob.mx/imp, 2018**):

- Aceite pesado convencional
 - Viscosidad: menor a 1,000 [cp].
 - Gravedad específica: entre 10° y 20° API.
- Aceite extrapesado (aceite pesado no convencional)
 - Viscosidad: entre 1,000 [cp] y 10,000 [cp].
 - Gravedad específica: menor a 10° API.

En la **Figura 1- 4** se observa la región del aceite extrapesado en función de la viscosidad. A pesar de que estos pueden llegar a ser tan pesados como el bitumen natural, este tipo de aceites presentan movilidad para fluir hacia el pozo bajo condiciones de yacimiento, y es posible que se obtenga un cierto volumen con de producción primaria.

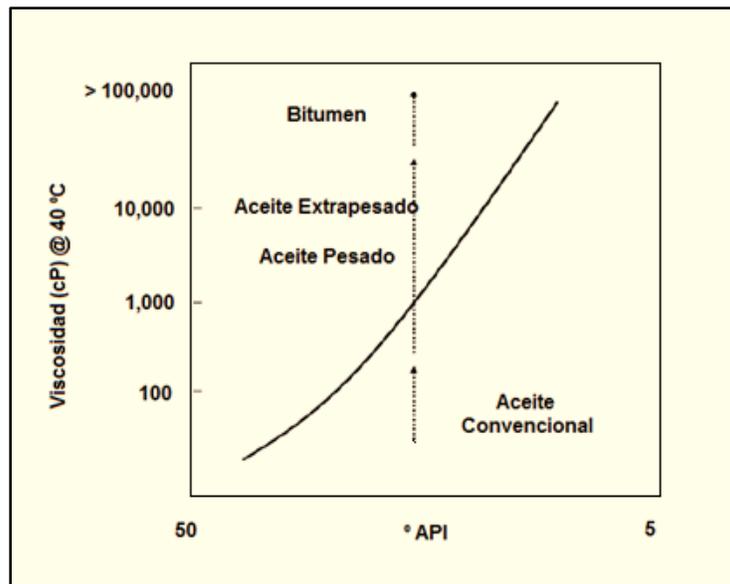


Figura 1- 4. Relación general entre la viscosidad y la densidad API (Thomas, 2008).

Los aceites pesados contienen menor cantidad de componentes ligeros, como parafinas y presentan una alta cantidad de componentes pesados como resinas y asfáltenos; sin embargo, la cantidad de asfáltenos no es la causa principal de su baja densidad API; esto depende de la cantidad y relación entre las fracciones de saturados, aromáticos y resinas.

La concentración de aceite extrapesado conocida como la más importante del mundo se encuentra en la faja petrolífera del Orinoco en Venezuela. A inicios de los 50's se emplearon métodos de Recuperación Mejorada convencional por inyección de vapor para la

producción de este aceite. Pero el desarrollo del aceite extrapesado de la faja petrolífera del Orinoco fue obstaculizado por la falta de infraestructura y capacidad, debido a la ausencia de tecnología de producción. Actualmente, se encuentran experimentando técnicas de inyección de vapor, terminación, sistemas artificiales y separación de agua en Venezuela y en el resto del mundo.

1.2.1. Naturaleza viscosa de los aceites pesados

El aceite es un sistema coloidal compuesto de partículas asfálticas solvatadas entrelazadas en los solventes constituidos por máltenos. La temperatura cambia la calidad del diluyente y modifica la concentración de resinas, el estado inicial de agregación de los asfáltenos y por consiguiente, las propiedades reológicas del sistema. Este comportamiento puede compararse con una solución coloidal polimérica semi – diluida (**Glass, 1989**).

Las altas viscosidades de los aceites pesados se deben principalmente al entrelazamiento de partículas asfálticas. La forma para reducir la viscosidad por dilución del aceite es en efecto, compatible con esta descripción, además de que la dilución reducirá el entrelazamiento a través de la disminución de la fracción peso de los asfáltenos.

1.2.2. Componentes del aceite pesado responsables de su baja fluidez

La relación de la cantidad de resinas y asfáltenos son los responsables de la alta viscosidad del aceite. Sin embargo, existen aceites pesados que tienen composiciones similares, pero un comportamiento reológico diferente, en ese caso la alta viscosidad se debe a la interacción entre las parafinas lineales que forman componentes orgánicos pesados tipo cristales, conocidos como ceras; éstos se conocen como aceites cerosos y pueden encontrarse en algunas partes del mundo como en Brasil, Estados Unidos, el Mar del Norte y China. Para conocer la cantidad de cera que contiene un aceite, se deben de realizar otro tipo de análisis, además del análisis SARA, el cual se basa en una separación selectiva de los componentes debido a su solubilidad (**Espada, 2013**).

En el caso de los aceites que presentan una relación directa entre la composición SARA y que tan pesados son, la cantidad de asfáltenos está directamente relacionada con la alta viscosidad; estos aceites son conocidos como, aceites asfálticos y la mayor cantidad de ellos pueden encontrarse en Canadá (principalmente como arenas bituminosas), Colombia, Venezuela y México. El procesamiento de este tipo de aceites se vuelve complejo debido a

los componentes con un peso molecular alto presente en la mezcla. La misma relación se puede observar en los tipos de aceite que se producen en México, como se puede observar en la **Tabla 1- 1**, se muestran cuatro tipos de aceites en los cuales la cantidad de resinas es sobresaliente.

Tabla 1- 1. Análisis SARA de cuatro tipos de aceites característicos de México (Castro y Vázquez, 2009).

| Aceites de México | | | | |
|---|-----------------|------------------|-------------------|------------------|
| Clasificación del aceite | Mediano | Pesado A | Pesado B | Extrapesado |
| °API | 29.59 | 21.27 | 15.82 | 9.17 |
| Viscosidad cinemática (mm ² s ⁻¹) | 15.46 @ 25°C | 198.56 @ 25°C | 2984.97 @ 25°C | 15.854 @ 50°C |
| Peso Molecular promedio (g/mol) | 240.8 | 314.8 | 378.5 | 507.8 |
| Contenido de cera (% peso) | 3.02 | 3.83 | 4.27 | 3.83 |
| Análisis SARA (% peso) | | | | |
| Saturados | 38.44 | 26.53 | 10.49 | 15.00 |
| Aromáticos | 14.59 | 14.74 | 9.00 | 19.11 |
| Resinas | 41.44 | 47.60 | 64.12 | 46.78 |
| Asfáltenos | 5.53 | 11.13 | 16.39 | 19.11 |

La relación entre el contenido de asfáltenos, alta viscosidad y baja fluidez, se ha estudiado por autores como J-F. Arguillier (2009), L. Barre (2013), F. Brucy (2015), J-L. Dournaux (2009), I. Henaut (2011), R. Bouchard (2011) y Gateau, P. (2014), en el Instituto Francés del Petróleo. Dichos estudios, han revelado que los aceites asfáltenicos presentan dos regiones de acuerdo con el contenido de éstos, lo cual se puede observar en la **Figura 1- 5**. Estas dos regiones corresponden a: a) sistema de dilución y b) sistema de semi – dilución o régimen concentrado que se encuentra separado por una concentración crítica (C*), como se puede observar en el **número 2** del lado derecho de la figura, las moléculas comienzan a unirse formando moléculas de mayor tamaño, esta concentración crítica se encuentra

alrededor del 10% peso de contenido de asfáltenos. Por debajo de la concentración crítica de asfáltenos, en el sistema de dilución, **región a** del lado izquierdo de la figura, la viscosidad es gobernada por la cantidad de resinas, mientras que, por encima de la concentración crítica, en la **región b** del lado derecho de la figura, la viscosidad es afectada por el entrelazado de las estructuras de asfáltenos, como se puede observar en el **número 3** las moléculas comienzan a aglomerarse, dando como resultado el incremento de esta propiedad. Los aceites que se producen en México tienen un contenido de asfáltenos por encima del 8% peso; lo cual significa que en mayor parte del tiempo se encuentran en el sistema concentrado, por lo que se clasifican en aceites asfáltenicos.

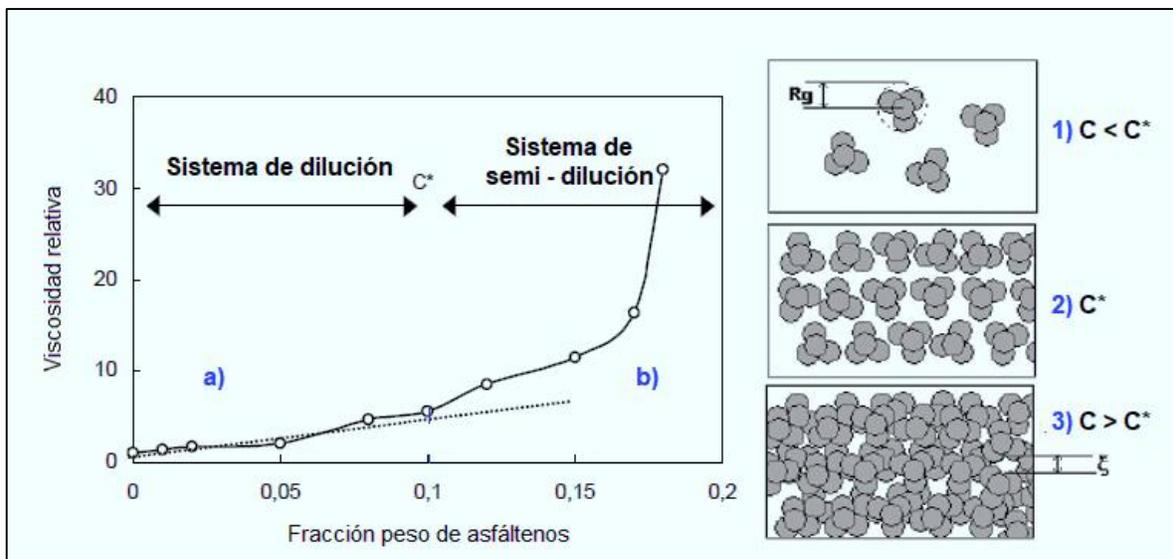


Figura 1- 5. Comportamiento de la viscosidad relativa en función de la fracción peso de asfáltenos a 20°C (Arguillier et al., 2009).

1.2.3. Composición del aceite

Como se ha mencionado anteriormente, en un yacimiento podemos encontrar aceite, gas y salmuera. El principal componente del gas es el metano, pero también se encuentran presentes otros hidrocarburos, como etano, propano y butano. El contenido de azufre, oxígeno y nitrógeno del aceite varía. El contenido de oxígeno y de nitrógeno en el aceite es menor, pero el contenido de azufre puede ser alto, en un rango de 2 – 3% en peso (Roberts, 1997).

El aceite contiene diferentes hidrocarburos y heteroátomos que contienen moléculas. Los componentes y la química de los heteroátomos más comunes que contienen moléculas que

se encuentran en el aceite se muestra en la **Tabla 1- 2**. El contenido de carbono en el aceite crudo varía en un rango de 83–87% en peso y el contenido de hidrógeno de un 10–14%. Existen básicamente dos tipos de hidrocarburos, los saturados y los aromáticos. De acuerdo con la literatura, los hidrocarburos olefínicos usualmente no están presentes en el aceite crudo (**Speight, 2016**). El contenido de azufre puede variar de 0–6% en peso y los compuestos de azufre encontrados en el aceite incluye a los tioles, sulfuros y tiofenos. El contenido de oxígeno en el aceite, generalmente es menor al 2% y los componentes más comunes son los alcoholes, éteres, ácidos y fenoles. También se ha reportado la presencia de cetonas, ésteres y anhídridos. El contenido de nitrógeno en el aceite es menor, entre 0.1–0.9% en peso y las moléculas de nitrógeno más comunes son las piridinas, quínoles, pirroles e índoles.

Tabla 1- 2. Contenido y química de las moléculas heteroátomos encontrados en el aceite crudo (Speight, 2016).

| Contenido | Rango, % peso | Química típica |
|-----------|---------------|--|
| Carbono | 83 – 87 | Hidrocarburos |
| Hidrógeno | 10 – 14 | Hidrocarburos |
| Azufre | 0 – 6 | Tioles, sulfuros, tiofenos |
| Oxígeno | 0 – 2 | Alcoholes, éteres, ácidos, fenoles |
| Nitrógeno | 0 – 0.9 | Piridinas, quínoles, pirroles, índoles |

La proporción de hidrocarburos saturados varia con el tipo de aceite crudo y puede ser alto, 75% en peso, pero decrece incrementando su peso molecular. En la **Tabla 1- 3** se muestra la química de los hidrocarburos saturados y aromáticos encontrados en el aceite crudo.

En 1940 se descubrió que las n-parafinas formaban sólidos que, con la adición de urea, reaccionaban en alcohol metílico en solución. Éstas fueron usadas para separar n-parafinas, de C₆ a C₂₀, de las mezclas de hidrocarburos por filtración.

Cuando existe un incremento en la viscosidad del aceite crudo, su densidad también incrementará. La densidad del aceite expresada en términos de gravedad API, se relaciona con una gravedad específica. Los aceites crudos varían en propiedades y en composición con la edad y también con la ubicación del campo de aceite y sólo algunos crudos son adecuados para producir ciertos productos derivados del petróleo. La variación en las

propiedades del aceite y su composición afecta su estabilidad, propiedades interfaciales y su procesamiento.

Tabla 1- 3. Química de los hidrocarburos encontrados en el Aceite Crudo (Speight, 2016).

| Hidrocarburos | Química | Nombre |
|---------------|-------------------|---------------|
| Saturados | Cadena lineal | n-Parafinas |
| | Cadena ramificada | iso-Parafinas |
| | Alicíclico | Naftenos |
| Aromáticos | 1- anillo | Bencenos |
| | 2 – anillo | Naftaleno |
| | 3 – anillo | Fenantrenos |

1.2.4. Solubilidad

Se considera que el aceite crudo contiene tres fracciones diferentes. La fracción del aceite contiene hidrocarburos, que son las parafinas, naftenos y aromáticos, que contienen azufre, oxígeno y nitrógeno. Los asfáltenos son las fracciones más polares y pesadas del aceite y pueden precipitarse con la adición de diluyentes no polares, como con la nafta con un punto de ebullición bajo, éter de petróleo, *n*-pentano, isopentano, *n*-hexano o *n*-heptano. Los asfáltenos presentes en el aceite se encuentran en forma de micelas que se estabilizan mediante resinas adsorbentes.

Los asfáltenos se definen como una clase de solubilidad que se precipita en los aceites mediante la adición de un exceso de hidrocarburos parafínicos líquidos. Definidos como componentes del aceite no hidrocarburos, los “verdaderos” asfáltenos son insolubles en alcanos con bajo peso molecular, como *n*-pentanos y *n*-heptanos, pero son solubles en benceno y tolueno. En la literatura se ha reportado que el uso de sólidos adsorbentes puede separar aceites en saturados, aromáticos y resinas. La cantidad de aceite que es soluble en *n*-pentano o *n*-heptano se conoce como maltenos y contienen aceite y resinas. El solvente no polar, *n*-heptano es usado para repeler saturados y el benceno o tolueno polares es requerido para repeler aromáticos. La mezcla de benceno y metanol es requerida para repeler las fracciones más polares de los aceites desasfatados, los cuales son resinas (Speight, 2016).

El sílice, que es óxido de silicio, tiene una amplia superficie de área y puede separar moléculas polares y aromáticas del aceite. La alúmina, que es óxido de aluminio, también tiene una amplia superficie de área. Las arcillas minerales también se consideran efectivas en la separación del aceite. Tales como la arcilla Atapulgita, que es un componente natural del sílice y de la alúmina y que también contiene óxido de sodio, potasio, magnesio, calcio y otros metales alcalinotérreos.

Las resinas absorbidas sobre los asfáltenos, son hidrocarburos, los cuales contienen azufre, oxígeno y nitrógeno. Ellos peptizan a los asfáltenos en el aceite (**Ellis y Paul, 2012**).

Las dispersiones coloidales que son claras y transparentes tienen partículas que son menores a 100 nm. Las partículas mayores a 400 nm son opacas y pueden ser visibles bajo el microscopio. Los asfáltenos pueden ser moléculas agregadas o simples, pero, en cualquier caso, no son mayores a 35 nm. Estudios han determinado que las partículas de asfáltenos en el rango de 125 a 400 nm, presentan una pequeña carga positiva y no fueron afectadas por la adición de resinas. La estabilidad coloidal de los asfáltenos es afectada por la relación de aromáticos con saturados y la de resinas con asfáltenos. Un decremento de aromáticos o resinas pueden promover la agregación de asfáltenos (**Pillon, 2008**).

Existe interrelación entre las características de los asfáltenos y el comportamiento de su precipitación durante la precipitación inducida de *n*-heptano (**Ibrahim e Idem, 2014**).

En su estado natural, el aceite contiene 10% en peso de gases disueltos, los cuales se encuentran disueltos por las altas presiones del yacimiento. Cuando el aceite se extrae y pasa a un ambiente de separación gas/aceite de baja presión, el gas natural es liberado y separado del aceite "estabilizado". Los aceites ligeros son susceptibles a la precipitación de asfáltenos conforme la presión reduce durante la producción. Se espera una inestabilidad coloidal de los asfáltenos y su floculación, como un resultado del decremento de la presión del aceite. Conforme la presión se reduce, la cantidad de asfáltenos disueltos en el aceite, se reduce (**Laux et al., 2011**). Al inicio, la influencia de la presencia de floculación de los asfáltenos se calculó en la región de 1 a 300 bar y a temperaturas de 50°C-100°C (**Browarzik et al., 2002**). En la **Tabla 1- 4** se muestra el efecto de la presión del yacimiento en el contenido de metales en los asfáltenos, disueltos en el aceite pesado y precipitados utilizando *n*-heptano.

Tabla 1- 4. Efecto de la presión sobre el contenido de metales insolubles en C₇ (Pasadakis et al., 2008).

| Metales insolubles en C ₇ , ppm | Presión | | | |
|--|-----------|-----------|----------|-----------|
| | 5000 psia | 3000 psia | 783 psia | 14.7 psia |
| Ti, titanio | 258 | 252 | 256 | 370 |
| V, vanadio | 219 | 191 | 199 | 237 |
| Cr, cromo | 27 | 5 | 11 | 38 |
| Mn, manganeso | 18 | 20 | 15 | 53 |
| Fe, hierro | 641 | 699 | 408 | 1151 |
| Ni, níquel | 429 | 385 | 344 | 420 |
| Cu, cobre | 91 | 116 | 88 | 117 |
| Zn, zinc | 47 | 118 | 144 | 226 |
| Ga, galio | 76 | 75 | 70 | 109 |

Cómo se sabe, los asfaltenos son hidrocarburos aromáticos polinucleares condensados y aromáticos que contienen heteroátomos, como el azufre, nitrógeno, oxígeno y metales. Puede quedar libre alguna cantidad de vanadio o níquel entre las moléculas de asfaltenos, conocido como intercalación (Ellis y Paul, 2012).

Los asfaltenos de las muestras de aceite “vivo” contienen gases solubles y las muestras de aceite “muerto” del mismo aceite, son diferentes. Los asfaltenos de las muestras de aceite “vivo” tienen más grupos funcionales y menos saturados (Aquino-Olivos et al., 2003). La gravedad API, la composición, el contenido de metal y el contenido de asfaltenos del aceite varía como se puede observar en la **Tabla 1- 5**. Con un incremento en la viscosidad del aceite, su relación atómica H/C se reduce de 1.79 a 1.69, lo cual indica un incremento en su aromaticidad. El contenido de azufre también se incrementa de 0.99 a 3.57% peso, el contenido de nitrógeno incrementa de 0.23 a 0.35% peso. Con el incremento en la viscosidad del aceite, su contenido de metales también aumenta. El contenido de asfaltenos también incrementa, con el incremento de la viscosidad del aceite. El uso de diferentes solventes parafínicos afecta a la precipitación de asfaltenos y el uso del solvente *n*-heptano lleva a una disminución de C₇ insolubles.

Tabla 1- 5. Composición y contenido de asfáltenos de los diferentes tipos de aceite en México. (Ancheyta, 2002).

| Tipo de Aceite | Olmeca | Istmo | Maya |
|----------------------|--------|-------|------|
| Gravedad API | 38.7 | 33.1 | 21.3 |
| Carbón, % peso | 85.9 | 85.4 | 84 |
| Hidrógeno, % peso | 12.8 | 12.7 | 11.8 |
| Relación H/C | 1.79 | 1.78 | 1.69 |
| Azufre, % peso | 0.99 | 1.45 | 3.57 |
| Nitrógeno, % peso | 0.07 | 0.14 | 0.32 |
| Oxígeno, % peso | 0.23 | 0.33 | 0.35 |
| Níquel, ppm | 2 | 10 | 53 |
| Vanadio, % peso | 8 | 53 | 298 |
| C5 insoluble, % peso | 1.1 | 3.6 | 14.1 |
| C7 insoluble, % peso | 0.8 | 3.3 | 11.3 |

La precipitación de los asfáltenos del aceite puede causar taponamiento del depósito y muchos otros problemas, como taponamiento del pozo, que requerirá de tratamientos costosos y procedimientos de limpieza.

1.2.5. Efecto de la Temperatura

El aceite crudo es una mezcla de hidrocarburos y casi todos los alcanos, mayores a C_{20} , son sólidos a temperatura ambiente. Existe un método de transmitancia de luz para evaluar la temperatura de aparición de ceras (Wax Appearance Temperature, WAT) y la temperatura de desaparición de las ceras (Wax Disappearance Temperature, WDT), de acuerdo al modelo de compuestos de parafina, como $n-C_{24}H_{50}$ y $n-C_{36}H_{74}$ en soluciones de *n*-decano (Wang et al., 2003).

Los puntos de fusión y de ebullición de los hidrocarburos normales incrementan en relación a su peso molecular. Hidrocarburos isómeros tienen el mismo peso molecular, las iso-parafinas, son conocidas por tener puntos de fusión y de ebullición bajos.

La mayoría de los aceites contienen hidrocarburos pesados los cuales precipitan como parafinas. El punto de nube, que es el valor de temperatura en el cual empiezan a formarse cristales de cera en el aceite, será la primera señal de la formación de ceras, mientras que el punto de fluidez (Pour Point, PP) es la menor temperatura a la cual el aceite puede fluir bajo condiciones específicas de prueba. En la literatura existen diferentes técnicas para cuantificar el punto nube de los fluidos, como la temperatura de aparición de ceras (WAT) y la temperatura de precipitación de las ceras (Wax Precipitation Temperature, WPT) (**Hammami et al., 2013**). En Recuperación del aceite se usan las mediciones de punto nube para evaluar el potencial de precipitación de las ceras. Se han utilizado diferentes técnicas basadas en la viscosidad, filtro de obstrucción y calorimetría de escaneo diferencial (DSC) y los resultados han variado (**Coutinho y Daridon, 2005**).

Se ha estudiado el efecto de la distribución del peso de las *n*-parafinas en la precipitación de las ceras de los aceites altamente parafínicos. El alto peso molecular de las parafinas normales es el responsable de la precipitación de las ceras. Mientras que el punto nube indica la primera señal de la formación de ceras, el punto de fluidez del aceite es un indicador de la parafinicidad relativa y la aromaticidad del aceite. Existen muchos métodos usados para comprobar el punto de fluidez de los aceites, como el método ASTM D 97.

Después del calentamiento preliminar, la muestra es enfriada a un punto específico, y se examinan las características de flujo en intervalos de 3°C. La menor temperatura a la cual se observa el movimiento de la muestra, se identifica como el punto de fluidez. Un punto de fluidez bajo del aceite, indica un menor contenido parafínico. Algunos aceites tienen un alto contenido de azufre y fluyen fácilmente, mientras que otros pueden tener un bajo contenido de azufre y tener un alto contenido de ceras.

El aceite es inestable a altas y bajas temperaturas. El residuo de carbono de un aceite, el cual permanece después de su evaporación, varía dependiendo del aceite. Las mediciones de carbono residual han utilizado el método de Carbón Residual Conradson (CCR), el cual requiere un producto petrolífero ponderado para ser calentado a 500°C, bajo una manta de hidrógeno, por un tiempo específico. La muestra sufre una reacción de coque, en donde los componentes volátiles son removidos y el residuo de tipo carbonoso es ponderado y se reporta como porcentaje de la muestra original.

El valor del residuo de carbono de muchos productos del petróleo es usado como un indicador de su tendencia a formar depósitos carbonosos bajo condiciones de degradado. El efecto de la temperatura en el contenido de ceras y carbono residual de diferentes aceites producidos en India, por ejemplo, se muestra en la **Tabla 1- 6**. El contenido de cera presente en el aceite del campo Mukta causa la depositación de ceras en la tubería. Este aceite tiene su punto de fluidez a 27 °C con un contenido de ceras del 9% peso (**Khan et al., 2006**). Otro ejemplo es el aceite producido en el campo Assam, el cual tiene un punto de fluidez mayor a 30 °C con un contenido de ceras mayor del 11% peso (**Kandwal et al., 2013**).

Tabla 1- 6. Efecto de la temperatura en la estabilidad del aceite producido en India (Khan et al., 2006).

| Tipo de Aceite | Mukta | Assam |
|-----------------------------------|--------|--------|
| Densidad a 15°C, g/m ³ | 0.8305 | 0.8498 |
| Gravedad API a 15°C | 38.8 | 34.9 |
| Viscosidad cinética a 40°C | 2.25 | 6.2 |
| Punto de fluidez, °C | 27 | 30 |
| Contenido de Cera, % peso | 9 | 11 |
| Carbono residual, % peso | 0.79 | 1.53 |

Algunos aceites tienen un mayor contenido de ceras y a pesar de un amplio rango de hidrocarburos y otras moléculas orgánicas que se encuentran en el aceite, la diferencia principal entre los aceites no está en el tipo de moléculas, sino en la cantidad relativa de cada tipo que se producen en el aceite (**Prince, 1997**).

El aceite Mukta, que tiene una menor viscosidad, tiene un menor porcentaje de Carbón Residual; en cambio el aceite Assam que tiene una viscosidad mayor, contiene un porcentaje mayor de Carbón Residual.

La predicción de la precipitación de ceras y asfáltenos de los aceites “vivos”, que contienen gases solubles, es afectada debido a su composición, temperatura y presión (**Pillon, 2008**). En algunos casos, mezclar diferentes tipos de aceite y contar con una distribución de peso molecular más amplio, será efectivo para el decremento de su punto nube, lo cual indica un decremento en la tendencia a la precipitación de ceras (**García y Urbina, 2013**).

Durante el flujo en tuberías de un aceite ceroso, la cera se deposita provocando la reducción de la capacidad de la tubería y es necesario incrementar la presión de bombeo. La depositación de ceras en los pozos de producción conlleva a la obstrucción del sistema de flujo de los fluidos y se han desarrollado modelos de predicción (**Ramírez-Jaramillo et al., 2001**).

2. Estado del Arte

2.1. Tecnologías para el transporte en tuberías

Debido a la alta viscosidad de los aceites extrapesados, estos no pueden transportarse a través de tuberías convencionales y requieren tratamientos adicionales. Estas soluciones consisten en reducir su viscosidad, por medio del calentamiento, la dilución, crear emulsiones aceite en agua o disminuir la fricción que se genera en la tubería, con flujo anular central. A continuación, se describe brevemente cada una de las soluciones.

2.1.1. Tratamientos de calentamiento

Conforme la viscosidad se reduce con el incremento de la temperatura, el calentamiento es un método atractivo para mejorar las propiedades de los aceites pesados. Siempre es considerado como un proceso posible para reducir la viscosidad de los aceites pesados. Un ejemplo famoso es la tubería Alyeska en Alaska, la cual transporta aceite a aproximadamente 50°C. Sin embargo, el diseño de la tubería a esa temperatura no es fácil (**Guevara et al., 2008**), es necesario hacer diferentes consideraciones: la expansión de las tuberías, el número de estaciones de calentamiento/bombeo, y las pérdidas de calor, entre otros. Otras cuestiones importantes son los altos costos de transporte y la corrosión interna de la tubería que incrementa debido a la temperatura, las propiedades químicas del aceite y la interacción óxido-reductiva entre el metal, el ambiente o el agua. Además, se ha demostrado que el tratamiento por calentamiento induce cambios en la estructura coloidal del aceite y empeoran sus propiedades reológicas (**Evdokimov, 2015**).

2.1.2. Emulsión

El método de emulsión consiste en dispersar el aceite pesado en agua, en forma de gotas estabilizadas por surfactantes, promoviendo así una reducción importante en la viscosidad. De acuerdo con **Rimmer, 2002**, una emulsión típica se compone de 70% de aceite, 30% de la fase acuosa y 500 – 2000 ppm de aditivos químicos. La emulsión resultante tiene una viscosidad dentro del rango de 50 – 200 cP, a condiciones de operación de la tubería, como se observa en la **Figura 2- 1** y es particularmente estable. Este método es aplicado en Venezuela con el producto de comercialización ORIMULSION (**Layrisse, 1999**), una emulsión vendida como combustible para plantas de energía eléctrica. La recuperación de

aceite para su posterior procesamiento implica el rompimiento de la emulsión y este proceso no está disponible. Aún se tienen que resolver las problemáticas relacionadas con reciclar el agua.

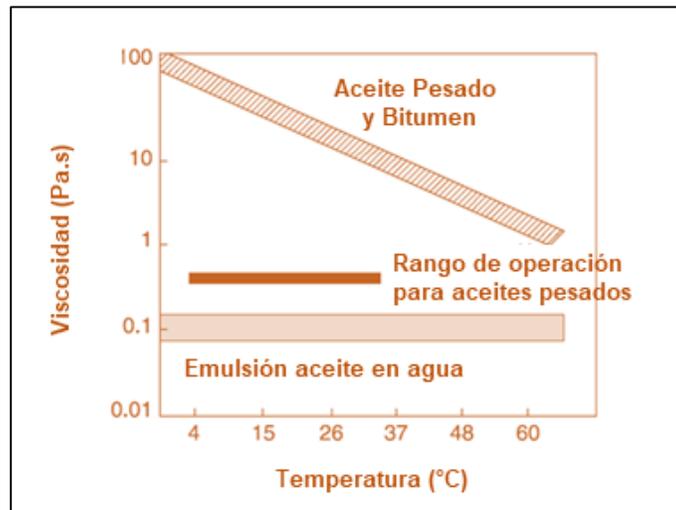


Figura 2- 1. Reducción de las viscosidades del aceite pesado y bitumen mediante la creación de emulsión aceite en agua (Gerez y Pick, 2006).

2.1.3. Flujo Anular Central

El flujo de forma anular central puede ser un método atractivo para el transporte de aceites con alta viscosidad. En este método de transporte, una película de agua rodea el núcleo de aceite y actúa como un lubricante, para que de esta manera la presión de bombeo necesaria para el flujo lubricado sea comparado como si se tratase de flujo de agua, en la **Figura 2- 2** se esquematiza este método.

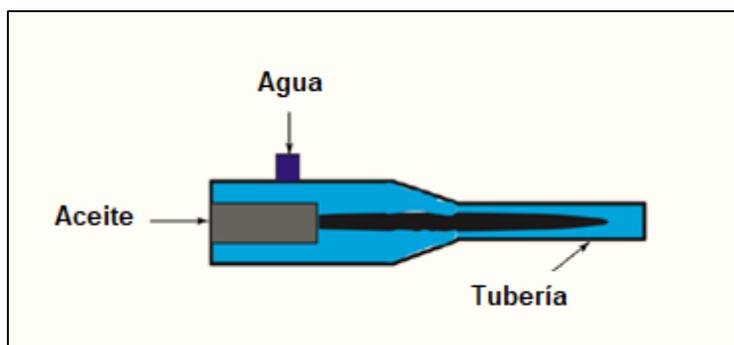


Figura 2- 2. Esquema del diseño de la tubería que permite un flujo de forma anular central para aceites pesados después de un paro (Zagustin et al., 1988).

Las fracciones de agua se encuentran entre el rango de 10 al 30%. Se han llevado a cabo estudios teóricos, pruebas de laboratorio y pruebas de campo que han mostrado que la configuración del flujo anular centrado aplicado a aceites pesados es estable. Sin embargo, solo se conocen dos aplicaciones industriales de esta tecnología (**Ahmed, 2013**):

- 1) La línea de Shell de 38.6 km del norte del yacimiento Midway Sunset a las instalaciones centrales en Ten Sunset, en California, la línea fue operada durante 12 años.
- 2) La línea de 55 km de San Diego a Budare, en Venezuela, usada para transportar aceite extrapesado Zuata de 9.6° API.

El principal problema de esta tecnología es que el aceite tiende a adherirse a las paredes, promoviendo la restricción y eventualmente bloqueando el sistema de flujo. Este tipo de dificultad puede ser altamente considerable durante los paros operacionales permitiendo la estratificación del aceite y del agua, y requerir presiones mayores de reinicio de la operación.

El flujo anular es estable para un amplio rango de velocidades, la eficiencia en la reducción de la fricción aumenta en base a la velocidad de flujo. Modificando la mojabilidad del agua con la tubería, se puede mejorar el efecto anular y la alta viscosidad retrasa la deformación del flujo central de aceite, proporcionándole estabilidad.

2.1.4. Dilución

Un método eficiente para promover el transporte de los aceites pesados es mediante su mezclado con un hidrocarburo ligero, como condensado, nafta, queroseno y aceites ligeros. De acuerdo con **Guevara et al., 2008**, existe una relación exponencial entre la viscosidad resultante de la mezcla y la fracción volumen del diluyente, como se presenta en la **Figura 2- 3**, lo cual hace que el método de dilución sea altamente eficiente.

Una cantidad de diluyente, entre el 20 al 30% es suficiente para evitar altas caídas de presión o la necesidad de incrementar la temperatura. Sin embargo, implica una mayor capacidad de las tuberías, esto sin considerar los volúmenes necesarios del diluyente (**Crandall y Wise,1994**).

La dilución del aceite también puede facilitar ciertas operaciones como la deshidratación y el desalado. Cuando hay disponibilidad de condensados o aceites ligeros para transportar

aceites pesados o extrapesados por las tuberías, se recurre a la dilución. Sin embargo, requiere de estudios e investigaciones del bombeo y de las tuberías, para incrementar el volumen de transporte y la necesidad de separar el disolvente, procesarlo y regresarlo al lugar de la producción de aceite (**Martinez-Palou et al., 2011**); por lo que el reciclado del diluyente podría representar una amplia solución, pero requeriría de una mayor inversión para instalar tuberías adicionales.

Es de suma importancia calcular el volumen de diluyente que será capaz de reducir la concentración de asfáltenos cercana a la concentración crítica, C^* , por ejemplo, aquella que será el límite para entrar al régimen de dilución. Asumiendo que, la estructura de las partículas de asfáltenos no cambia durante la dilución, los cálculos muestran que se alcanza un 10% peso de asfáltenos (C^*).

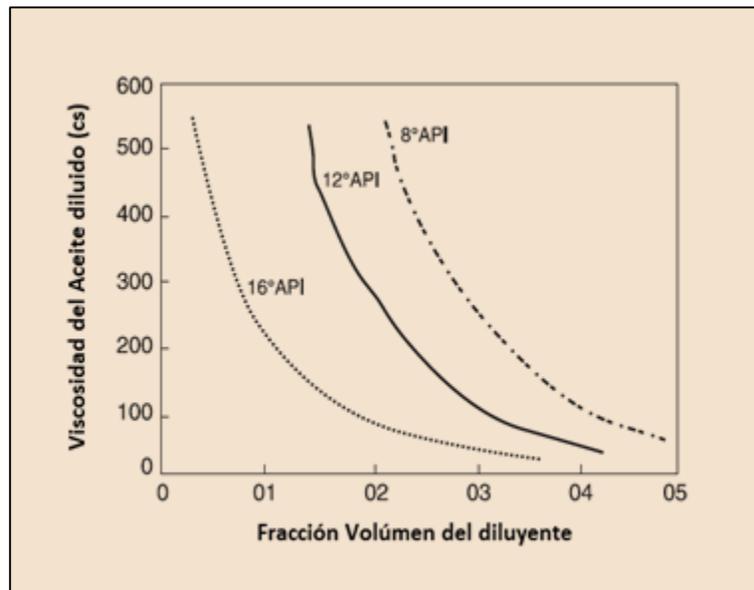


Figura 2- 3. Efecto de la dilución de un aceite viscoso con un condensado de diferentes gravedades API (Saniere et al., 2014).

En referencia a la dilución por baja viscosidad de los hidrocarburos, es importante resaltar que, en las pruebas de dilución, no se ha detectado floculación y todos los sistemas presentan un comportamiento Newtoniano en los rangos de esfuerzos cortantes que se han estudiado (desde 0.01 s^{-1} y mayor a 1000 s^{-1}), (**Saniere et al., 2014**) .

Debido a la medición de la viscosidad de las mezclas (máltenos en el diluyente), que son máltenos diluidos en nafta, se puede determinar la viscosidad relativa del aceite diluido y

comparar las curvas obtenidas cuando se recombinan los asfáltenos en máltenos y cuando se diluye el aceite original. Los resultados se pueden observar en la **Figura 2- 4**. La superposición de las curvas confirma que la dilución por cortes de hidrocarburos no modifica la estructura de asfáltenos solvatados y reduce la viscosidad solamente por un efecto de dilución.

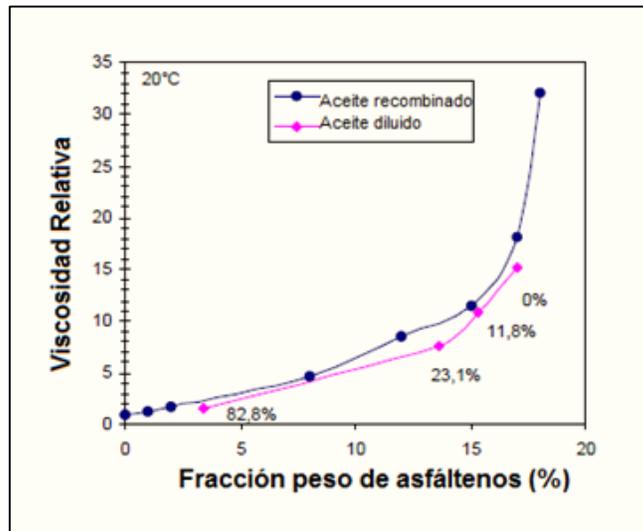


Figura 2- 4. Comparación de las viscosidades relativas de aceite recombinado y diluido (Argillier et al., 2016).

- Influencia de la concentración del diluyente

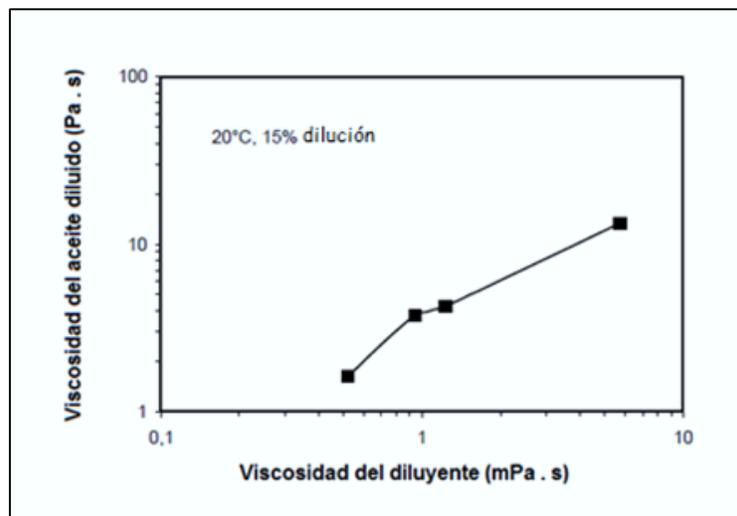


Figura 2- 5. Relación entre la eficiencia de dilución y la viscosidad de diluyentes de hidrocarburos ligeros (Argillier et al., 2016).

- La viscosidad disminuye exponencialmente con la fracción de diluyente.
- Se contribuye a la reducción de la viscosidad cuando el diluyente tiene una viscosidad baja. La **Figura 2- 5** muestra que la eficiencia de reducción de viscosidad es casi proporcional a la viscosidad del diluyente, cuando el diluyente tiene una viscosidad menor a 1 mPa.s.
- No existe una relación directa entre la aromaticidad del diluyente y la eficiencia de dilución.
- Influencia de la aromaticidad del diluyente

Para realizar la investigación del efecto de la aromaticidad en la eficiencia de la reducción de viscosidad por dilución, se han llevado a cabo diluciones con mezclas de nafta con diferentes porcentajes de tolueno. Los resultados de las pruebas han concluido que al incrementar la aromaticidad del diluyente no mejora la eficiencia de dilución (**Argillier et al., 2016**).

Una ventaja al utilizar un diluyente aromático es el retraso del inicio de la floculación de asfáltenos. Sin embargo, para los aceites pesados, se ha tenido problema con la presencia de asfáltenos en el aceite como si estuvieran en un excelente diluyente y comenzaran la floculación después de la adición de una alta cantidad de solvente “malo”. Por ejemplo, en pruebas llevadas a cabo en un aceite de Venezuela, fue necesaria la adición de más de 60% de heptano para observar el inicio de la floculación de los asfáltenos (**Ahmed, 2013**).

- **Influencia de la temperatura**

Estudios que se han realizado en el aceite pesado de Venezuela diluido con nafta en relación a su temperatura, como se observa en la **Figura 2- 6**, muestra que el efecto es más importante a una temperatura baja.

La influencia de la temperatura puede analizarse usando un parámetro de reducción de viscosidad (**Gonzalo-Rojas, et al., 1997**). Este parámetro permite comparar la eficiencia de los diluyentes a diferentes temperaturas, independientemente de la variación de la viscosidad del aceite con la temperatura. Este parámetro se define como:

$$\text{Reducción de la viscosidad}(c, T) = 100 \times \left(1 - \frac{\eta(c, T)}{\eta(0, T)}\right) \dots \text{Ec. 2.1}$$

Donde:

η = viscosidad, (Pa . s)

c = concentración del diluyente, (% volumen)

T = temperatura (K)

El subíndice 0 en el denominador hace referencia a las condiciones iniciales de viscosidad del aceite, a una cierta temperatura, al que se requiere disminuir su viscosidad. La viscosidad, a una cierta temperatura, del numerador hace referencia a la del diluyente.

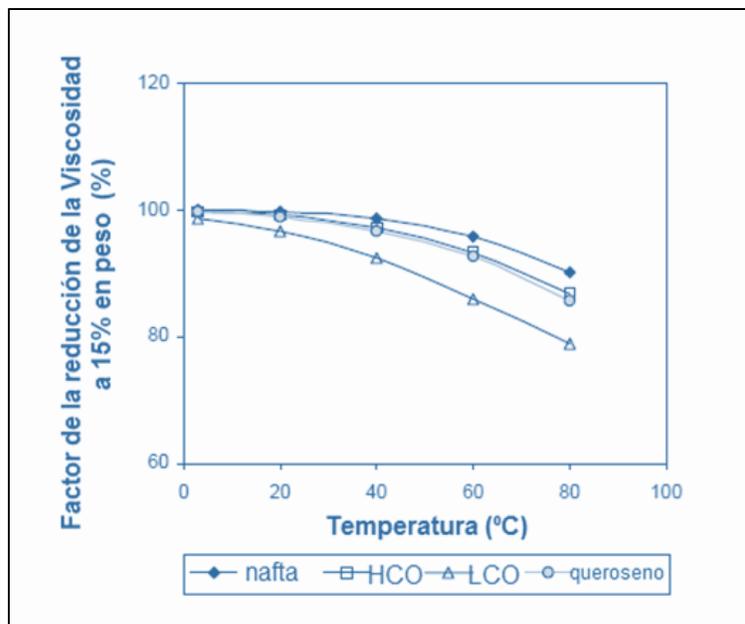


Figura 2- 6. Influencia de la temperatura en la reducción de la viscosidad de diferentes hidrocarburos de baja viscosidad (Argillier et al., 2009).

La evolución de la reducción de la viscosidad a un 15% de dilución en función de la temperatura muestra la misma tendencia para los otros diluyentes hidrocarburos de baja viscosidad, nafta, queroseno y el ácido carbónico (HCO). La eficiencia del diluyente es mayor a bajas temperaturas. Cabe destacar que, al comparar el efecto de los diluyentes, la reducción de la viscosidad aún depende de la viscosidad del diluyente (**Argillier et al., 2009**).

- **Influencia de la química del diluyente**

Con el objeto de investigar el papel que desempeña la química del diluyente, particularmente las propiedades de polaridad, se han probado alcoholes como diluyentes. Sin embargo, debido a razones económicas y de disponibilidad, la dilución con alcoholes, no se lleva a cabo.

Los alcoholes son más polares que los solventes más comunes. Una mayor polaridad puede tener un mejor efecto en la estructura de las partículas coloidales de asfaltenos (**Argillier et al., 2016**).

Las pruebas que se han realizado son con alcoholes con cadenas de carbono de diferentes longitudes. En los experimentos que se han realizado con alcoholes más ligeros que el butanol, se han observado problemas de miscibilidad. Por lo que solo se presentan resultados para butanol hasta octanol, ya que se observó que con la adición de estos alcoholes no se produce separación de fases (**Ahmed, 2013**).

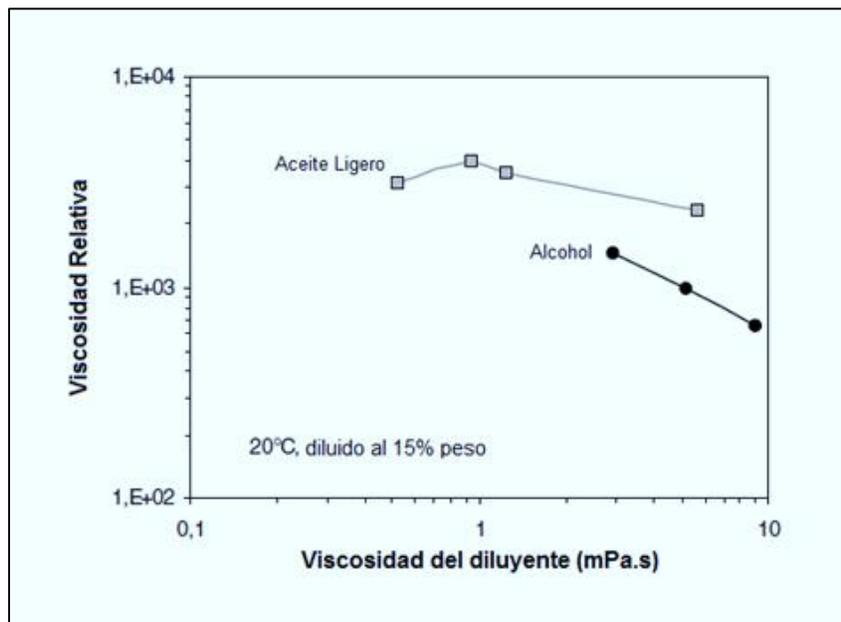


Figura 2- 7. Comparación entre aceite ligero y alcohol como diluyentes (Hasan et al., 2010).

En la **Figura 2- 7** se muestran resultados de estudios que se han llevado a cabo por **Hasan et al., 2010**, en donde se puede observar que además del efecto de dilución, existe otro mecanismo de reducción de viscosidad con el uso de alcoholes de mayor efectividad que

la dilución con aceite ligero. Se concluyó que esto ocurre por las interacciones entre las funciones químicas OH del alcohol y las funciones polares de los asfáltenos.

2.2. Estabilidad de fluido

Los fluidos, por definición, son sistemas que fluyen cuando se someten a un esfuerzo. Cada tipo de fluido tiene su propio comportamiento cuando se someten a un determinado esfuerzo. Cuando un fluido tiene una fase uniforme, como una solución o una sustancia pura, se considera un fluido simple (**Franck, 2016**). Los fluidos que contienen más de una fase, como partículas sólidas dispersas en un líquido, partículas de gas o una emulsión inmisible de líquidos, se consideran como fluidos estructurados, debido a que su comportamiento geológico en general es dominado por las interacciones de sus componentes.

Existen muchos factores que afectan la estabilidad de los fluidos estructurados. La viscosidad de la fase líquida en las dispersiones es una de las propiedades del fluido más importante. Las dispersiones tienen variaciones en su comportamiento dependiendo del tamaño de las partículas, la concentración y cualquier atracción con la fase continua en la cual están suspendidas. Cuando hay una fuerza electrostática repulsiva entre las partículas, estas no se asientan rápidamente, sino que forman una estructura de red que estabilizará la suspensión, en caso de que no sufra perturbaciones. El movimiento Browniano o esfuerzo cortante puede destruir esta delicada estructura y descomponer la viscosidad de los fluidos.

Los fluidos estructurados no obedecen una correlación lineal simple entre el esfuerzo aplicado y el flujo (comportamiento Newtoniano). La disminución de esfuerzo de corte comienza a ser progresivamente mayor conforme la concentración volumen de partículas incrementa. Para concentraciones con alto contenido de sólidos, la región de viscosidad con esfuerzo de corte de baja velocidad desaparece completamente, debido a que el material está cediendo.

Algunos materiales muestran un incremento en la viscosidad, después de la región de disminución de esfuerzo de corte, debido al reordenamiento de la estructura como resultado del esfuerzo de corte aplicado. Esto se conoce como aumento del esfuerzo de corte por flujo.

Los fluidos estructurados no fluirán a menos de que alcancen un nivel crítico de corte, llamado rendimiento de esfuerzo; debajo del cual el material es totalmente elástico y por encima del cual la estructura del material se rompe y fluye. En producción, el rendimiento del esfuerzo determina la fuerza necesaria para comenzar a bombear el fluido a través de la tubería o llenar un contenedor.

Como se mencionó anteriormente, el aceite es un sistema coloidal, por lo que cuentan con dos tipos de propiedades (**Wang, 2003**):

- 1) Propiedades Constitutivas: Son aquellas que dependen de la naturaleza de las partículas disueltas, como, por ejemplo, la viscosidad, la densidad, la resistividad, entre otras.
- 2) Propiedades Coligativas: Son aquellas que dependen del número de partículas disueltas en una cantidad fija de disolvente, en este caso aceite pesado y no de la naturaleza de estas partículas, como, por ejemplo, el descenso de la presión de vapor, el aumento del punto de ebullición, la disminución del punto de congelación y la presión osmótica.

Para garantizar que una mezcla de fluidos sea estable, las propiedades anteriores deben permanecer constantes a lo largo del tiempo para que no se genere un efecto desfavorable, lo cual garantizará que sus propiedades sean iguales en todas las direcciones, asegurando que en cualquier punto que se realice la medición, esta medición tendrá el mismo valor.

Tabla 2- 1. Factores que afectan la estabilidad del aceite (Speight, 2016).

| Propiedades del Aceite | Inestabilidad del Aceite |
|-------------------------------|--|
| Gravedad API | Baja gravedad API, alto contenido de asfaltenos |
| Viscosidad | Alta viscosidad, alto contenido de asfaltenos |
| Relación asfaltenos / resinas | > 1, el aceite es estable < 1, el aceite es inestable |
| Contenido de heteroátomos | Proporciona polaridad Reacción preferencial con oxígeno |
| Oxidación | Cambia la composición de los grupos funcionales |

La estabilidad del sistema de suspensión coloidal se relaciona con la proporción de resinas y asfaltenos, ya que las resinas interrumpen el enlace de hidrógeno intermolecular que causa una reducción al grado de agregación de las partículas de asfaltenos. Una proporción de asfaltenos y resinas de 1.25 o mayor, será un indicativo de que el aceite es estable. En la **Tabla 2- 1** se presentan los principales factores que afectan la estabilidad del aceite.

La inestabilidad del aceite y de los productos químicos puede ser causada por reacciones químicas degradativas como la oxidación, en operaciones de refinería como en puntos de almacenamiento en presencia de oxígeno. La incorporación de oxígeno a las moléculas pesadas, particularmente a los asfaltenos, incrementa notablemente su polaridad y en consecuencia su tendencia a que estos se agreguen; el aumento del peso molecular de los agregados asfálticos propiciará su aglomeración y precipitación (**Delgado, 2015**).

La exposición a elevadas temperaturas puede generar inestabilidad térmica, debido al inicio de reacciones en cadena como la polimerización y la oxidación acelerada, en la mayoría de los casos catalizadas por metales (**Saniere et al., 2014**).

2.3. Compatibilidad de fluidos

La aparición de sólidos o sedimentos (comúnmente asfaltenos) en fluidos petroleros en un periodo de tiempo determinado por efecto de reacciones químicas, se conoce como inestabilidad, mientras que si este precipitado aparece como resultado de la mezcla de dos o más fluidos líquidos, orientados a mejorar una propiedad específica del aceite, debido al cambio de aromaticidad del medio como una función del tiempo, se utiliza el término de incompatibilidad (**Delgado, 2015**).

La inestabilidad y la compatibilidad se caracterizan por la separación de fases y pueden manifestarse como (**Saniere et al., 2014**):

- a) Precipitación de partículas carbonosas o partículas inorgánicas en solventes aromáticos
- b) Separación de material parafinico o ceras
- c) Precipitación de productos de oxidación o polimerización
- d) Precipitación de asfaltenos

Si se diluye el aceite o algún residuo pesado con solventes o fracciones de hidrocarburos para disminuir su viscosidad y facilitar el transporte, cambia la composición del medio, pudiendo disminuir su aromaticidad y en consecuencia la solubilidad de los agregados (micelas) asfaltenicos, estimulando su depositación. Los solventes carentes de aromaticidad o con alta parafinidad disminuyen la peptización de los asfaltenos en el aceite o fracción.

La presencia de heteroátomos (S, O, N) y compuestos insaturados (olefinas) se relaciona con la inestabilidad e incompatibilidad de los hidrocarburos; en el primer caso la inestabilidad se debe a la polaridad de los grupos funcionales que involucran tales átomos y en el caso de la incompatibilidad se debe a la elevada reactividad de la familia orgánica de los compuestos insaturados y su tendencia a formar gomas y sedimentos. Del mismo modo, la presencia de aditivos en los combustibles puede causar una sinergia negativa en los procesos de mezclado, originando precipitación de fracciones presentes o generando nuevos compuestos que se separan como una fase independiente.

Otra clase de interacciones atractivas entre moléculas que pueden intervenir paralelamente a las reacciones químicas y afectar la inestabilidad e incompatibilidad pueden ser:

- Interacciones específicas tipo puentes de hidrógeno y fenómenos tipo donador-receptor de electrones.
- Interacciones tipo fuerzas de dispersión y dipolo-dipolo.
- Cualquier efecto debido a la forma y tamaño de las moléculas.

De acuerdo con **Speight, 2016**, los fenómenos de inestabilidad e incompatibilidad de los aceites pueden relacionarse con algunas de sus propiedades fisicoquímicas como:

i. Composición elemental

La presencia de heteroátomos puede afectar la estabilidad de los hidrocarburos y sus mezclas. Con elevadas concentraciones de nitrógeno y azufre incrementa la tendencia a la formación de lodos y separación de fases.

ii. Densidad y gravedad específica

Los aceites con altas densidades (valores menores de gravedad API) son susceptibles a formar lodos o formar precipitados, debido al elevado contenido de fracciones polares y componentes pesados.

iii. Volatilidad

El incremento en el contenido de fracciones pesadas reduce la volatilidad del aceite, lo que provoca rangos elevados de ebullición. Por lo que, los aceites pesados poseen mayor contenido de fracciones con un punto de ebullición elevado (e incluso no destilables) que aumentan su inestabilidad en condiciones de almacenamiento en relación con los aceites ligeros.

iv. Viscosidad

Por lo general, la viscosidad se incrementa con el aumento en su peso molecular promedio o por la presencia de grupos polares que incrementan las interacciones intermoleculares. En condiciones de almacenamiento, el incremento de esta propiedad puede deberse a la disolución en el medio de productos de degradación térmica o química, es decir, será un indicativo de inestabilidad o incompatibilidad aún cuando no sea evidente la presencia de lodos o sólidos.

v. Contenido de asfaltenos

Los asfaltenos se encuentran dispersos en el aceite en forma de nanoestructuras estabilizadas por resinas. Algún cambio en el ambiente fisicoquímico (temperatura, presión o composición) del medio, puede inducir la agregación y posteriormente la precipitación de los asfaltenos.

vi. Punto de fluidez

El punto de fluidez, como se mencionó anteriormente, es la mínima temperatura a la cual el aceite fluye y su valor es proporcional al contenido de parafinas y ceras en el fluido. Por lo que, los fluidos con un punto de fluidez mayor, tendrán una mayor tendencia a la precipitación de parafinas o ceras y a la formación de lodos (**Rodríguez y Castañeda, 2011**).

vii. Acidez

Este parámetro indica la cantidad de ácidos orgánicos presentes en el aceite. La presencia de grupos ácidos (nafténicos, tioles, mercaptanos) incrementan la polaridad de las fracciones pesadas del aceite, inducen su interacción y agregación, y finalmente su precipitación. Los valores de acidez elevados (mayores a 0.15) incrementan la tendencia a la inestabilidad e incompatibilidad.

viii. Contenido de metales

Algunos metales como níquel, vanadio, sodio, hierro y silicio se determinan como cenizas de combustión. Un contenido de metales mayor a 200 ppm se considera elevado, lo cual incrementa la probabilidad de inestabilidad e incompatibilidad.

ix. Contenido de agua y sales

En Refinería se requiere que el aceite contenga menos del 1% de agua, hasta 20 libras de sal por 1000 barriles de aceite y un contenido de sedimentos básicos y agua (BS&W) del 0.5%. Conforme aumenta el contenido de agua y de BS&W, también aumenta la velocidad de formación de lodos y la separación de fases en aceites a condiciones de almacenamiento.

Existen algunos métodos para determinar la presencia de inestabilidad o compatibilidad o para comparar la estabilidad relativa de diversos aceites y derivados bajo ciertas condiciones de operación. Los siguientes métodos son los más comunes (**Saniere et al., 2014**):

- Prueba de compatibilidad de la mancha
- Prueba de estabilidad térmica
- Prueba de filtración en caliente, que determina la existencia o potencial de formación de lodos
- Velocidad de incremento de viscosidad para muestras de combustibles residuales almacenadas a varias temperaturas con y sin exposición al aire

Por lo anterior, se requiere de una metodología que defina los pasos a seguir para realizar estudios de compatibilidad y estabilidad fisicoquímica de mezclas de aceite ligero y pesado.

3. Metodología experimental para el estudio de la Estabilidad y Compatibilidad de mezclas de los aceites seleccionados

En el capítulo anterior se presentaron cuatro tecnologías para el transporte en tuberías para los aceites pesados y extrapesados debido a la problemática que presentan por su alta viscosidad. Estas tecnologías se aplican en algunas partes del mundo, siendo opciones viables que solucionan la problemática, pero también cuentan con desventajas, debido a lo anterior, la tecnología de dilución presenta ciertas ventajas que hace que sea la mejor opción para resolver esta problemática, ya que se promueve el transporte de los hidrocarburos pesados y extrapesados mediante su mezclado con hidrocarburos ligeros, como condensados, nafta, queroseno y aceites ligeros; asegurando la estabilidad de los hidrocarburos para que sus propiedades fisicoquímicas permanezcan constantes a lo largo del tiempo, así como la compatibilidad, para que al mezclar dos hidrocarburos no se generen efectos contraproducentes que impacten en el punto de cristalización de las parafinas o la precipitación de asfaltenos.

En este capítulo se describe la metodología experimental que incluye la caracterización de las muestras de aceites y sus diferentes mezclas (viscosidad y densidad, estudios termogravimétricos (TGA), estudios de calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) y análisis de estabilidad). En la **Figura 3- 1** se presenta la metodología propuesta para el estudio de la compatibilidad y estabilidad de mezclas de aceite pesado y aceite ligero en diferentes concentraciones de dilución. Se realizó la preparación de las diluciones de las mezclas de aceite extrapesado, (aceite Sigma) con concentraciones del 1%, 5%, 10%, 15%, 20%, 25% y 30% de un aceite ligero (aceite Gamma).

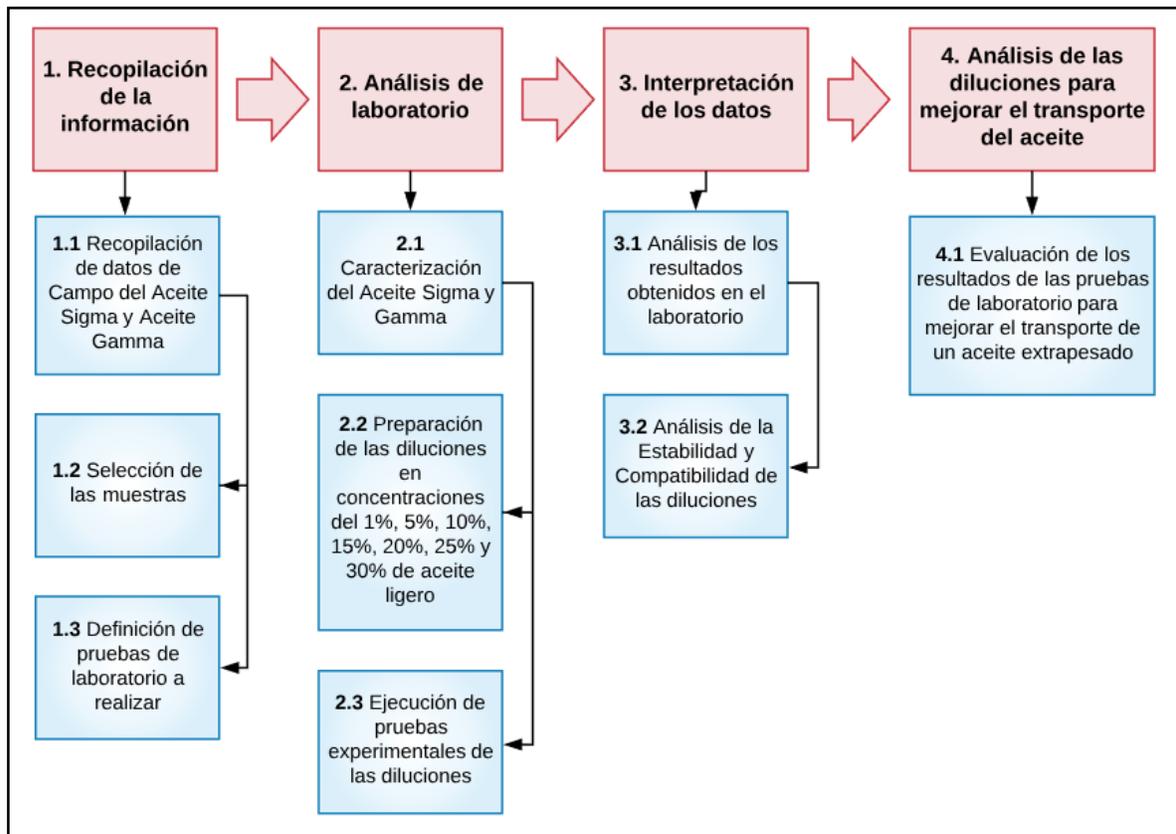


Figura 3- 1. Metodología para realizar los estudios de compatibilidad y estabilidad de aceites ligero y pesado.

3.1. Descripción de la metodología propuesta

El trabajo se enfoca en el estudio de las propiedades de estabilidad y compatibilidad de las diluciones entre un aceite extrapesado y un aceite ligero, a diferentes concentraciones, aplicadas para la evaluación de la reducción de la viscosidad para mejorar las propiedades de transporte para su transporte en superficie.

En el punto 1.1 se llevó a cabo la búsqueda de la información de los aceites Sigma y Gamma, para conocer sus grados API, identificar si los pozos también contaban con producción de gas y/o agua para determinar si era necesario realizarles pruebas adicionales a las muestras de aceite, como por ejemplo, deshidratación del aceite; tampoco contaban con producción de sólidos. Posteriormente, se seleccionaron las muestras de aceite Sigma y Gamma, punto 1.2, en base a sus características y la disponibilidad de aceite para realizar las diluciones correspondientes. En el punto 1.3 se definieron las pruebas que se realizarían

a las 7 diluciones homogeneizadas y a las muestras de aceite Sigma y Gamma al 100% y se llevó a cabo una investigación de las técnicas. Se determinó que se realizarían pruebas de densidad, viscosidad y estabilidad de asfaltenos, para comprobar la compatibilidad de las diluciones realizadas y también se realizarían pruebas de termogravimetría (TGA) y calorimetría diferencial de barrido (DSC) para determinar la estabilidad de las diluciones.

El punto 2 de la metodología hace referencia a la parte experimental de esta tesis. En el punto 2.1, se llevó a cabo la caracterización tanto del aceite Sigma como del aceite Gamma en sus concentraciones del 100%. Se realizaron análisis composicionales y SARA, con el cual se determinó el Índice de Inestabilidad Coloidal (IIC) y también se determinaron la cantidad de parafinas totales y cristalizables. Además, se llevaron a cabo las pruebas de densidad, viscosidad y estabilidad de asfaltenos y los estudios de termogravimetría (TGA) y calorimetría diferencial de barrido (DSC). En el punto 2.2, se especifica la preparación de las 7 diluciones en concentraciones de 1%, 5%, 10%, 15%, 20%, 25% y 30% de aceite Gamma (aceite ligero) mezclado con aceite Sigma (aceite pesado), se determinaron las masas del aceite Sigma y los volúmenes de aceite Gamma para cada dilución y se llevó a cabo la homogeneización de cada dilución mediante el proceso de Fuller. Finalmente, en el punto 2.3 se ejecutaron las pruebas seleccionadas de compatibilidad (densidad, viscosidad y estabilidad de asfaltenos) y de estabilidad (termogravimetría (TGA) y calorimetría diferencial de barrido (DSC)) para cada dilución.

A continuación, en el punto 3, se realizó la interpretación de los datos obtenidos de las pruebas de laboratorio de cada dilución de aceite pesado con aceite ligero que se realizó. En el punto 3.1 de la metodología se llevó a cabo el análisis de los resultados obtenidos en el laboratorio (densidad, viscosidad, termogravimetría, calorimetría diferencial de barrido y análisis de estabilidad de asfaltenos). En el punto 3.2 se realizaron los análisis de estabilidad, en base a los resultados obtenidos de las pruebas de laboratorio, para asegurarse que las propiedades fisicoquímicas de las 7 diluciones permanecieran constantes y compatibles para asegurarse que al realizar una concentración diferente entre el aceite Sigma y el aceite Gamma no se generará un efecto desfavorable, como precipitación de asfaltenos o aumento del punto de cristalización de parafinas en alguna concentración de las diluciones.

Finalmente, en el punto 4 se llevó a cabo el análisis de las diluciones en base a los resultados obtenidos experimentalmente y a los comportamientos analizados de cada dilución, para mejorar el transporte del aceite Sigma. En el punto 4.1 con los resultados obtenidos se realizó la evaluación de las pruebas de laboratorio para mejorar el transporte, en base a todas las pruebas realizadas se tomó la decisión de cual es la dilución que presenta un mejor comportamiento, además de que sea factible económicamente.

3.2. Características generales de los Campos Sigma y Gamma

❖ *Características del campo Sigma*

El campo del aceite Sigma produce aceite pesado a una profundidad de 1,000-2,000 m y aceite extrapesado a una profundidad de 600-1,000 m. Cuenta con una porosidad de 10 a 20%, una permeabilidad de 3,000 a 5,000 mD y una temperatura de yacimiento entre 45 a 47°C. A condiciones de yacimiento, el aceite presenta movilidad, sin embargo, las características del aceite muestran una movilidad nula para desplazarse a condiciones de superficie (Terrazas, 2016).

En la **Tabla 3- 1** se presenta el análisis de producción del pozo Sigma, en donde se puede observar que este pozo no cuenta con producción de agua, por lo que no es necesario deshidratar el aceite.

Tabla 3- 1. Análisis de la Producción del pozo Sigma.

| Pozo | Producción de Aceite Bruto (bpd) | Producción de Aceite Neto (bpd) | Producción de Gas (MMpcd) | RGA (m ³ /m ³) | Producción de Agua |
|-------|----------------------------------|---------------------------------|---------------------------|---------------------------------------|--------------------|
| Sigma | 63 | 63 | 0.001 | 4 | 0 |

A partir del año 2015 se inyectó en este campo, aceite deshidratado a 100 °C, para reducir la viscosidad del aceite y mejorar la eficiencia del Sistema Artificial de Producción, sin embargo, este proceso puede causar problemáticas cuando se mezcla un aceite ligero no compatible, como la generación de sólidos orgánicos que producirá daños en las tuberías.

Tabla 3- 2. Principales propiedades Fisicoquímicas del aceite Sigma.

| Propiedades del aceite Sigma | |
|-------------------------------------|-------|
| SP. GR Aceite 100% (25°C) | 1.054 |
| °API Aceite 100% (corregido a 60°F) | 8.24 |
| Punto de escurrimiento (°C) | 2 |
| % Aceite | 100 |
| % Sólidos | 0 |

En la **Tabla 3- 2** se pueden observar los resultados del análisis fisicoquímico del aceite sigma. Debido a que la producción de agua del pozo donde se extrajo la muestra es nula, no se realizaron las pruebas para caracterizar el agua. También es importante resaltar que el aceite Sigma no presenta contenido de sólidos y su punto de escurrimiento se encuentra a 2°C.

❖ **Características del Campo Gamma**

El campo del aceite Gamma cuenta con una permeabilidad en el orden de 30 mD, con espesores que varían de 10 a 30 metros y una gravedad API promedio de 28° (**Ramírez y Meza, 2015**).

En la **Tabla 3- 3** se presenta el análisis de producción del pozo Gamma, en el cual se observa que tiene una producción considerable de aceite y no presenta producción de agua.

Tabla 3- 3. Análisis de la Producción del pozo Gamma (www.pemex.com).

| Pozo | Producción de Aceite (bpd) | Producción de Gas (MMpcd) | Producción de Agua |
|-------|----------------------------|---------------------------|--------------------|
| Gamma | 305 | 0.379 | 0 |

Se realizó un estudio PVT del pozo Gamma en el intervalo 2,818-2,828 m, en donde se cuenta con una presión de yacimiento de 303.76 kg/cm², presión de burbuja de 265.75 kg/cm², temperatura de yacimiento de 86.16°C, compresibilidad del aceite de 4.32X10⁻⁴ 1/kg/cm², densidad de 0.69 gr/cm³, factor de volumen de 1.49 m³/m³, relación de

solubilidad de $168.73 \text{ m}^3/\text{m}^3$ y viscosidad de 0.932 cp , el cual se muestra en la **Tabla 3- 4** (Terrazas, 2016).

Tabla 3- 4. Resultados PVT del pozo Gamma en el intervalo 2818 – 2828 (m) (Terrazas, 2016).

| Propiedades del aceite Gamma | |
|--|----------|
| Py (kg/cm ²) | 303.76 |
| Ty (°C) | 86.16 |
| Pb @ Ty kg/cm ² | 265.75 |
| Co Ty y Py 1/kg/cm ² | 4.32E-04 |
| dL Ty gr/cm ³ | 0.6901 |
| Bo Pb, Ty m ³ /m ³ | 1.493 |
| Rs @ Pb m ³ /m ³ | 168.73 |
| Viscosidad (cp) | |
| μo @ Py | 0.932 |
| μo @ Pb | 0.868 |
| μo @ Patm | 8.467 |
| μg @ Pb | 0.0187 |
| μg @ Patm | 0.0116 |

Para conocer las características del fluido, se tomaron muestras de fondo de pozo y de superficie para realizar un análisis Fisicoquímico, lo cual determinó que el principal componente del aceite producido son las parafinas de alto peso molecular. Además de que, cuenta con la presencia notable de resinas y los asfáltenos en menor porcentaje. La **Tabla 3- 5** muestra los resultados obtenidos de los diferentes análisis de laboratorio de la muestra de aceite Gamma.

Tabla 3- 5. Principales propiedades Fisicoquímicas del aceite Gamma (Ramírez y Meza, 2015).

| Propiedades del aceite Gamma | |
|-------------------------------------|---------|
| SP. GR Aceite 100% (25°C) | 0.888 |
| °API Aceite 100% (corregido a 60°F) | 27.87 |
| SP. GR. Emulsión (25°C) | 0.888 |
| °API Emulsión (corregido a 60°F) | 27.87 |
| % Aceite | 100 |
| % Sólidos | 0 |
| Parafinas de alto PM (%) | 31.0095 |
| Parafinas de bajo PM (%) | 8.6826 |
| % Asfáltenos | 0.2598 |
| % Resinas A. | 4.4399 |

Como se mencionó, la densidad del aceite en este campo se encuentra entre 28 a 31° API. En este caso, el aceite Gamma presenta una densidad de 27.87° API, por lo que, de acuerdo con la clasificación de los aceites crudos, se considera un aceite mediano. El aceite Gamma tampoco presentó contenido de sólidos.

Con base en las características del aceite Gamma se realizaron estudios experimentales que proporcionaran suficiente información de compatibilidad y estabilidad para realizar las diluciones a diferentes concentraciones con el aceite Sigma, para que se determinen las condiciones de producción óptimas con la concentración de dilución adecuada y no se alteren las propiedades de estos aceites.

3.3. Descripción de las técnicas experimentales principales

3.3.1. Viscosidad y Densidad

Para la medición de densidad y viscosidad se utilizó un viscosímetro Stabinger SVM 3000 (**Figura 3- 2**), el cual es un viscosímetro de rotación con geometría cilíndrica, que sigue el principio de Couette modificado, con un tubo exterior en rápida rotación y un rotor de medición interior, con una rotación más lenta. Trabaja en un rango de temperaturas de 20°C a 100°C. El equipo recibe este nombre por el Dr. Hans Stabinger, quien lo desarrolló en Austria.

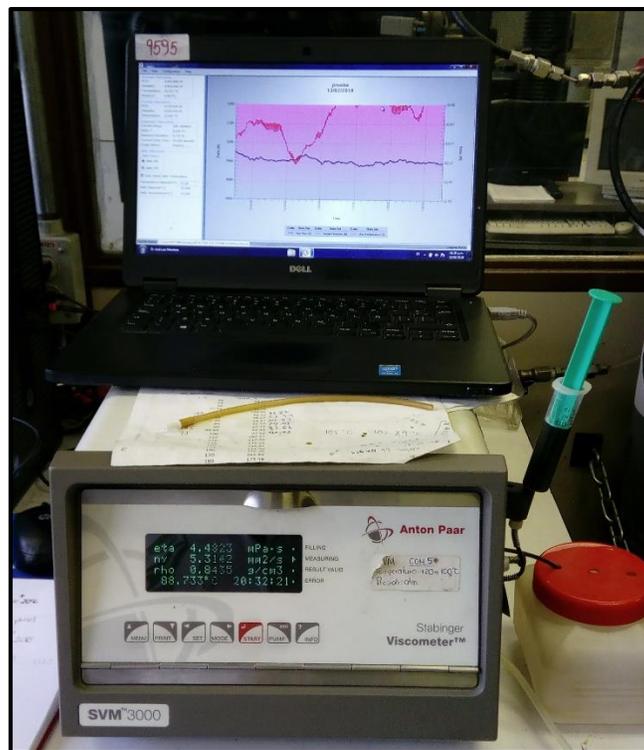


Figura 3- 2. Viscosímetro Stabinger SVM 3000 utilizado en el laboratorio.

La medición con un viscosímetro de rotación se basa en la medición de torque y revolución. En el interior del equipo, se encuentra un imán en rotación, el cual crea un campo de corriente inducida con un momento de frenado exacto en dependencia de la revolución. El torque de la corriente inducida se mide con una resolución extremadamente alta. En combinación con el sistema termostático-termoeléctrico integrado, lo cual garantiza una alta precisión.

La celda de medición contiene un tubo en rotación con velocidad constante. El tubo es el que se encuentra lleno con la muestra. En la muestra flota el rotor de medición con un imán integrado. En vista de la baja densidad del rotor, este se mantiene centrado a causa de la fuerza centrífuga. Debido a que el rotor se encuentra flotando libremente no hay fricción. Lo anterior hace que el equipo sea insensible a las vibraciones. Ya que se requiere un volumen pequeño de la muestra, esto permite rápidos cambios de temperatura y menores tiempos de equilibrio.

Después del inicio de la medición, el rotor alcanza una velocidad estable. Lo anterior se determina por el equilibrio entre el efecto de frenado de la corriente inducida y las fuerzas propulsoras de cizallamiento de la muestra. La viscosidad dinámica (μ) se calcula mediante la velocidad del rotor.

Es necesario contar con un volumen mínimo de 2.5 ml de muestra para así poder determinar la viscosidad dinámica y cinemática, así como la densidad, en un menor tiempo, ya que, debido a su principio de medición, la duración de la medición es independiente de la viscosidad. Cuenta con velocidades de calentamiento de hasta 15°C por minuto y velocidades de enfriamiento de 10°C por minuto.

Para poder calcular la viscosidad cinemática basada en la viscosidad dinámica, debe conocerse la densidad de la muestra, debido a esto, el viscosímetro está equipado con una celda de medición de densidad. Ambas celdas se llenan en una fase de trabajo mediante la conexión de un puente, el cual permite que las mediciones se realizan simultáneamente.

Es importante considerar que el viscosímetro solo puede realizar mediciones menores a 20,000 mm²/s y también se puede determinar la densidad API, con base en la densidad relativa del aceite que proporciona el equipo.

El equipo mide la viscosidad dinámica (μ) en [mPa.s], así como la densidad de la muestra en [g/cm³] y calcula la viscosidad cinemática (ν) en [mm²/s] a partir de estos valores (www.anton-paar.com).

3.3.2. Estudios Termogravimétricos, DSC-TGA

Los estudios termogravimétricos son estudios en donde se cuantifica la masa de una muestra con respecto al tiempo y la temperatura, mientras que la muestra se somete a una temperatura programada, para así poder determinar el porcentaje de la pérdida de masa de la muestra y determinar su estabilidad térmica (www.mt.com).

Las pruebas que se realizaron en el equipo DSC – TGA 3+ (**Figura 3- 3**) son pruebas con una técnica simultánea, al realizar estas pruebas de manera simultánea con la Calorimetría Diferencial de Barrido, DSC provocará que se detecte cualquier proceso que se produzca con un cambio de energía, como la fusión y la cristalización, además de que ofrece temperaturas de transición exactas.

Este equipo tiene un sensor DSC que incluye seis termopares que generan una señal de medición mayor, para mejorar la relación señal/ruido. Con los tres tipos de sensores, el flujo calorífico se determina a partir de la diferencia de temperatura calculada o medida.

El equipo DSC – TGA 3 + opera en un rango de temperaturas que va desde 15°C hasta 1600°C. Se pueden llevar a cabo procesos exotérmicos y dinámicos. En este caso se llevaron a cabo procesos dinámicos, los cuales son procesos en donde existe un cambio de masa conforme se aumenta la Temperatura.



Figura 3- 3. Equipo experimental DSC – TGA 3+ (www.mt.com).

Los recipientes en donde se colocan las muestras son crisoles con características específicas, los cuales son de suma importancia, ya que el tipo de crisol usado en la medición puede afectar de forma significativa los resultados que se obtendrán. Existen dos tipos de crisoles:

1. Crisol de Aluminio

Estos crisoles solo se utilizan una vez, ya que se cierran herméticamente. El aluminio es el material de los crisoles para experimentos en DSC preferentemente, debido a que este material aumenta la sensibilidad al volumen, elimina la interacción entre la muestra y el crisol, garantizan una elevada conductividad térmica y estabilidad dimensional, además de un contacto térmico perfecto. Este tipo de crisoles puede contener muestras sólidas, líquidas y en polvo con un excelente rendimiento.

2. Crisol de PCA

Este tipo de crisol está hecho de un óxido de alúmina policristalino con propiedades similares a la del zafiro. Estos crisoles son compactos y resistentes a sustancias químicas, además de que eliminan la interacción entre la muestra y el crisol y favorece un contacto térmico (**Figura 3- 4**).

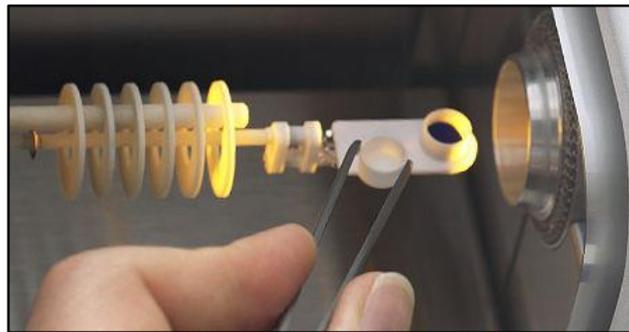


Figura 3- 4. Crisoles de PCA, (Alúmina) en donde se colocaron las muestras de aceite para las pruebas experimentales DSC – TGA 3+ (www.mt.com).

Es sumamente importante saber las características del material de los crisoles, ya que de esto depende el programa de temperaturas al que serán sometidas las muestras. Cuando se llevaron a cabo los experimentos de termogravimetría se utilizaron crisoles de Alúmina debido a que se sometieron las muestras hasta 600°C y como se puede apreciar en la **Tabla 3- 6**, la resistencia de la Alúmina cubre este rango de temperatura.

Tabla 3- 6. Características del Aluminio y Alúmina.

| Crisoles | Punto de fusión |
|----------|-----------------|
| Alumino | 660°C |
| Alúmina | 2,072°C |

El equipo trabaja con nitrógeno de alta pureza por encima de 20 ml/min. Siempre como base deben de considerarse 10 ml/min mínimo.

Antes de comenzar cualquier medición se debe realizar un chequeo para corroborar que el equipo este calibrado. El chequeo consiste en correr un método preestablecido con los elementos de referencia, dando como resultado un rango en donde se encuentren las Temperaturas de Fusión de cada elemento y un mínimo porcentaje de error de la medición, lo cual indicará si es necesario o no calibrar el equipo. El chequeo sólo se realiza una vez.

Como sucede con un DSC específico, el flujo calorífico se calibra y ajusta a diferentes temperaturas mediante el uso de materiales de referencia certificados. El equipo cuenta con cuatro materiales de referencia, los cuales son el indio (**In**), zinc (**Zn**), aluminio (**Al**) y oro (**Au**), se toman como referencia estos elementos debido a que se conocen sus características, como se muestra en la **Tabla 3- 7**.

Tabla 3- 7. Características de los elementos de referencia para calibrar el equipo DSC – TGA 3+.

| Materiales de Referencia | Punto de fusión |
|--------------------------|-----------------|
| Indio | 156.6 °C |
| Zinc | 419.5 °C |
| Aluminio | 660.3 °C |
| Oro | 1,064 °C |

En el **Anexo A** se presenta la descripción del uso del software del equipo DSC – TGA 3+ para realizar el chequeo con los materiales de referencia, las limpiezas de los crisoles y para obtener las curvas de los resultados obtenidos para las muestras.

3.3.3. Estudios de Calorimetría Diferencial de Barrido, DSC

El estudio en el equipo de Calorimetría Diferencial de Barrido, DSC es un método indirecto que mide el calor liberado debido a la precipitación de ceras, por lo cual se puede obtener la curva de precipitación de parafinas para cada muestra, ya que el calor liberado por el aceite durante su enfriamiento es proporcional a la cantidad de cera precipitada, asumiendo una entalpía constante de cristalización. El equipo DSC 3+, en la **Figura 3- 5** maneja un rango de temperatura desde -40°C hasta 700°C .



Figura 3- 5. Equipo experimental DSC 3+ (www.mt.com).

Como ya se mencionó antes, para este tipo de experimentos se utilizan crisoles de aluminio, estos se muestran en la **Figura 3- 6**, debido a que el platillo de tipo estándar para mediciones de DSC es profundo mínimamente y tiene una sólida base plana, lo cual garantiza que los gradientes de temperatura sean lo más bajos posibles. El crisol de aluminio de 25 μl está optimizado para mediciones de entalpía con el objetivo de conseguir la mejor reproducibilidad posible.



Figura 3- 6. Crisoles de Aluminio para realizar las pruebas en el equipo DSC 3+.

El equipo DSC 3+ también trabaja con nitrógeno de alta pureza por encima de 20 ml/min. Siempre como base deben de considerarse 10 ml/min mínimo, como en el TGA.

Al igual que el análisis termogravimétrico, antes de comenzar cualquier medición se debe realizar un chequeo para comprobar que el equipo está calibrado. En este caso el equipo solo se debe calibrar con dos materiales de referencia, el indio (**In**) y zinc (**Zn**).

En el **Anexo B** se presenta la descripción del uso del software de equipo DSC 3+, en donde se presenta el chequeo con los dos materiales de referencia, así como los módulos experimentales a los que se sometieron las muestras.

3.3.4. Análisis de estabilidad, Turbiscan

Para analizar la estabilidad de las diluciones de aceite que se realizaron, se utilizó el equipo Turbiscan Heavy Fuel Clásico (**Figura 3- 7**). Este equipo se basa en la norma ASTM D7061-04 “*Standard Test Method for Measuring n-Heptane Induced Phase Separation of Asphaltene-Containing Heavy Fuel Oils as Separability Number by an Optical Scanning Device*”, que aborda el método de prueba sobre la medición cuantitativa, ya sea en laboratorio o en campo, de la facilidad con la que se separan los asfaltenos contenidos en los aceites pesados diluidos en tolueno después de adicionar heptano. Lo cual se mide con un número de separabilidad mediante el uso de un dispositivo de escaneo óptico (www.astm.org).



Figura 3- 7. Turbiscan Heavy Fuel Clásico (www.formulaction.com).

El equipo permite detectar la estabilidad o inestabilidad de las muestras de aceite pesado realizando una simulación de envejecimiento de la muestra debido a la precipitación de los asfaltenos en heptano. Puede detectar los efectos de varios componentes en las muestras, como la naturaleza de ambas fases, debido a fenómenos de desestabilización como lo son la migración de partículas, sedimentación o cremado, y/o variaciones de tamaño de partículas, coalescencia o floculación.

De acuerdo con las normas de la *ASTM*, las muestras de aceite se clasifican en grados, como se muestra en la **Tabla 3- 8**.

Tabla 3- 8. Clasificación de los grados de los aceites pesados combustibles según las normas de la ASTM (www.astm.org).

| Especificación estándar para aceites combustibles | Grado del Aceite Pesado Combustible | Significado | Proporción Aceite - Tolueno |
|---|-------------------------------------|---|-----------------------------|
| D396 | Grado No. 4 | Aceite ligero y pesado para uso en quemadores comerciales/industriales | 1:3 |
| | Grado No. 5 | Aceite ligero y pesado | 1:6 |
| | Grado No. 6 | Uso industrial en quemadores | 1:9 |
| D975 | Grado No. 4D | Combustible pesado destilado o una mezcla de destilado y aceite residual | 1:9 |
| D2880 | Grado No. 3-GT | Aceites de combustible de turbina de gas, excepto las turbinas de gas utilizadas en aeronaves | 1:6 |
| | Grado No. 4-GT | Aceites de combustible de turbina de gas | 1:9 |
| | Grado del Aceite Desconocido | | 1:9 |

Con base en el grado del aceite se hace la dilución en la proporción correcta con el aceite, en este caso se eligió la última opción, se consideró que el grado del aceite era desconocido, por lo que se preparó una proporción de aceite – tolueno 1:9 en peso, como se muestra en la balanza analítica de la **Figura 3- 8**.

Posteriormente se agita la muestra de 1 a 3 horas, utilizando un agitador magnético para asegurar que el aceite se diluya en el tolueno.



Figura 3- 8. Preparación de la muestra de aceite diluida en tolueno en una proporción 1:9 en peso.

Después, se toman 2 ml de la dilución de aceite en tolueno para mezclarlos con 23 ml de heptano. Se agitan vigorosamente por 6 segundos y con la ayuda de una pipeta se toman 7 ml de la mezcla de aceite-tolueno-heptano para llenar una celda del equipo de Turbiscan. Posteriormente se cierra la celda y se inserta en el equipo, asegurándose que ésta no se mueva. Y finalmente, se realiza el análisis en el software.

En el software se crea un archivo nuevo y en el espacio dedicado a los comentarios se pone la descripción completa de la muestra y al finalizar se presiona el botón verde para que inicie la prueba, como se muestra en la **Figura 3- 9**, cuando inicie el análisis el botón se podrá de color rojo y aparecerá el tiempo que tardará en realizarse el análisis.

El análisis demora 15 minutos para obtener los resultados correspondientes.

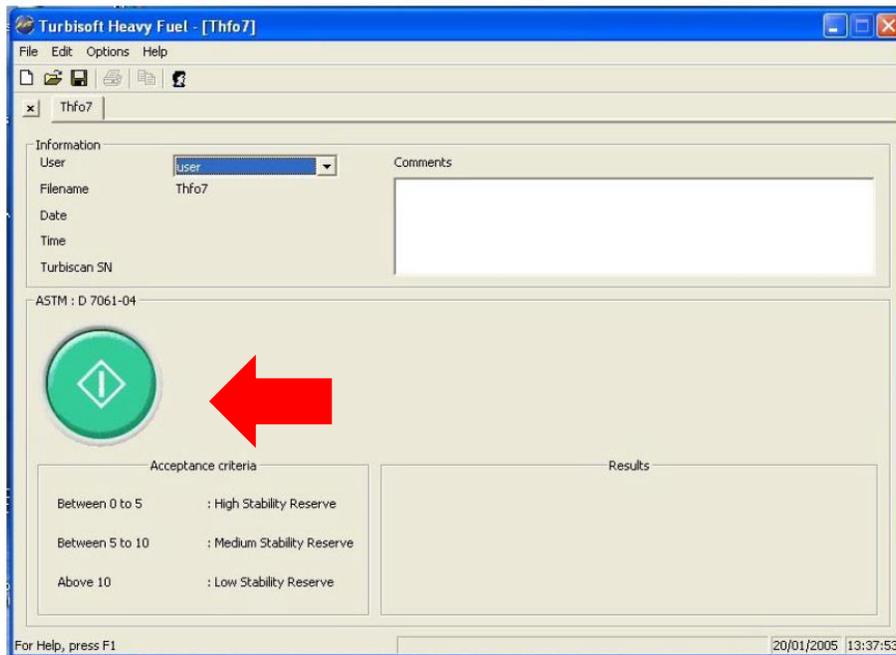


Figura 3- 9. Software para el análisis de estabilidad.

Una vez que el análisis concluye, el programa arroja los resultados obtenidos. Proporcionando un número de separabilidad, como se observa en la **Figura 3- 10**, este número indica que tan estable es la muestra, de acuerdo a los siguientes criterios:

- Entre 0 y 5: el aceite tiene una estabilidad alta, debido a que es probable que no exista floculación de asfáltenos.
- Entre 5 y 10: el aceite tiene una estabilidad media y los asfáltenos no son propensos a flocular, siempre que el aceite no este expuesto a peores condiciones, como almacenamiento, envejecimiento, calentamiento o mezclado.
- Arriba de 10: el aceite tiene una estabilidad baja y los asfáltenos fácilmente pueden flocular o quizá ya han empezado a flocular.

Finalmente se guarda el archivo y se repite el mismo procedimiento para las demás muestras realizadas.

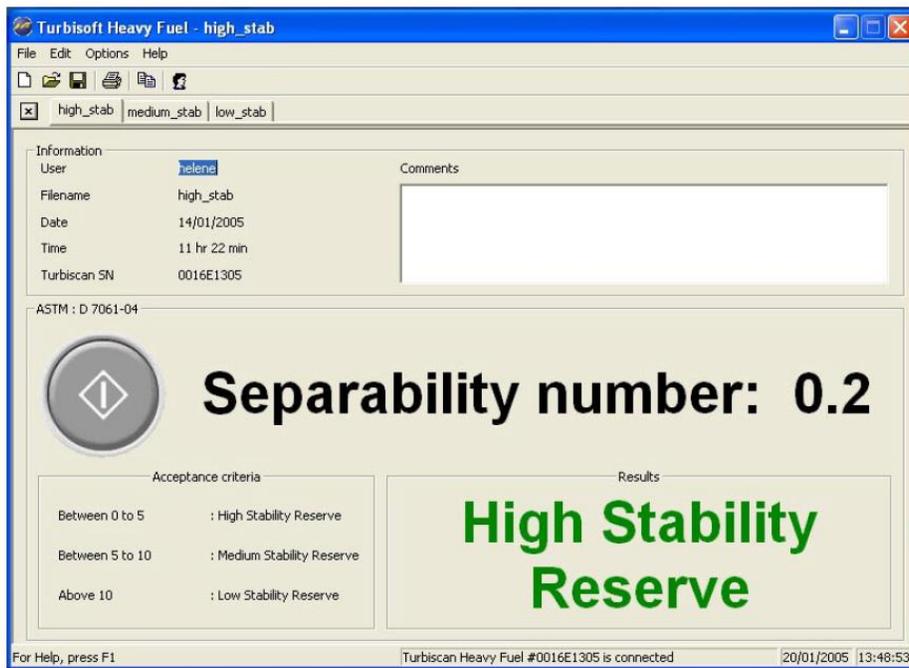


Figura 3- 10 Análisis de estabilidad de una muestra finalizado.

3.4. Propiedades Fisicoquímicas de las muestras de aceite

3.4.1. Aceite Sigma

❖ *Análisis Composicional*

En la **Tabla 3- 9** se presenta el análisis composicional de la muestra de aceite Sigma, en el cual se puede observar que el C1 y los componentes C7+ son los componentes que mas predominan en el aceite Sigma, ambos suman alrededor del 82% de la composición total.

Tabla 3- 9 Análisis composicional del aceite Sigma.

| Componente | % Mol |
|------------|-------|
| N2 | 0 |
| CO2 | 0.52 |
| C1 | 43.3 |
| C2 | 5.89 |
| C3 | 3.3 |
| i-C4 | 0.84 |
| n-C4 | 1.06 |
| i-C5 | 0.78 |
| n-C5 | 0.75 |
| C6 | 4.57 |
| C7+ | 38.73 |

❖ *Análisis SARA*

En la **Tabla 3- 10** se observan los resultados del análisis SARA realizado para la muestra del Aceite Sigma. Como se puede observar, el contenido de resinas es alto, en comparación con el porcentaje peso de los saturados que son los que se presentan en menor proporción. También presenta un bajo contenido de componentes inorgánicos.

Tabla 3- 10. Resultados del Análisis SARA de la muestra de aceite Sigma.

| Análisis SARA (% peso) | |
|------------------------|-------|
| Saturados | 9.86 |
| Aromáticos | 15.89 |
| Resinas | 56.19 |
| Asfáltenos | 14.32 |
| Inorgánicos | 0.14 |
| IIC | 0.335 |

Con los datos obtenidos del análisis anterior, se pudo determinar el Índice de Inestabilidad Coloidal (IIC), el cual es un índice propuesto por **Yen et. al., 2001** que involucra las fracciones que favorecen y desfavorecen la peptización de los asfáltenos en el crudo. Este índice se define como la relación de las composiciones másicas de las fracciones que inducen la precipitación a las fracciones que estabilizan los asfáltenos (**Ashoori et al., 2017**), como se muestra en la **Ec. 3.1**:

$$IIC = \frac{\% \text{ Saturados} + \% \text{ Asfáltenos}}{\% \text{ Aromáticos} + \% \text{ Resinas}} \dots \text{Ec. 3.1}$$

Conforme decrece el valor de IIC, el sistema se hace más estable debido a la preponderancia de las fracciones peptizantes en la mezcla. Estableciéndose los siguientes valores para este índice:

- Si $IIC > 0.9$, el crudo es inestable
- Si $IIC < 0.7$, el crudo es estable
- Si $0.7 < IIC < 0.9$, el intervalo de estabilidad no está definido

De acuerdo, al rango de valores anterior y analizando los resultados del Análisis SARA, la muestra de aceite Sigma es considerada como un crudo estable.

Comparando los resultados obtenidos del análisis SARA y el Índice de Inestabilidad Coloidal, se demostró que la estabilidad de los asfaltenos en el aceite es un fenómeno que se relaciona con todos los componentes y no puede asociarse a uno solo, individualmente (**Ashoori et al., 2017**).

- **Relación entre el contenido de saturados y el IIC**

Los componentes saturados son componentes no polares. Los aceites que tienen un alto contenido de saturados, poseen un bajo contenido de aromáticos y resinas, por lo tanto estos aceites pueden ser altamente inesables (**Moura et al., 2010**). Se ha reportado en la literatura que los yacimientos que presentan problemas de deposición de asfaltenos, no son aquellos que tienen un mayor contenido de asfaltenos, sino los que presentan un mayor contenido de saturados. Lo cual indica que un mayor contenido de saturados contribuye negativamente a la estabilidad coloidal del aceite (**Fan et al., 2002**).

- **Relación entre el contenido de aromáticos y el IIC**

Según estudios realizados por Pfeiffer y Saal en 1940, se demostró que los aceites que tienen mayor contenido de aromáticos son más estables, debido a que los aromáticos son buenos solventes para las moléculas de asfaltenos. Los aromáticos actúan como un puente entre las micelas y los saturados, provocando que las micelas se dispersen efectivamente en los saturados. Además, se observó que el IIC tiene una tendencia de acuerdo con la relación de saturados-aromáticos. Valores más bajos del IIC indican una mayor estabilidad de los asfaltenos debido al efecto dispersante de los aromáticos y saturados (**Choiri y Hamouda, 2011**).

- **Relación entre el contenido de resinas y el IIC**

Como las moléculas de asfaltenos en el aceite se encuentran estabilizadas por las moléculas de resinas, se evita cualquier agregación importante de los asfaltenos. Lo cual indica que, al incrementar el contenido de resinas en el aceite, el IIC disminuirá y será más estable (**Ashoori et al., 2017**).

- **Relación entre el contenido de asfaltenos y el IIC**

Se han realizado investigaciones que indican que los aceites con un bajo contenido de asfaltenos pueden presentar una mayor tendencia a precipitarse, en comparación con los aceites que presentan un mayor contenido de asfaltenos. En algunos casos, los aceites que presentan un alto contenido de asfaltenos, el IIC presenta valores bajos, indicando una mayor estabilidad, por otra parte, cuando los aceites presentan un bajo contenido de asfaltenos, incrementa el valor del IIC, indicando que el aceite es inestable (**Sinnathambi et al., 2011**).

❖ **Densidad y Viscosidad**

Se determinaron a condiciones atmosféricas, la densidad en g/cm^3 en un rango de temperaturas de 20°C hasta 100°C , así como la viscosidad dinámica en mm^2/s y la viscosidad cinemática en $\text{mPa}\cdot\text{s}$ en un rango de temperatura de 50°C a 100°C . No se realizaron mediciones de viscosidad a temperaturas menores a 50°C debido a que la muestra de aceite no presentó movilidad y no circuló a través del equipo de medición, se tuvo que realizar un precalentamiento previo de la muestra para realizar las mediciones. Aunque es importante enfatizar que, al realizar un calentamiento previo, habrá pérdida de componentes ligeros, dando como resultado que la muestra sea más densa en cuanto se enfría.

Como se puede observar en la **Figura 3- 11**, la densidad presenta una tendencia prácticamente lineal (**recta gris**) durante la medición, exceptuando por una desviación a 50°C en donde la densidad no varía significativamente en comparación con la densidad reportada a 40°C , a partir de 60°C la tendencia continúa siendo lineal. Los valores de densidad se encuentran en un rango de 1.085 a 0.9588 g/cm^3 .

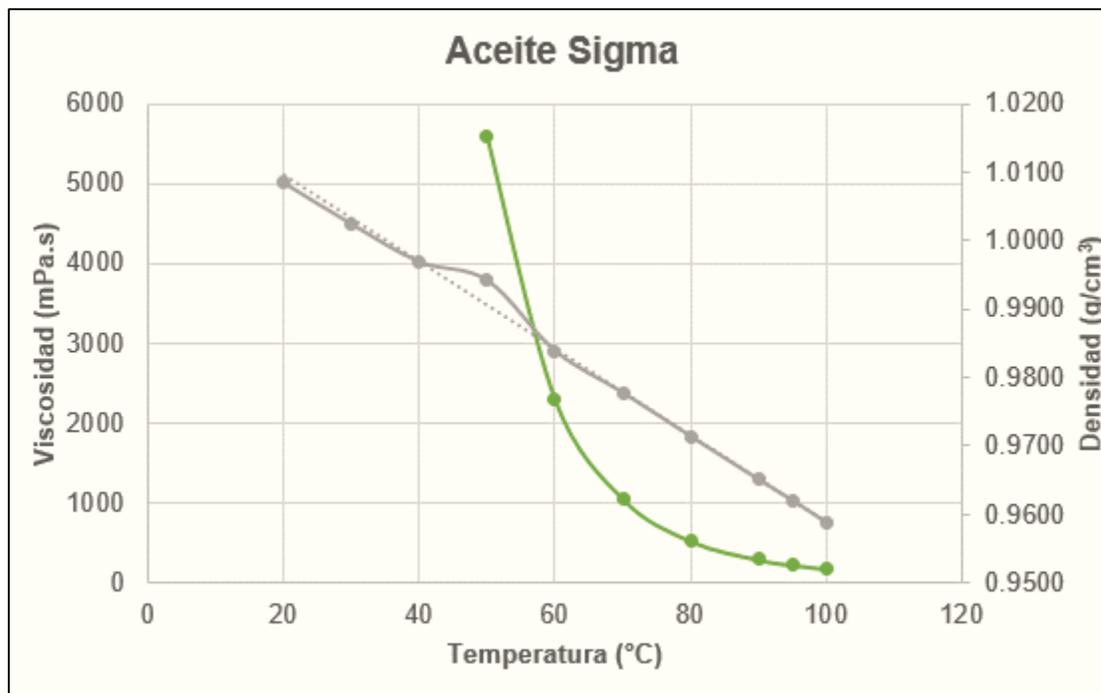


Figura 3- 11. Comportamiento de la viscosidad y densidad del aceite Sigma.

La viscosidad (**curva verde**) presenta el mayor decremento al calentar la muestra de 50 °C a 60 °C, en un orden mayor a 3,000 mPa.s, cuando se calienta de 60 °C a 70 °C la diferencia de viscosidades es de 1,200 mPa.s aproximadamente, para las siguientes temperaturas de calentamiento el cambio en la viscosidad es menor, sobre todo al realizar la medición de 90 y 100 °C los resultados de viscosidad son aproximadamente los mismos.

Los valores de viscosidad se encuentran en un rango de 5,584.6 hasta 176.9 mPa.s.

❖ **Parafinas totales y cristalizables**

En la **Figura 3- 12** se muestra el resultado del estudio realizado para determinar la cantidad de parafinas totales y cristalizables de la muestra de aceite Sigma, en donde se observa que el contenido de parafinas es alto, alrededor del 70%, sin embargo, el porcentaje de parafinas cristalizables es mínimo, no se acerca ni al 1%. Estos resultados deben utilizarse en conjunto con los de otros experimentos para confirmar que las diluciones no tendrán problemas de cristalización de parafinas.

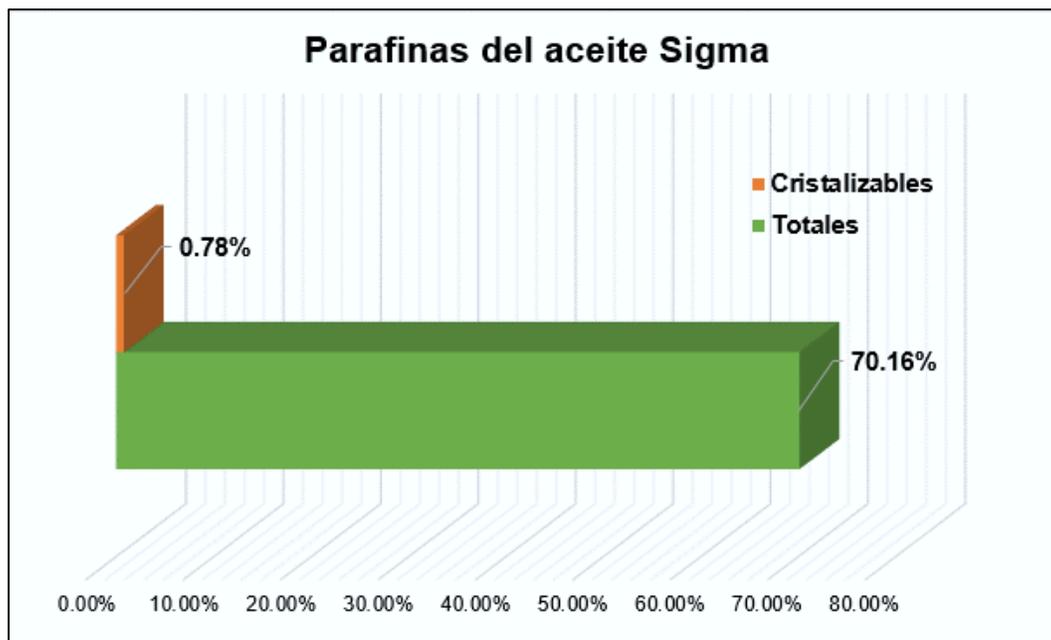


Figura 3- 12. Análisis de las parafinas del aceite Sigma.

❖ **TGA**

Las curvas que se obtuvieron del análisis de termogravimetría del aceite Sigma se presentan en la **Figura 3- 13**. Para llevar a cabo este análisis se prepararon tres muestras del aceite Sigma en un rango de masa entre 7 y 8 mg. Con la primera muestra se realizó el análisis a una tasa de calentamiento de 10 K/min, con la segunda se realizó a 12 K/min y con la tercera se realizó el análisis a 15 K/min a condiciones de presión atmosférica. Se programó el experimento a una temperatura inicial de 25°C hasta 600°C.

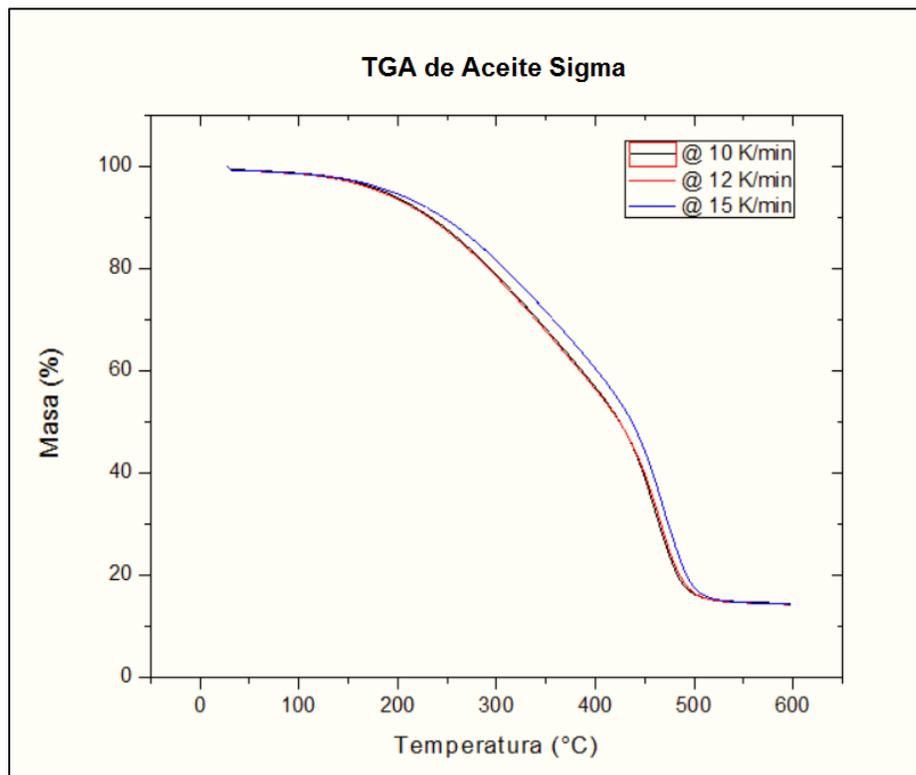


Figura 3- 13. Resultado del análisis termogravimétrico, TGA de la muestra de aceite Sigma.

Al inicio las tres curvas de las muestras del aceite Sigma, a las tres velocidades diferentes de calentamiento presentan el mismo comportamiento, aproximadamente lineal, hasta llegar a una temperatura aproximadamente de 150°C. A partir de esta temperatura y hasta 530°C, es el rango en donde existe la mayor pérdida de porcentaje masa. Las curvas se separan ligeramente a una velocidad de 15 K/min existe una menor pérdida de masa en comparación con las otras velocidades, las cuales prácticamente se comportan del mismo modo. Aunque la diferencia no es significativa. También se puede observar que a una

temperatura de calentamiento de 200 °C la pérdida de masa es mínima, alrededor del 5% a una velocidad de calentamiento de 15 K/min. Para una temperatura de 350°C se perdió un 30% de la masa a las velocidades de 10 y 12 K/min; para una velocidad de 15 K/min se perdió el mismo porcentaje de la masa, pero a una temperatura de 370°C.

❖ DSC

Con el equipo DSC se analizó la muestra del aceite Sigma, el experimento se realizó a una temperatura inicial de 50°C hasta llegar a una temperatura final de -30°C. El experimento fue realizado a cuatro velocidades de calentamiento diferentes, 5 K/min, 4 K/min, 2 K/min y a 1 K/min, debido a que el ordenamiento molecular depende del gradiente térmico.

Las muestras contaron con un tiempo de estabilización de 5 minutos para que se lleven a cabo todos los procesos termodinámicos por la naturaleza pseudoplástica del aceite.

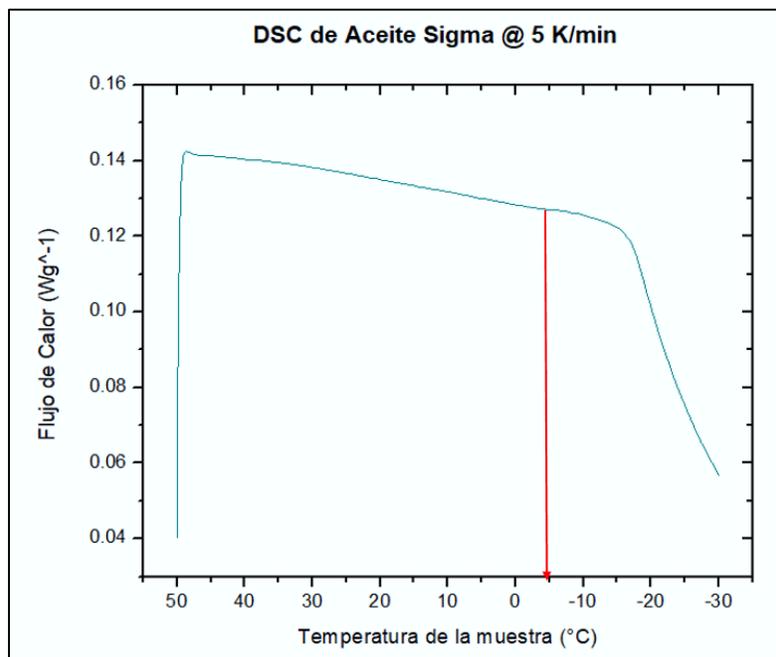


Figura 3- 14. Temperatura de cristalización de parafinas a una velocidad de enfriamiento de 5 K/min resultado del Análisis DSC de la muestra de aceite Sigma.

La **Figura 3- 14** muestra un acercamiento de la gráfica del estudio de Calorimetría DSC, que corresponde a una velocidad de enfriamiento de 5 K/min, partiendo de la temperatura inicial hasta alcanzar una temperatura final de -30°C. Desde el inicio se observa una tendencia lineal en decremento, pero a una temperatura de -5 °C se observa que la

tendencia muestra un ligero incremento y forma una pendiente curva, este cambio se debe a que las parafinas de alto peso molecular comienzan a cristalizarse.

En la **Figura 3- 15** se presenta otro acercamiento de la gráfica obtenida del análisis DSC, que pertenece a la velocidad de calentamiento de 5 K/min, en la que a partir de -30°C el comportamiento de la muestra sigue una tendencia curva, hasta que al llega a -2 °C la tendencia comienza decrecer linealmente hasta llegar a la temperatura de 50 °C. Este cambio ocurre porque las parafinas de menor peso molecular son las primeras en fundirse.

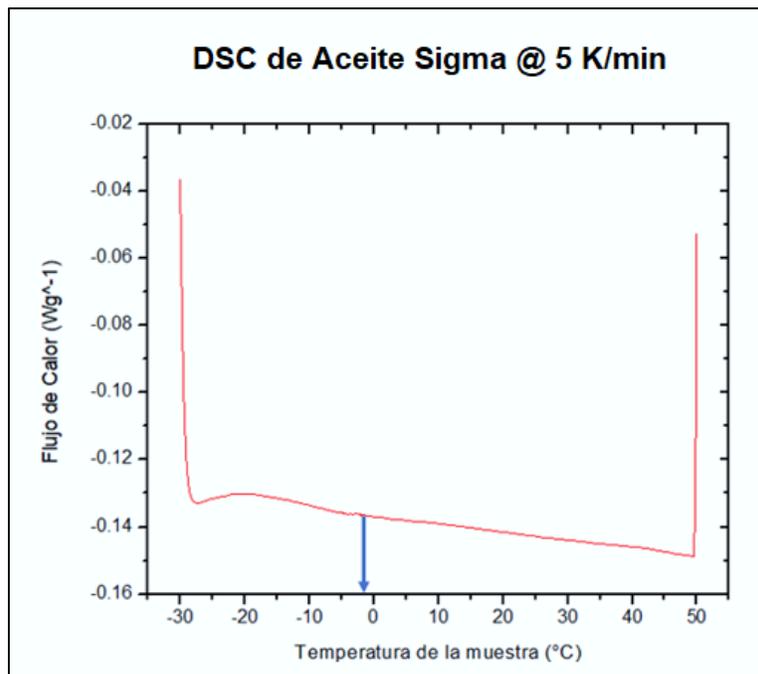


Figura 3- 15. Temperatura de fusión de parafinas a una velocidad de calentamiento de 5 K/min resultado del Análisis DSC de la muestra de aceite Sigma.

❖ **Análisis de estabilidad**

Se realizó un estudio de estabilidad con el equipo Turbiscan. Este estudio tiene por objeto reportar la facilidad con la que se separan los aceites pesados y extrapesados que contienen asfáltenos, diluidos en sustancias reactivas. Lo cual lo reporta el software del equipo con un número de “separabilidad”, como se observa en la **Figura 3- 16**.

La muestra diluida en heptano y tolueno se introduce al equipo para que los asfáltenos se puedan separar y después de 15 minutos de su análisis, se obtienen los resultados de estabilidad. Al finalizar el experimento se puede visualizar el contenido de asfáltenos como

se aprecia en la **Figura 3- 17**. Los asfáltenos se han separado del aceite y estos, por gravedad caen al fondo de la probeta, en la parte superior se puede observar una fase líquida de color café claro, cuando al inicio la muestra tenía un color café oscuro, cercano a negro. Debido a la cantidad de asfáltenos que lograron separarse, la muestra se clasifica como una muestra de estabilidad media.

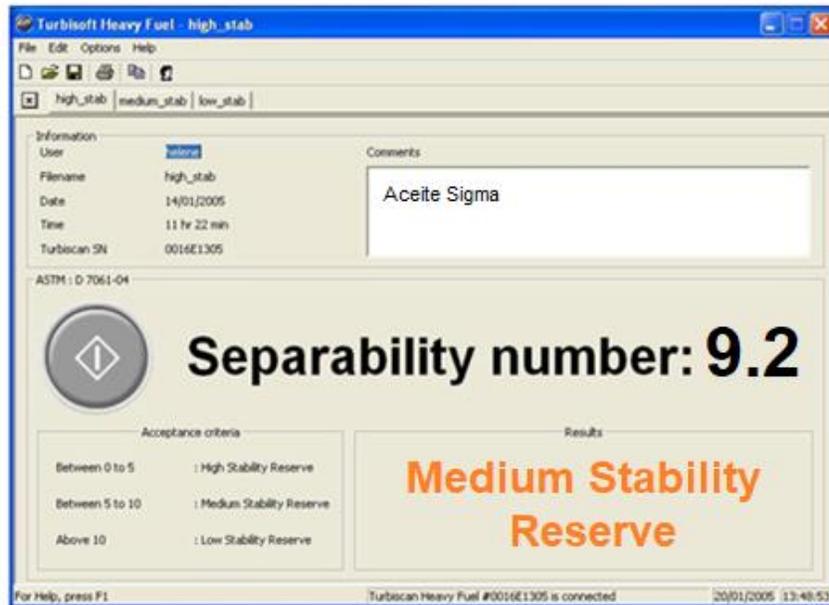


Figura 3- 16. Resultado obtenido del análisis de estabilidad del aceite Sigma.

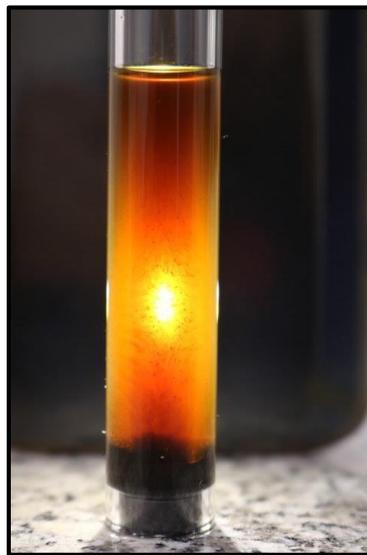


Figura 3- 17. Muestra del aceite Sigma después de la prueba de estabilidad.

3.4.2. Aceite Gamma

❖ *Análisis Composicional*

La **Tabla 3- 11** presenta los resultados obtenidos del análisis composicional de la muestra del aceite Gamma, en donde se observa que el componente principal de este aceite es el C1 en un rango del 65% y en segundo lugar se encuentran los componentes pesado C7+ en un rango aproximado del 30% y el resto de los componentes sólo forman un 5% aproximadamente de la composición total.

Tabla 3- 11. Análisis composicional del aceite Gamma (Terrazas, 2016).

| Componente | % Mol |
|------------|---------|
| N2 | 0.2439 |
| CO2 | 0.0768 |
| C1 | 65.5731 |
| C2 | 1.685 |
| C3 | 1.3512 |
| i-C4 | 0.3079 |
| n-C4 | 0.3919 |
| i-C5 | 0.3212 |
| n-C5 | 0.1555 |
| C6 | 1.0807 |
| C7+ | 28.8128 |

❖ *Análisis SARA*

En la **Tabla 3- 12** se observan los resultados del análisis SARA realizado para la muestra del aceite Gamma, en la cual se determinaron los porcentajes en peso de los saturados, que son los componentes que se encuentran más presentes en la muestra, el contenido de

aromáticos también representa un porcentaje importante en la muestra, y las resinas y asfáltenos se encuentran en menor proporción.

Tabla 3- 12. Resultados del Análisis SARA de la muestra de aceite Gamma.

| Análisis SARA (% peso) | |
|-------------------------------|--------|
| Saturados | 66.133 |
| Aromáticos | 23.234 |
| Resinas | 10.587 |
| Asfáltenos | 0.045 |
| Inorgánicos | 0.01 |
| IIC | 1.957 |

Con los datos obtenidos del Análisis SARA también se determinó el Índice de Inestabilidad Coloidal (IIC). De acuerdo a la escala de este Índice el aceite Gamma se encuentra en el siguiente rango:

- Si $CII > 0.9$, el crudo es inestable

❖ **Densidad y Viscosidad**

También se determinaron la viscosidad dinámica en mm^2/s , viscosidad cinemática en $\text{mPa}\cdot\text{s}$ y la densidad en g/cm^3 , a condiciones atmosféricas, de la muestra del aceite Gamma en un rango de temperatura de 20°C hasta 85°C , como se aprecia en la **Figura 3- 18**. No se pudo cuantificar estas propiedades hasta la temperatura de 100°C debido a que a partir de 85°C en adelante los resultados que se obtuvieron eran inestables y no representativos debido a la inestabilidad que presenta el aceite Gamma.

El comportamiento de la viscosidad (**curva roja**) presenta la mayor disminución partiendo de 20°C a 30°C , alrededor del orden de $20 \text{ mPa}\cdot\text{s}$. Al realizar la medición de 30°C a 40°C sólo disminuye $10 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, después de los 50°C la reducción de la viscosidad es menor y al llegar a 80°C la viscosidad presenta un comportamiento ligeramente lineal. Los valores de viscosidad se encuentran en un rango de 49.67 hasta $4.71 \text{ mPa}\cdot\text{s}$.

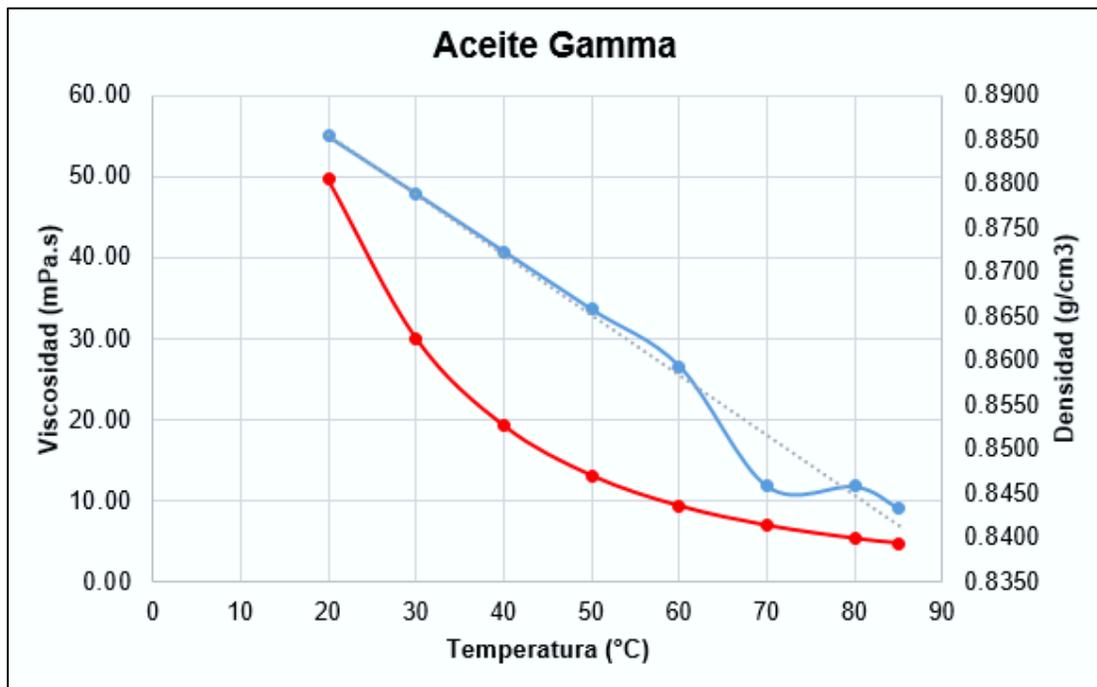


Figura 3- 18. Comportamiento de la viscosidad y densidad del Aceite Gamma.

La densidad (**recta azul**) sigue una tendencia prácticamente lineal, exceptuando por una desviación a 60°C y un súbito decremento de aproximadamente 0.02 g/cm³ a la temperatura de 70°C, después de llegar a esta temperatura su comportamiento vuelve a seguir una tendencia prácticamente lineal. Los valores de densidad se encuentran en un rango de 0.8854 a 0.8433 g/cm³.

❖ **Parafinas totales y cristalizables**

La **Figura 3- 19** muestra el resultado del estudio realizado para determinar la cantidad de parafinas totales y cristalizables de la muestra de aceite Gamma, se observa que el contenido de parafinas es alto, mayor al 80%, sin embargo, el porcentaje de parafinas cristalizables es mínimo, aunque es importante utilizar estos resultados obtenidos en conjunto con otros experimentos para confirmar que las diluciones no tendrán problemas de cristalización de parafinas.

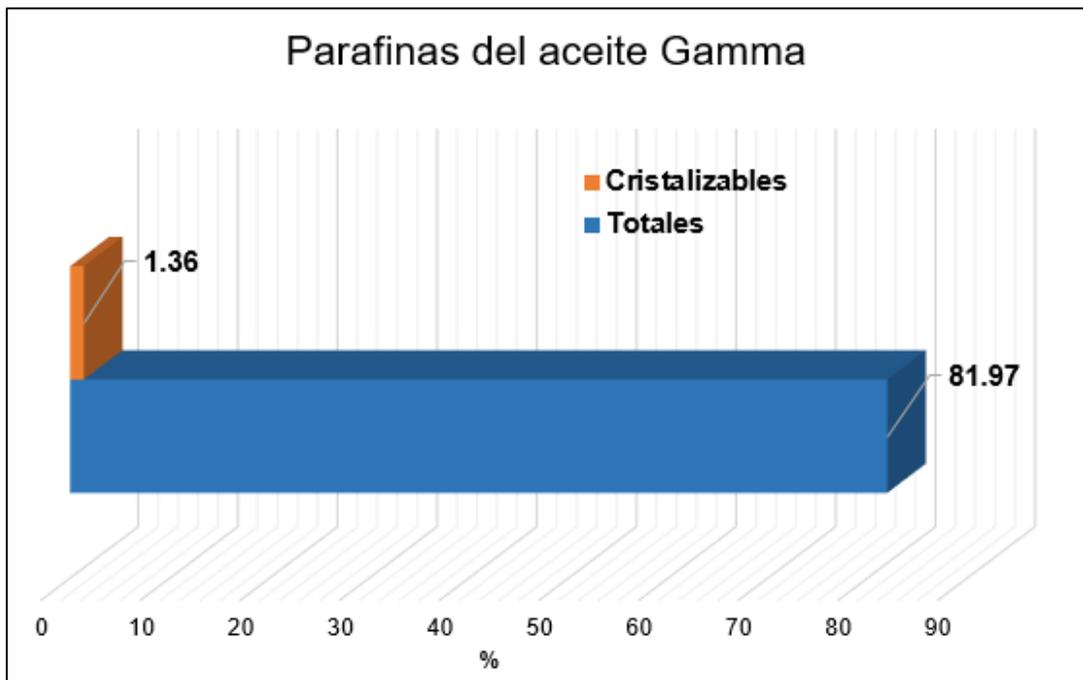


Figura 3- 19. Análisis de las parafinas del Aceite Gamma.

❖ TGA

Las curvas resultantes del análisis de termogravimetría del aceite Gamma se muestra en la **Figura 3- 20**. Para el análisis también se prepararon tres muestras del Aceite Gamma, con la primera muestra se realizó el análisis a una tasa de calentamiento de 10 K/min, con la segunda se hizo a 12 K/min y con la tercera se realizó el análisis a 15 K/min a condiciones de presión atmosférica y se programó a una temperatura inicial de 25°C hasta 600°C.

Se puede observar que al inicio las tres muestras del aceite Gamma a las tres velocidades diferentes de calentamiento presentan el mismo comportamiento prácticamente lineal, hasta llegar a la temperatura de 120°C aproximadamente, a partir de esta temperatura y hasta 480°C es el rango de temperaturas en donde existe la mayor pérdida de porcentaje de masa.

Las curvas se separan ligeramente, concluyendo que, a una mayor velocidad, en este caso a 15 K/min existe una menor pérdida de porcentaje de masa; se observa que a una temperatura de calentamiento de 200°C la pérdida de masa es alrededor del 10%. Se perdió un 50% del total de la masa de las muestras a una temperatura de 300°C con las

velocidades de calentamiento de 10 y 12 K/min. Para la velocidad de calentamiento de 15 K/min se perdió el mismo porcentaje de la masa a una temperatura de 320°C.

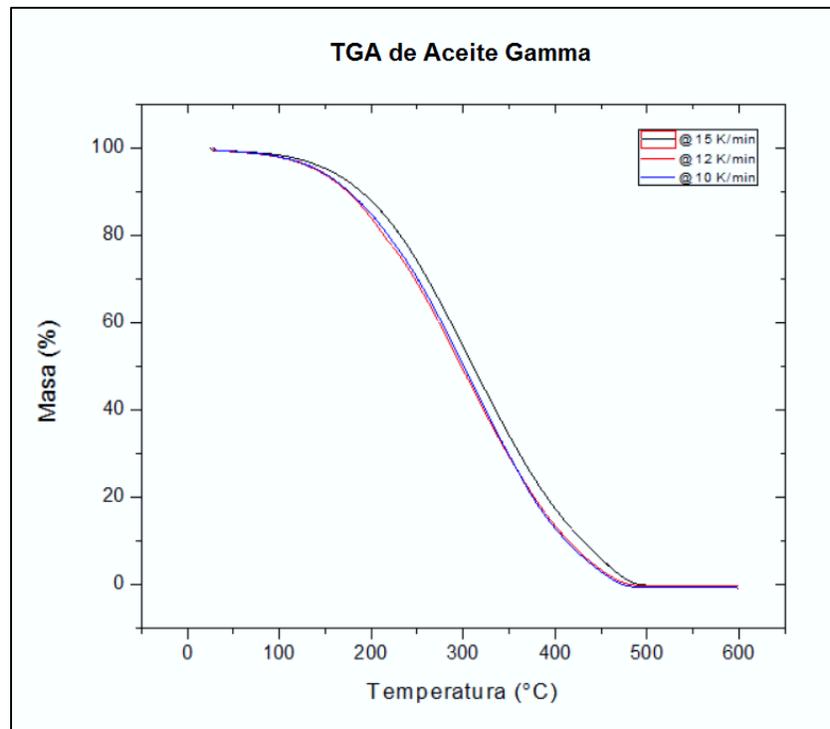


Figura 3- 20. Resultado del análisis termogravimétrico, TGA de la muestra de aceite Gamma.

❖ DSC

La muestra del aceite Gamma se analizó por la técnica experimental DSC a una temperatura inicial de 50°C y una temperatura final de -30°C, el experimento se realizó a cuatro velocidades de calentamiento diferentes, a 5 K/min, 4 K/min, 2 K/min y a 1 K/min, ya que el ordenamiento molecular depende del gradiente térmico. Se les proporcionó a las muestras un tiempo de estabilización de 5 minutos para que se lleven a cabo todos los procesos termodinámicos debido a la naturaleza pseudoplástica del aceite.

En la **Figura 3- 21** se muestra un acercamiento de una parte de la gráfica resultante del análisis DSC correspondiente a una velocidad de enfriamiento de 4 K/min, la curva se generó iniciando a una temperatura de 50 °C hasta llegar a -30°C. A una temperatura de 2°C se observa que comienzan a cristalizarse las parafinas, debido al cambio de la pendiente que se observa en la curva. Las primeras parafinas que se comienzan a cristalizar son las parafinas de alto peso molecular.

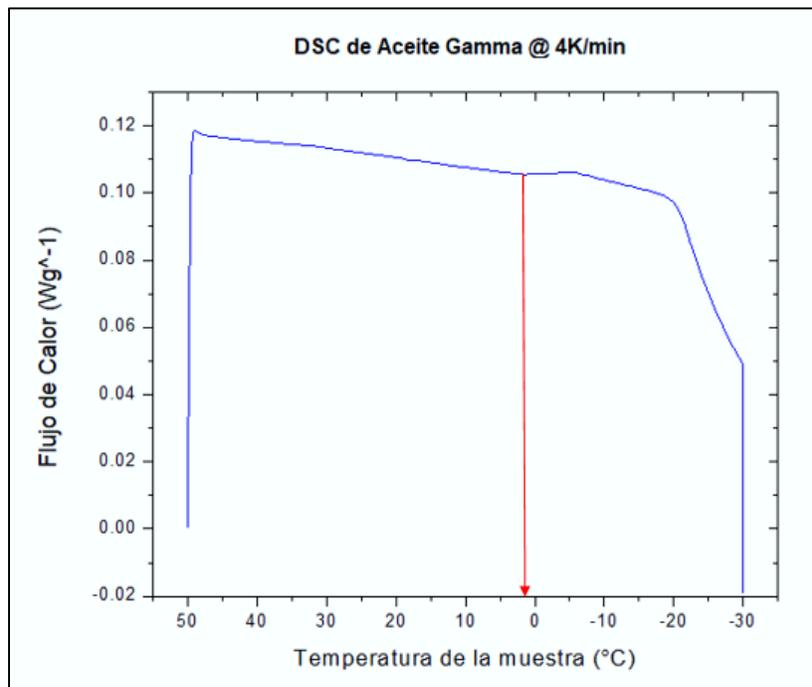


Figura 3- 21. Temperatura de cristalización de parafinas a una velocidad de enfriamiento de 4°K/min resultado del Análisis DSC de la muestra de aceite Gamma.

La **Figura 3- 22** presenta un acercamiento de la gráfica obtenida del análisis DSC, en la que a partir de -30°C la muestra del aceite Gamma se calentó hasta llegar a una temperatura de 50°C a una velocidad de calentamiento de 4 K/min. Al inicio se muestra que la curva seguirá una tendencia curva, pero drásticamente la curva comienza a descender, cuando ocurre este cambio en la tendencia es debido a que las parafinas se están fusionando, lo cual ocurre a -18°C. En este caso las primeras parafinas en fundirse son las de menor peso molecular.

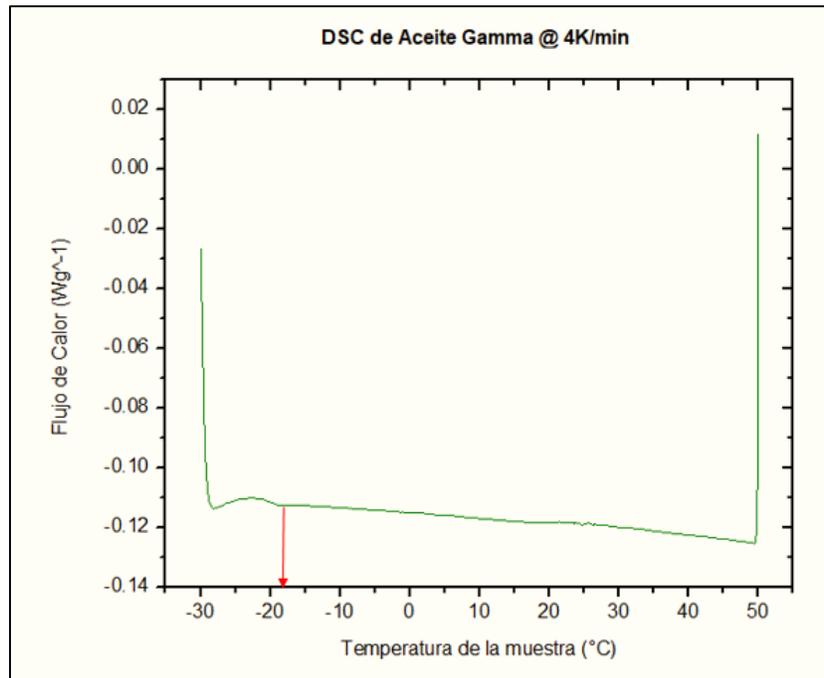


Figura 3- 22. Temperatura de fusión de parafinas a una velocidad de calentamiento de 4°K/min resultado del Análisis DSC de la muestra de aceite Gamma.

❖ **Análisis de estabilidad**

Se llevó a cabo un estudio de estabilidad con el equipo Turbiscan, el cual determinó que el Aceite Gamma es altamente estable, de acuerdo con la escala que maneja el equipo, la cual se basa en la estabilidad de los asfáltenos contenidos en la muestra. El resultado obtenido se muestra en la **Figura 3- 23**.

La muestra no presentó una alta cantidad de asfáltenos al fondo de la probeta, fueron prácticamente imperceptibles y el color de la muestra no cambió del original, se conservó un color café claro. Debido a esto se considera que la muestra tiene una alta estabilidad.



Figura 3- 23. Resultado obtenido del análisis de estabilidad del Aceite Gamma.

3.5. Preparación de las mezclas de los aceites Sigma-Gamma

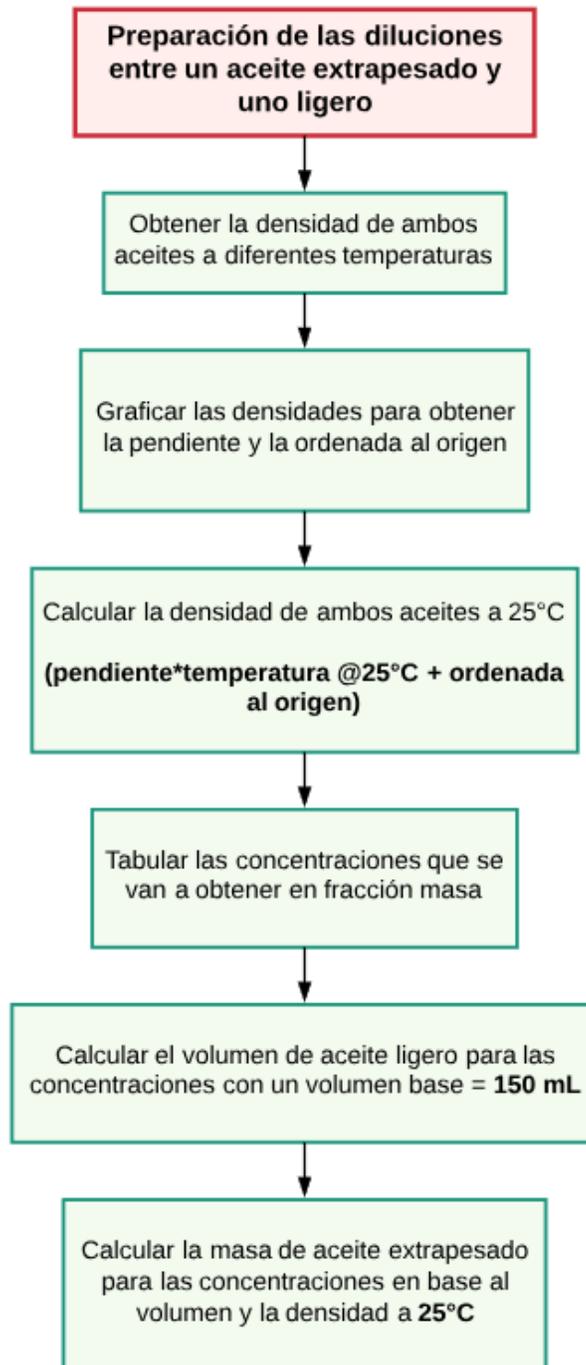


Figura 3- 24. Flujo de trabajo para la determinación del volumen de aceite ligero y la masa de aceite extrapesado para las diferentes concentraciones.

Se realizaron 7 diluciones en diferentes concentraciones de aceite ligero, 1%, 5%, 10%, 15%, 20%, 25% y 30%. A continuación, se presenta un diagrama en la **Figura 3- 24** que muestra el flujo de trabajo que fue la base para determinar las masas y volúmenes necesarios para hacer las diluciones entre un el aceite Sigma (aceite extrapesado) y el aceite Gamma (aceite ligero) a diferentes concentraciones.

Como se mencionó anteriormente, se realizaron pruebas experimentales para obtener la densidad del aceite Sigma (aceite extrapesado) en un rango de temperaturas de 20 a 95°C y también se obtuvo la densidad del aceite Gamma (aceite ligero) en un rango de temperaturas de 20 a 85 °C. Para ambos aceites se obtuvieron gráficas del comportamiento de su densidad con respecto a la temperatura y para describir su comportamiento se trazó una línea de tendencia y se obtuvieron sus pendientes, así como sus ordenadas al origen como se observa en la **Tabla 3- 13**.

Tabla 3- 13. Resultados obtenidos de los datos de las gráficas de densidad.

| | Aceite Sigma (extrapesado) | Aceite Gamma (ligero) |
|-------------------------|---------------------------------------|----------------------------------|
| Pendiente de la gráfica | -0.00063 | -0.00068 |
| Ordenada al origen | 1.02111 | 0.89902 |

Con los datos que se obtuvieron se realizó el cálculo para obtener las densidades de ambos aceites a una temperatura de 25 °C, ya que se considera que esta es la temperatura ambiente y no se realizó la medición a esta temperatura en el densímetro.

Se realiza la **Tabla 3- 14** en donde se fijan las proporciones de ambos aceites que se desean obtener en fracción masa.

Para obtener el volumen de aceite Gamma que le corresponde a cada dilución, se tomó un volumen base de 150 mL, éste se multiplica por las concentraciones de la **Tabla 3- 14**, para ambos aceites, pero solo se tomará en cuenta el volumen del aceite ligero; ya que la proporción del aceite extrapesado está en función de la masa.

Debido a que se trata de un aceite ligero su proporción se determina en función del volumen, midiéndose con la ayuda de una probeta graduada como se muestra en la **Figura 3- 25**, para cada concentración.

Tabla 3- 14. Proporción en fracción masa de las concentraciones para las diluciones que se desean obtener.

| Concentración de Aceite Sigma (extrapesado) | Concentración de Aceite Gamma (ligero) |
|---|--|
| 0.99 | 0.01 |
| 0.95 | 0.05 |
| 0.9 | 0.1 |
| 0.85 | 0.15 |
| 0.8 | 0.2 |
| 0.75 | 0.25 |
| 0.7 | 0.3 |



Figura 3- 25. Medición del aceite Gamma para la preparación de las diferentes diluciones.

Para obtener la masa en gramos del aceite extrapesado Sigma de cada concentración, se toman como base los cálculos anteriores de volumen a las diferentes concentraciones y cada dato del aceite Sigma se multiplica por la densidad obtenida a 25 °C.



Figura 3- 26. Medición del aceite Sigma para la preparación de las diferentes diluciones.

Para medir la masa del aceite Sigma se utilizó una balanza analítica, se consideró la masa del vaso que contiene a cada muestra y se taro para despreciarla (**Figura 3- 26**) y así poder obtener la masa correspondiente a los resultados mostrados en la **Tabla 3- 15**.

Tabla 3- 15. Masa calculada del aceite Sigma y volumen calculado del aceite Gamma para las diferentes concentraciones de dilución.

| Concentración de dilución de aceite ligero | Masa del Aceite Sigma (gramos) | Volumen del Aceite Gamma (mL) |
|--|--------------------------------|-------------------------------|
| 1% | 149.3 | 1.5 |
| 5% | 143.3 | 7.5 |
| 10% | 135.7 | 15 |
| 15% | 128.2 | 22.5 |
| 20% | 120.6 | 30 |
| 25% | 113.1 | 37.5 |
| 30% | 105.6 | 45 |

Una vez que se cuantificaron las masas de aceite Sigma y los volúmenes de aceite Gamma para todas las concentraciones, se vertió el volumen de aceite ligero en el aceite extrapesado y se llevó a cabo una homogeneización de las muestras con un motor a 180

revoluciones por minuto (**Figura 3- 27**) por un tiempo aproximado de 2 a 4 horas para asegurar una buena homogeneización.



Figura 3- 27. Homogeneización de la muestra de aceite a una concentración del 1% de aceite Gamma.

La homogeneización es un aspecto sumamente importante, debido a que se igualan las condiciones o proporciones. Desde el punto de vista de la Industria Química, se ajustan las variaciones químicas que se presentan en los componentes que conforman un elemento dentro del proceso.

Se han desarrollado diversos procesos de homogeneización, como:

- 1. Proceso Fuller.**

Este es un proceso de mezcla por aire, al que también se le conoce como sistemas por cuadrantes. En este caso, los puntos de dispersión de los fondos se encuentran en cuadrantes, de los cuales, cada uno actúa como cuadrante de mezcla según cierta secuencia, mientras que los otros tres cuadrantes actúan como cuadrantes de aireación (**Levitt, 1980**).

El volumen de aire para mezcla alcanza el 75% y el aire para los tres cuadrantes de aireación utiliza el 25% del aire total. Debido a esto, se crea una columna de material aireado, de pequeña densidad, por encima del cuadrante de mezcla.

El material sobre los cuadrantes de aireación, altamente denso, penetra de modo constante en la columna de material dispuesta sobre el cuadrante de mezcla y desplaza el material

ligero hacia arriba, con lo que se establece una circulación vertical y permanente del material, como se observa en la **Figura 3- 28**.

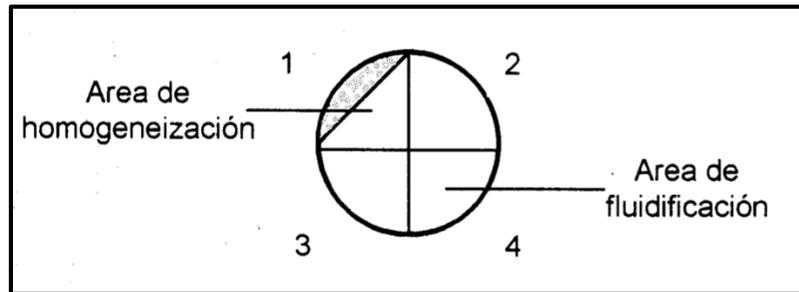


Figura 3- 28. Esquema del proceso Fuller (Levitt, 1980).

Cada uno de los cuatro cuadrantes se alimenta de aire para mezclar a intervalos de tiempo, que se han fijado anteriormente, con lo cual se logra alcanzar una homogeneización casi perfecta del aceite.

Dependiendo de las propiedades del aceite, puede resultar ventajoso introducir el aire de mezcla por pulsaciones en lugar de hacerlo de modo continuo. Al introducirse el aire por pulsaciones se consigue un grado de fluidificación más alto y mayor movilidad en el crudo para la misma cantidad de aire. La pulsación suministra una distribución del aire más amplia y regular.

Los requerimientos de energía eléctrica y de aire para la homogeneización del aceite dependen de la composición de este a la entrada del sistema, lo cual prolonga o acorta el tiempo de mezcla y el requerimiento necesario de aire.

2. Sistema de homogeneización Polysius.

Al igual que el proceso anterior, este proceso consiste en sectores. Se airean simultáneamente, dos sectores diametralmente opuestos a intervalos de tiempo con fluidificación constante, **Figura 3- 29**.

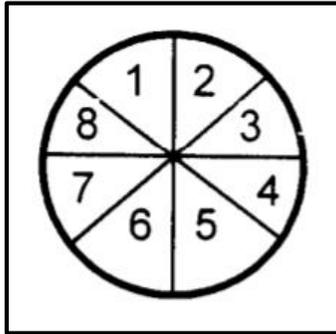


Figura 3- 29. Esquema del proceso Polysius (Levitt, 1980).

3. Proceso de homogeneización por franjas.

En este proceso la superficie del fondo de homogeneización está dividido en cinco franjas de mezcla, como se presenta en la **Figura 3- 30**.

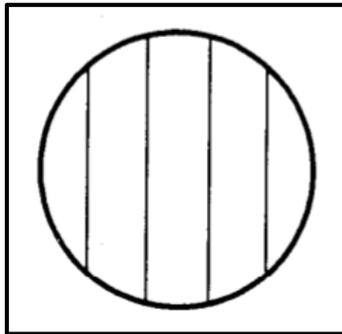


Figura 3- 30. Esquema del proceso por franjas (Levitt, 1980).

4. Proceso de homogeneización por anillos “Proceso Geiser”.

Este sistema es similar al sistema de homogeneización por franjas. Para este proceso, el fondo está dividido en cinco anillos circulares, como se observa en la **Figura 3- 31**. La operación con aire de mezcla y de aireación para soltar partículas del aceite se efectúa como en la homogeneización por franjas (**Levitt, 1980**).

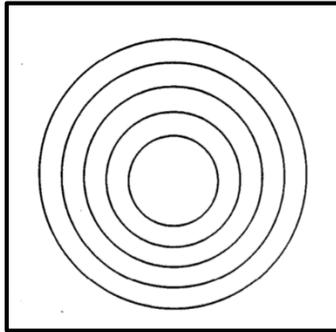


Figura 3- 31. Esquema del proceso Geiser (Levitt, 1980).

Finalmente, como se observa en la **Figura 3- 32**, considerando los aspectos importantes de la homogeneización; realizando un proceso Fuller, por cuadrantes y considerando un incremento de temperatura en las diluciones para obtener una mejor homogeneización y proporcionando el tiempo adecuado para conseguirlo, se obtuvieron las 7 diluciones a diferentes concentraciones.

Es de suma importancia enfatizar que cada vez que se llevó a cabo algún estudio experimental con estas muestras, se homogeneizaron, ya que, por diversos factores como la temperatura, separación de fases por gravedad o agitación, las condiciones y características de las muestras pueden cambiar. Por lo que, para asegurar que se cuente con una muestra representativa, esta debe estar homogeneizada.

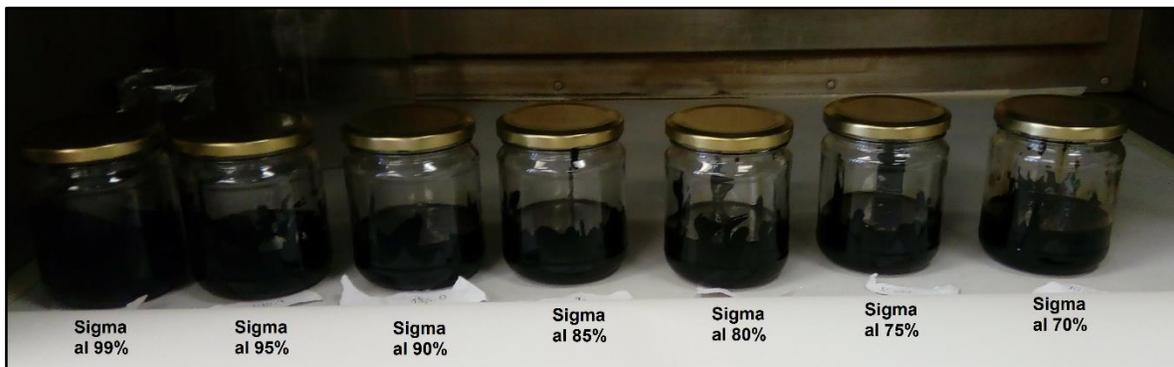


Figura 3- 32. Muestras de dilución de aceite Sigma con aceite Gamma a diferentes concentraciones.

4. Análisis y discusión de datos experimentales

En este capítulo se llevará a cabo la interpretación de los resultados obtenidos de las pruebas de laboratorio (densidad-viscosidad, TGA, DSC y estabilidad) de las siete diluciones que se realizaron a diferentes concentraciones entre el aceite Sigma y el aceite Gamma, así como para ambos aceites en sus concentraciones del 100%. Con el objetivo, posteriormente, de realizar los análisis de estabilidad y compatibilidad de las muestras.

El análisis de los resultados experimentales se presentarán en el mismo orden en el que se describieron las técnicas experimentales en el Capítulo anterior. En primera instancia, se describe el comportamiento de la densidad y viscosidad de los sistemas, posteriormente se describe el comportamiento de los estudios termogravimétricos TGA, a continuación, se describen los estudios de Calorimetría Diferencial de Barrido DSC y, por último, se describe el comportamiento del análisis de estabilidad, para determinar si es factible llevar a cabo las diluciones entre el aceite Sigma y el aceite Gamma, sin que se presente algún efecto desfavorable al mezclarlos.

4.1. Densidad y viscosidad

❖ *Aceite Sigma al 100%*

En el Capítulo 3, se especificó el procedimiento y las condiciones que se llevaron a cabo para realizar las mediciones de viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y densidad para el aceite Sigma en una concentración del 100%, la **Tabla 4- 1** muestra los resultados obtenidos de los experimentos. De acuerdo a los resultados de viscosidad cinemática y viscosidad dinámica, se puede observar que las mediciones se reducen aproximadamente a la mitad cuando se parte de una temperatura de 50°C a 60°C, es decir, de 5,584.6 mPa.s aumentando la temperatura 10°C la viscosidad se reduce a 2,305.7 mPa.s; posteriormente se continua presentando esta tendencia, a 70°C la viscosidad se reduce a 1,057.3 mPa.s, a 80°C se reduce la viscosidad a 527.2 mPa.s, a 90°C la viscosidad se reduce a 294 mPa.s y finalmente a 100°C el valor de la viscosidad desciende a 176.9 mPa.s. Los resultados de viscosidad dinámica también presentan un comportamiento muy cercano al de la viscosidad cinemática. Con los resultados de densidad obtenidos, se clasifica el aceite Sigma como un

aceite extrapesado, ya que presenta una densidad de 1.0085 g/cm³ a 20°C. Con el viscosímetro Stabinger, se pudo determinar la gravedad API, la cual fue de 8.24°.

Tabla 4- 1. Resultados de viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y densidad del aceite Sigma.

| Temperatura (°C) | Viscosidad Cinemática (mPa.s) | Viscosidad Dinámica (mm ² /s) | Densidad (g/cm ³) |
|-------------------------------|-------------------------------------|--|----------------------------------|
| 20 | | | 1.0085 |
| 30 | | | 1.0025 |
| 40 | | | 0.9970 |
| 50 | 5584.6 | 5639.3 | 0.9942 |
| 60 | 2305.7 | 2343.3 | 0.9839 |
| 70 | 1057.3 | 1081.3 | 0.9778 |
| 80 | 527.2 | 542.7 | 0.9714 |
| 90 | 294.0 | 304.6 | 0.9651 |
| 95 | 227.1 | 236.1 | 0.9620 |
| 100 | 176.9 | 184.5 | 0.9588 |
| Densidad API a 15 °C = | | 1.013 | g/cm ³ |
| ° API = | | 8.24 | |

❖ **Aceite Gamma al 100%**

En el Capítulo 3 también se especificaron las condiciones en las que se determinaron la densidad y las viscosidades para el aceite Gamma, y se muestra el comportamiento de la gráfica que se obtuvo con los datos que se presentan en la **Tabla 4- 2**. Como se mencionó, no se realizaron mediciones de densidad ni viscosidad, a temperaturas mayores de 85°C, debido a que se presentaron datos inestables de medición, causados por el calentamiento, que provoca la migración de los compuestos más volátiles del crudo hacia la fase gas. Esta pérdida de livianos ocasiona una disminución de volumen del crudo calentado y una

disminución en su gravedad API, por lo que se generaban burbujas al circular la muestra de aceite Gamma en el viscosímetro.

En este caso se realizaron mediciones a temperaturas menores, iniciando con 20°C, en donde se observa que la densidad de 0.885 g/cm³, la cual es relativamente baja, así como la viscosidad cinemática, la cual se acerca a 50 mPa.s, aumentando 10°C, es decir, a 30°C se registró una disminución de 20 unidades, obteniendo una viscosidad cinemática de 30 mPa.s, aumentando 10°C más, a 40°C se obtuvo una disminución cercana a 10 unidades, registrando una viscosidad de 19 mPa.s, posteriormente, a 50°C se obtuvo una viscosidad de 13 mPa.s, obteniéndose una reducción de 6 unidades, a una temperatura de 60°C se registró una viscosidad de 9 mPa.s, finalmente se obtuvo una reducción de viscosidad de la unidad a 80°C, registrándose una viscosidad final de 5 mPa.s, siendo este valor 100 veces menor al valor de viscosidad registrado del aceite Sigma a 80°C.

Tabla 4- 2. Resultados de viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y densidad del aceite Gamma.

| Temperatura (°C) | Viscosidad Cinemática (mPa.s) | Viscosidad Dinámica (mm ² /s) | Densidad (g/cm ³) |
|-------------------------------|--------------------------------------|--|----------------------------------|
| 20 | 49.67 | 56.109 | 0.8854 |
| 30 | 30.02 | 34.155 | 0.8789 |
| 40 | 19.23 | 22.047 | 0.8724 |
| 50 | 13.06 | 15.089 | 0.8658 |
| 60 | 9.31 | 10.829 | 0.8594 |
| 70 | 6.90 | 6.262 | 0.8458 |
| 80 | 5.30 | 6.262 | 0.8458 |
| 85 | 4.71 | 5.585 | 0.8433 |
| 90 | No se pudo llegar a esta temperatura | | |
| 100 | No se pudo llegar a esta temperatura | | |
| Densidad API a 15 °C = | | 0.888 | g/cm ³ |
| ° API = | | 27.87 | |

Se presenta la **Figura 4- 1** en donde se observa el comportamiento de la densidad del aceite Sigma (**recta verde**) y del aceite Gamma (**recta azul**), en sus concentraciones del 100%. Ambos aceites presentan una tendencia lineal, la densidad disminuye proporcionalmente conforme aumenta la temperatura, exceptuando por el dato de densidad a 50°C para el aceite Sigma, el cual se desvía ligeramente de la tendencia, dando como resultado un valor de densidad ligeramente mayor de 0.9942 g/cm³, para las siguientes temperaturas los valores de densidad siguen la tendencia esperada. En el caso del aceite Gamma, el dato de densidad obtenido a 70°C se alejan de la tendencia, dando como resultado un valor de densidad ligeramente menor al esperado, de 0.8458 g/cm³, posteriormente para las últimas temperaturas de 80 y 85°C se obtuvieron valores de densidad que siguen la tendencia esperada.

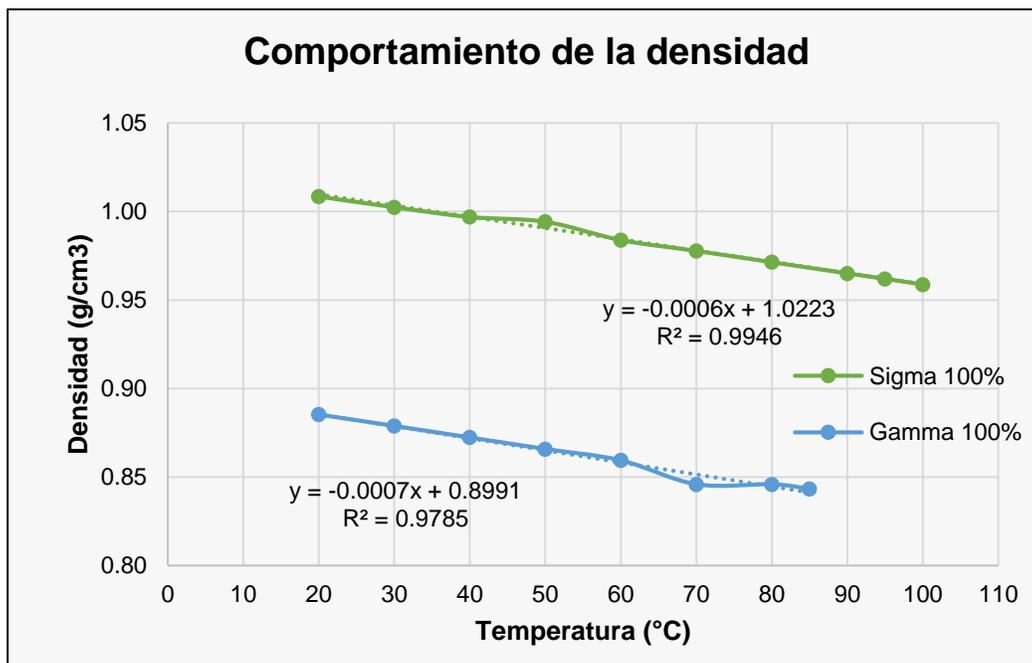


Figura 4- 1. Comportamiento de la densidad y de la viscosidad del aceite Sigma (verde) al 100% y del aceite Gamma (azul) al 100% a diferentes temperaturas.

A continuación y para fines prácticos de presentar los resultados obtenidos, se empleará la notación (**x%-y%**) donde **x** representa el porcentaje de aceite Sigma (aceite extrapesado) que contiene la dilución, mientras **y** representa el porcentaje de aceite Gamma (aceite ligero) que contiene la dilución.

❖ **Dilución (99%-1%)**

Se determinó la viscosidad cinemática en mPa.s y la viscosidad dinámica en mm²/s, a partir de 50°C debido a que la diluciones no pudieron circular a través del viscosímetro a una temperatura menor, por lo que se tuvo que realizar un calentamiento previo de todas las diluciones. Para realizar las mediciones a 20°C, 30°C y 40°C se utilizó un fluido estándar que cubrió el rango de viscosidad de esta muestra de aceite, debido a que el equipo maneja las mediciones simultáneamente.

Según los resultados obtenidos del experimento en la **Tabla 4- 3**, la concentración del 1% de aceite Gamma y 99% de aceite Sigma, la cual tiene una gravedad API de 8.26°, medida a 15°C, además presenta densidades mayores a 0.95 g/cm³, por lo que se clasifica como un aceite extrapesado.

Tabla 4- 3. Resultados de viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y densidad de la dilución (99%- 1%).

| Temperatura (°C) | Viscosidad Cinemática (mPa.s) | Viscosidad Dinámica (mm ² /s) | Densidad (g/cm ³) |
|-------------------------------|-------------------------------------|--|----------------------------------|
| 20 | | | 1.0083 |
| 30 | | | 1.0021 |
| 40 | | | 0.9967 |
| 50 | 5819.3 | 5885.2 | 0.9888 |
| 60 | 2413.3 | 2452.5 | 0.9840 |
| 70 | 1120.1 | 1145.4 | 0.9779 |
| 80 | 568.9 | 585.5 | 0.9716 |
| 90 | 310.3 | 387.0 | 0.9653 |
| 95 | 243.8 | 253.3 | 0.9624 |
| 100 | 187.3 | 195.3 | 0.9591 |
| Densidad API a 15 °C = | | 1.012 | g/cm ³ |
| ° API = | | 8.26 | |

En la **Figura 4- 2** se presenta la gráfica del comportamiento de la viscosidad cinemática (**curva azul**) y la densidad (**recta gris**) de la concentración de 1% de aceite ligero y 99% de aceite extrapesado. La densidad presenta un comportamiento prácticamente lineal que inicia con un valor de 1.01 g/cm³ a 20°C y disminuye a 0.96 g/cm³ a una temperatura de 100°C, exceptuando por el valor obtenido a 50°C, que presenta un valor ligeramente menor al de la tendencia.

La viscosidad presenta una tendencia exponencial, la cual disminuye drásticamente desde aproximadamente 6,000 mPa.s a 50°C hasta 2,000 mPa.s a 60°C, siendo este el cambio más significativo en la viscosidad de esta dilución.

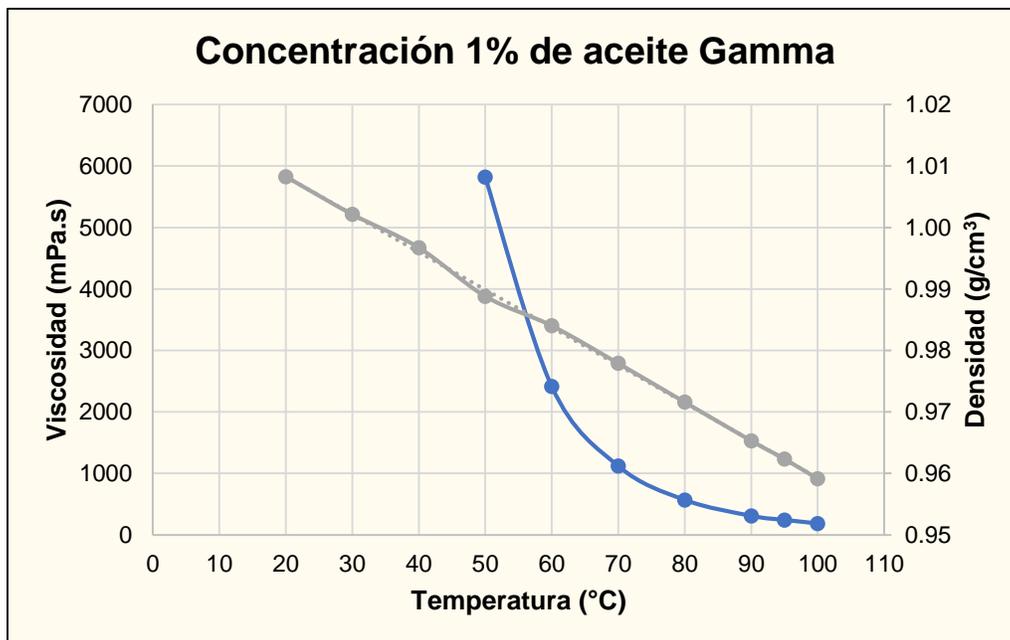


Figura 4- 2. Comportamiento de la densidad y de la viscosidad de la dilución (99%- 1%).

❖ **Dilución (95%-5%)**

En la **Tabla 4- 4** se presentan los valores que se obtuvieron experimentalmente de viscosidades y densidad, para la concentración de dilución del 5% de aceite ligero (aceite Gamma) y 95% de aceite extrapesado (aceite Sigma).

Tabla 4- 4. Resultados de viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y densidad de la dilución (95%-5%).

| Temperatura (°C) | Viscosidad Cinemática (mPa.s) | Viscosidad Dinámica (mm ² /s) | Densidad (g/cm ³) |
|-------------------------------|-------------------------------------|--|----------------------------------|
| 20 | | | 1.0027 |
| 30 | | | 0.9970 |
| 40 | | | 0.9911 |
| 50 | 4145.2 | 4220.3 | 0.9822 |
| 60 | 1773.3 | 1812.0 | 0.9786 |
| 70 | 834.7 | 858.4 | 0.9724 |
| 80 | 429.8 | 444.9 | 0.9660 |
| 90 | 239.6 | 249.7 | 0.9596 |
| 95 | 182.2 | 190.5 | 0.9561 |
| 100 | 138.0 | 144.8 | 0.9529 |
| Densidad API a 15 °C = | | 1.007 | g/cm ³ |
| ° API = | | 9.08 | |

La **Figura 4- 3** muestra el comportamiento de la viscosidad cinemática (**curva naranja**) y de la densidad (**recta verde**) en función de la temperatura. Se determinó la densidad en un rango de temperatura de 20°C a 100°C y la viscosidad se determinó de 50°C a 100°C, debido a que la dilución a esta concentración tiene una gravedad API de 9.08°, por lo que la muestra tampoco circulo a través del equipo de medición Stabinger, por lo que también se llevo a cabo un calentamiento previo de la muestra.

La densidad se encuentra en un rango de 1.0 g/cm^3 a 20°C y disminuye hasta 0.95 g/cm^3 a 100°C , presentando un comportamiento lineal, a excepción del dato de densidad registrado a 50°C , el cual, como se observa se aleja ligeramente de la tendencia, presentando un valor menor del esperado de 0.9888 g/cm^3 .

La viscosidad presenta un tendencia exponencial con una disminución drástica de la medición realizada en el rango de 50°C a 60°C con una diferencia mayor a $2,000 \text{ mPa}\cdot\text{s}$; como la diución anterior. También es importante considerar que presenta una disminución de la viscosidad de 60°C a 70°C de aproximadamente $1,000 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, posteriormente, la reducción de la viscosidad es menor para las siguientes temperaturas.

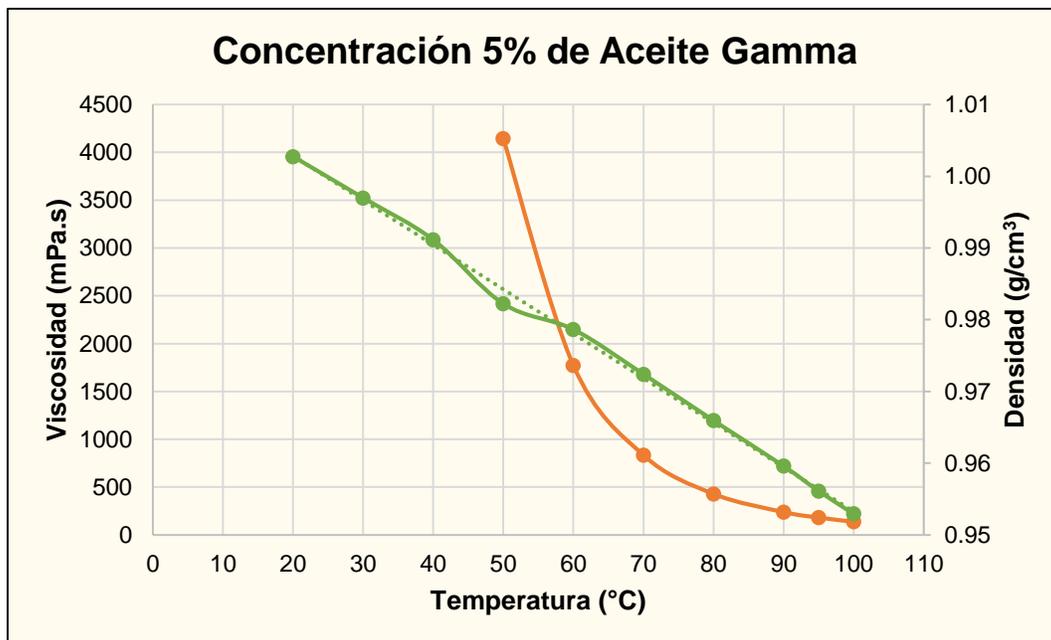


Figura 4- 3. Comportamiento de la densidad y de la viscosidad de la dilución (95%- 5%).

❖ **Dilución (90%-10%)**

En la **Tabla 4- 5** se presentan los datos obtenidos de los experimentos de viscosidad y densidad para la concentración del 10% de aceite ligero con el 90% de aceite extrapesado. Se determinó una gravedad API a 15°C de 9.38°, este aceite aún se clasifica como un aceite extrapesado, pero la viscosidad medida a 50°C se ha reducido en una magnitud aproximadamente de 400 mPa.s, en comparación con la dilución anterior, además también disminuyó la densidad.

Tabla 4- 5. Resultados de viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y densidad de la dilución (90%-10%).

| Temperatura (°C) | Viscosidad Cinemática (mPa.s) | Viscosidad Dinámica (mm ² /s) | Densidad (g/cm ³) |
|-------------------------------|-------------------------------------|--|----------------------------------|
| 20 | | | 1.0005 |
| 30 | | | 0.9946 |
| 40 | | | 0.9873 |
| 50 | 3729.7 | 3799.7 | 0.9816 |
| 60 | 1601.4 | 1640.7 | 0.9760 |
| 70 | 762.9 | 786.7 | 0.9698 |
| 80 | 399.8 | 415.0 | 0.9634 |
| 90 | 228.7 | 238.9 | 0.9573 |
| 95 | 176.8 | 185.3 | 0.9542 |
| 100 | 138.3 | 145.4 | 0.9511 |
| Densidad API a 15 °C = | | 1.004 | g/cm ³ |
| | ° API = | 9.38 | |

En la **Figura 4- 4** se puede observar el comportamiento de la densidad (**recta amarilla**), la cual presenta una tendencia lineal, iniciando con una densidad a 20°C de 1.0 g/cm³ hasta disminuir a 0.95 g/cm³ a una temperatura de 100°C.

La viscosidad (**curva verde**) registrada a 50°C fue de 3,729.7 mPa.s y disminuyó hasta 1,601.4 mPa.s a una temperatura de 60°C, presentando una diferencia mayor a 2,000 mPa.s. Otro aspecto sumamente interesante en comparación a los datos obtenidos de la concentración del 5% de aceite ligero, fue que a una temperatura de 50°C se obtuvo una viscosidad cinemática de 4,145 mPa.s y para la concentración del 10% de aceite ligero se obtuvo una viscosidad de 3,729 mPa.s a la misma temperatura, existiendo una diferencia cercana a 400 mPa.s aproximadamente, pero los datos de viscosidad final a 100°C son los mismos, 138 mPa.s para ambas concentraciones.

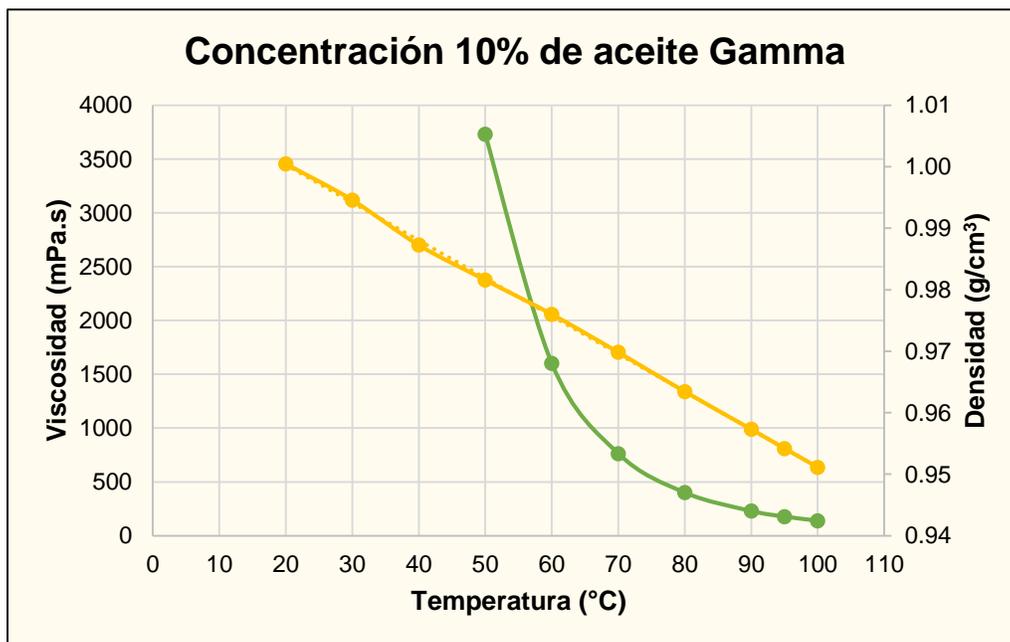


Figura 4- 4. Comportamiento de la densidad y de la viscosidad de la dilución (90%- 10%).

❖ **Dilución (85%-15%)**

La **Tabla 4- 6** muestra los resultados obtenidos de los experimentos de viscosidad en un rango de temperatura de 50 a 100°C y densidad en un rango de temperatura de 20 a 100°C, para la concentración del 15% de aceite Gamma y 85% de aceite Sigma. Para esta dilución se determinó una gravedad API de 10.7°, este valor se encuentra en el límite de la clasificación de aceite extrapesado.

Tabla 4- 6. Resultados de viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y densidad de la dilución (85%- 15%).

| Temperatura (°C) | Viscosidad Cinemática (mPa.s) | Viscosidad Dinámica (mm ² /s) | Densidad (g/cm ³) |
|-------------------------------|-------------------------------------|--|----------------------------------|
| 20 | | | 0.9915 |
| 30 | | | 0.9853 |
| 40 | | | 0.9794 |
| 50 | 1763.7 | 1812.9 | 0.9728 |
| 60 | 812.7 | 840.9 | 0.9665 |
| 70 | 413.1 | 430.2 | 0.9601 |
| 80 | 227.5 | 238.5 | 0.9539 |
| 90 | 135.2 | 142.7 | 0.9476 |
| 95 | 106.6 | 112.9 | 0.9446 |
| 100 | 85.1 | 90.4 | 0.9414 |
| Densidad API a 15 °C = | | 0.995 | g/cm ³ |
| | ° API = | 10.70 | |

La **Figura 4- 5** muestra el comportamiento de la densidad (**recta gris**) para una concentración del 15% de aceite ligero homogeneizado con 85% de aceite extrapesado. El comportamiento que presenta la densidad es un comportamiento lineal decreciente en función de la temperatura. El valor inicial de densidad a 20°C es de 0.99 g/cm³

aproximadamente, clasificándose como un aceite pesado convencional, en comparación a la concentración anterior, del 10%, la densidad inicial disminuye 0.01 g/cm³.

El comportamiento de la viscosidad (**curva azul**) presentó un valor inicial de 1,763.7 mPa.s, este valor en comparación con la concentración del 10% de aceite ligero se redujo un 50% para la concentración del 15%. La reducción de la viscosidad más significativa se presentó al realizar la medición en el rango de 50°C a 60°C, reduciéndose cerca de 1,000 unidades. En general, la viscosidad presenta un comportamiento similar a las concentraciones anteriores, sin embargo; se redujo aproximadamente un 50%, en comparación a la concentración anterior, en todos los resultados obtenidos.

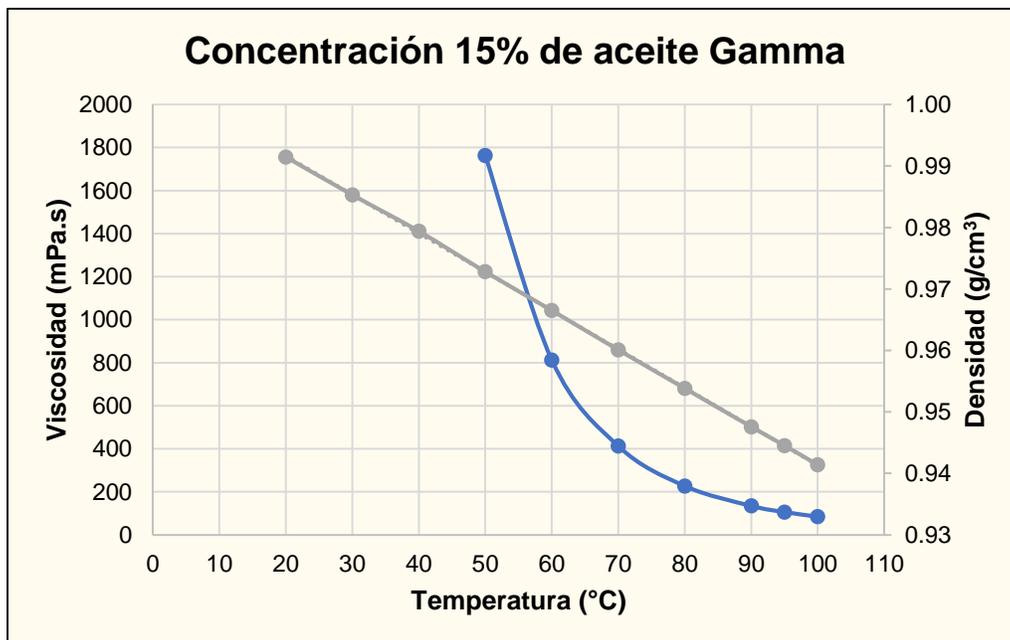


Figura 4- 5. Comportamiento de la densidad y de la viscosidad de la dilución (85%- 15%).

❖ **Dilución (80%-20%)**

En la **Tabla 4- 7** se presentan los resultados obtenidos de los experimentos de viscosidad y densidad que se realizaron en el viscosímetro Stabinger, para la concentración del 20% de aceite ligero (Gamma) y 80% de aceite extrapesado (Sigma). Se determinó la densidad en un rango de temperatura de 20°C a 100°C y la viscosidad en un rango de 50°C a 100°C. Esta dilución tiene una gravedad API de 11.64°; con los datos obtenidos en los experimentos la muestra de aceite se clasifica como un aceite pesado convencional, pero aún así no pudo circular a través del viscosímetro, por lo que también se llevo a cabo un calentamiento previo de la muestra.

Tabla 4- 7. Resultados de viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y densidad de la dilución (80%- 20%).

| Temperatura (°C) | Viscosidad Cinemática (mPa.s) | Viscosidad Dinámica (mm ² /s) | Densidad (g/cm ³) |
|-------------------------------|-------------------------------------|--|----------------------------------|
| 20 | | | 0.9855 |
| 30 | | | 0.9793 |
| 40 | | | 0.9734 |
| 50 | 1012.9 | 1047.7 | 0.9668 |
| 60 | 531.8 | 554.3 | 0.9594 |
| 70 | 284.3 | 299.0 | 0.9508 |
| 80 | 165.8 | 175.0 | 0.9477 |
| 90 | 103.0 | 109.3 | 0.9417 |
| 95 | 81.8 | 87.2 | 0.9383 |
| 100 | 66.3 | 70.9 | 0.9352 |
| Densidad API a 15 °C = | | 0.989 | g/cm ³ |
| ° API = | | 11.64 | |

La **Figura 4- 6** muestra la gráfica del comportamiento de la densidad (**recta verde**), la cual presenta un comportamiento lineal con un valor inicial de densidad 0.985 g/cm³,

exceptuando por el dato de densidad que se obtuvo a 70°C, el cual se desvía de la tendencia, presentando una disminución en la densidad ligeramente mayor de la esperada. La densidad disminuye hasta 0.93 g/cm³ aproximadamente, a una temperatura final de 100°C.

La viscosidad (**curva naranja**) presenta un comportamiento exponencial, el cual disminuye en función de la temperatura. El valor de la viscosidad se redujo aproximadamente 700 mPa.s en comparación con el valor de viscosidad inicial de la concentración anterior, a una temperatura de 50°C. Finalmente se obtuvo una viscosidad de 66.3 mPa.s a una temperatura de 100°C, mientras que la dilución anterior presentó una viscosidad final de 85 mPa.s.

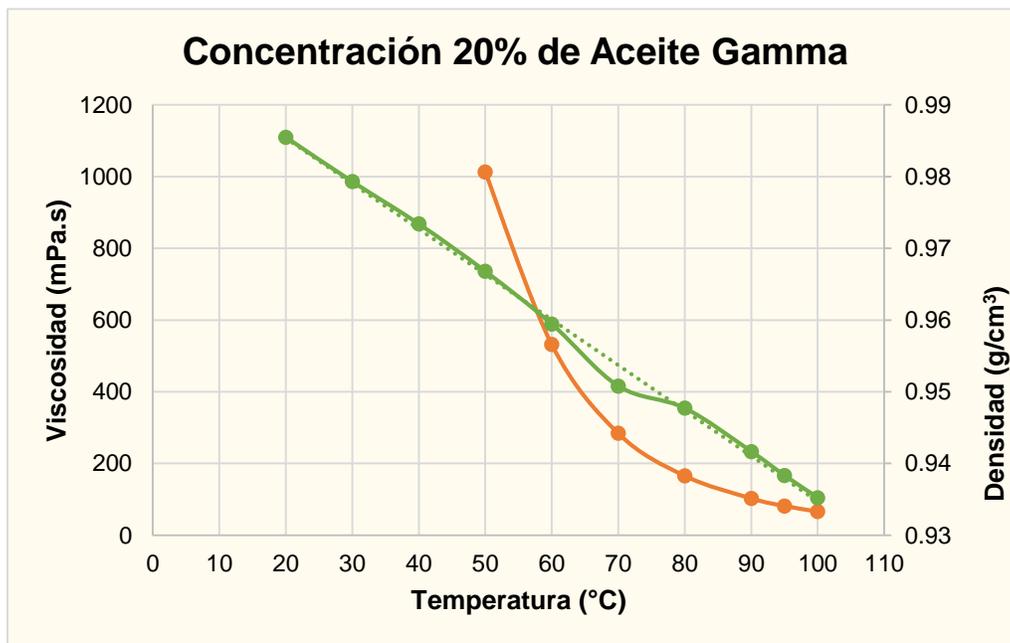


Figura 4- 6. Comportamiento de la densidad y de la viscosidad de la dilución (80%- 20%).

❖ **Dilución (75%-25%)**

La **Tabla 4- 8** muestra los resultados obtenidos de los experimentos de viscosidad y densidad para la concentración del 25% de aceite Gamma y 75% de aceite Sigma. Para esta dilución se determinó una gravedad API de 12.5° a una temperatura de 15°C, por lo que se clasifica como un aceite pesado convencional, pero también se realizó un calentamiento previo de la muestra.

Tabla 4- 8. Resultados de viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y densidad de la dilución (75%- 25%).

| Temperatura (°C) | Viscosidad Cinemática (mPa.s) | Viscosidad Dinámica (mm ² /s) | Densidad (g/cm ³) |
|-------------------------------|-------------------------------------|--|----------------------------------|
| 20 | | | 0.9790 |
| 30 | | | 0.9731 |
| 40 | | | 0.9673 |
| 50 | 746.7 | 777.4 | 0.9606 |
| 60 | 375.8 | 393.8 | 0.9543 |
| 70 | 207.3 | 218.7 | 0.9480 |
| 80 | 122.9 | 130.5 | 0.9417 |
| 90 | 77.1 | 82.4 | 0.9356 |
| 95 | 62.0 | 66.5 | 0.9323 |
| 100 | 54.7 | 58.3 | 0.9288 |
| Densidad API a 15 °C = | | 0.983 | g/cm ³ |
| | ° API = | 12.50 | |

En la **Figura 4- 7** se observa el comportamiento de la viscosidad (**curva verde**), que presenta una tendencia exponencial, con un valor inicial de 746 mPa.s a 50°C, este valor representa una disminución de la viscosidad de 300 mPa.s en comparación con el dato inicial de la concentración del 20% de aceite ligero a 50°C. Posteriormente, se presenta la mayor reducción de la viscosidad al aumentar la temperatura a 60°C, se logra una reducción

aproximadamente de 400 unidades. La viscosidad final, medida a una temperatura de 100°C solo es menor en 12 unidades en comparación a la viscosidad final de la dilución anterior.

La densidad (**recta amarilla**), presenta un comportamiento lineal, iniciando con una densidad de 0.97 g/cm³ a 20°C, finalizando con una densidad de 0.92 g/cm³ a una temperatura de 100°C. En comparación con la dilución anterior, los valores de densidad no presentan cambios drásticos.

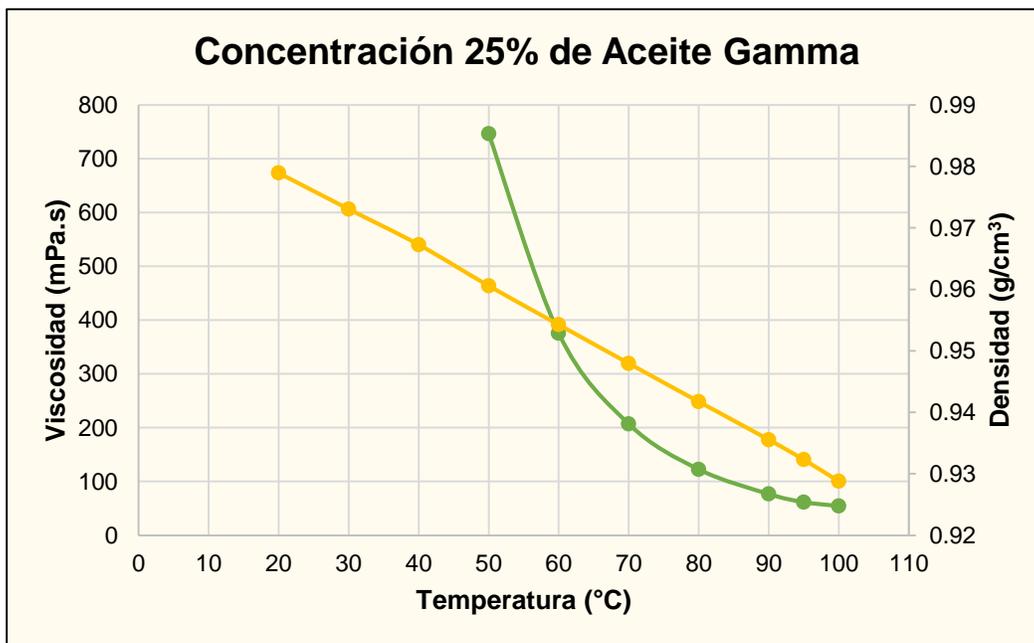


Figura 4- 7. Comportamiento de la densidad y de la viscosidad de la dilución (75%-25%).

❖ **Dilución (70%-30%)**

De acuerdo con los resultados en la **Tabla 4- 9** que se obtuvieron de los experimentos realizados en el viscosímetro Stabinger, la concentración del 30% de aceite Gamma y 70% de aceite Sigma tiene una gravedad API de 13.25° a 15°C, por lo que se clasifica como un aceite pesado. Sin embargo, no se pudieron realizar las mediciones de viscosidad a una temperatura menor a 50°C, debido a que no pudo circular el aceite a través del viscosímetro, por lo que la muestra sufrió un calentamiento previo. La densidad se determinó en un rango de temperatura de 20 a 100°C.

Tabla 4- 9. Resultados de viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y densidad de la dilución (70%- 30%).

| Temperatura (°C) | Viscosidad Cinemática (mPa.s) | Viscosidad Dinámica (mm ² /s) | Densidad (g/cm ³) |
|-------------------------------|-------------------------------------|--|----------------------------------|
| 20 | | | 0.9743 |
| 30 | | | 0.9680 |
| 40 | | | 0.9621 |
| 50 | 627.5 | 657.0 | 0.9551 |
| 60 | 315.7 | 332.7 | 0.9487 |
| 70 | 174.3 | 185.0 | 0.9425 |
| 80 | 104.0 | 111.1 | 0.9364 |
| 90 | 65.9 | 70.8 | 0.9302 |
| 95 | 53.3 | 57.5 | 0.9269 |
| 100 | 43.9 | 47.5 | 0.9241 |
| Densidad API a 15 °C = | | 0.978 | g/cm ³ |
| ° API = | | 13.25 | |

El comportamiento de la densidad y viscosidad se muestra en la **Figura 4- 8**. La densidad (**recta gris**) presenta un comportamiento lineal decreciente en función de la temperatura, con un valor inicial de 0.97 g/cm³ a 20°C hasta alcanzar una densidad final aproximada de

0.92 g/cm³ a 100°C. La viscosidad (**curva azul**) presenta un comportamiento exponencial, con un valor inicial de 627 mPa.s, el cual comparado con la concentración anterior del 25% de aceite ligero, solo se redujo 100 mPa.s, lo cual no representa un cambio significativo en comparación a las concentraciones de menor porcentaje de aceite ligero diluido en el aceite extrapesado. Se obtuvo una viscosidad final de 43 mPa.s y en la dilución anterior se obtuvo una viscosidad de 55 mPa.s, a 100°C, por lo que no se observa una diferencia significativa.

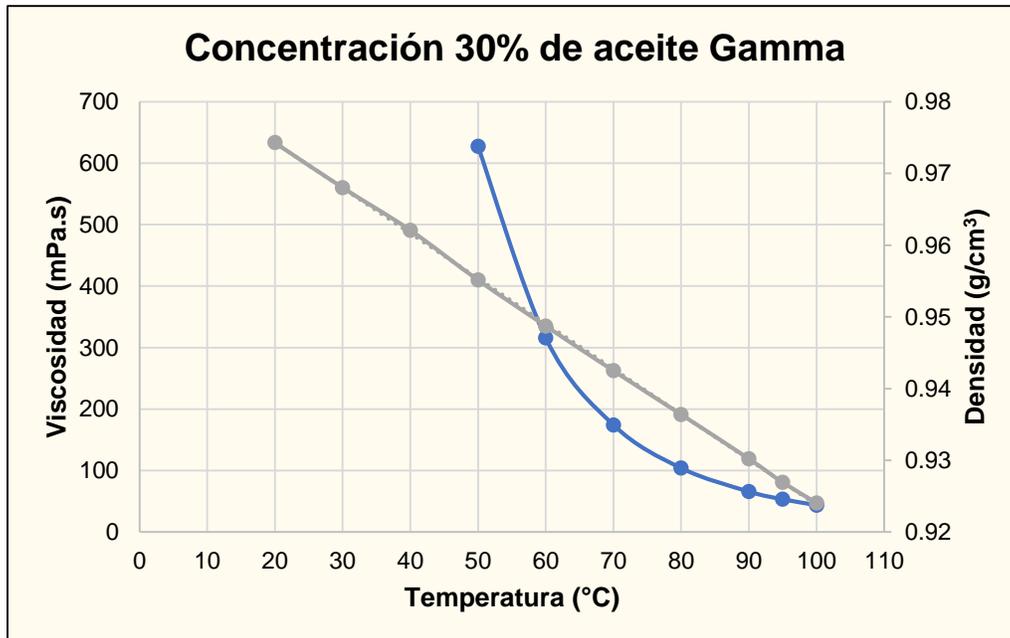


Figura 4- 8. Comportamiento de la densidad y de la viscosidad de la dilución (70%- 30%).

❖ **Análisis comparativo de los datos experimentales de viscosidad cinemática, dinámica y densidad para el aceite Sigma al 100%, el aceite Gamma al 100% y cada dilución**

En la **Tabla 4- 10** se presenta una comparación de los datos obtenidos de viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y densidad para el aceite Sigma al 100%, el aceite Gamma al 100% y las siete diluciones, tomando como referencia las temperaturas de 20, 50 y 70°C.

Los valores de viscosidad cinemática para el aceite Sigma presentan un valor elevado a 50°C en comparación con el valor obtenido para el aceite Gamma, debido a que el aceite Sigma es un aceite extrapesado y el aceite Gamma es un aceite ligero; ambos se encuentran dentro del rango de viscosidad de su clasificación. De este modo resulto

evidente el efecto desfavorable que se obtuvo al realizar la primera dilución (99% - 1%), ya que la viscosidad cinemática y dinámica aumentaron, en cambio al realizar la segunda dilución (95% - 5%) se redujeron tanto la viscosidad cinemática como la dinámica, aproximadamente 1,000 unidades, medidas a 50°C y a 70°C disminuyó aproximadamente 200 unidades. La mayor reducción que se obtuvo en ambas viscosidades fue con la dilución (85% - 15%), la cual fue aproximadamente al doble, medidas tanto para 50°C como para 70°C, en comparación a la dilución anterior (90% - 10%).

Tabla 4- 10. Comparación de viscosidad y densidad de los resultados de las diluciones realizadas.

| Temperatura (°C) | Viscosidad Cinemática (mPa.s) | Viscosidad Dinámica (mm ² /s) | Densidad (g/cm ³) |
|---|-------------------------------------|--|----------------------------------|
| Aceite Sigma al 100% | | | |
| 20 | | | 1.0085 |
| 50 | 5584.6 | 5639.3 | 0.9942 |
| 70 | 1057.3 | 1081.3 | 0.9778 |
| Aceite Gamma al 100% | | | |
| 20 | 49.67 | 56.109 | 0.8854 |
| 50 | 13.06 | 15.089 | 0.8658 |
| 70 | 6.90 | 6.262 | 0.8458 |
| Concentración 99% Sigma – 1% Gamma | | | |
| 20 | | | 1.0083 |
| 50 | 5819.3 | 5885.2 | 0.9888 |
| 70 | 1120.1 | 1145.4 | 0.9779 |
| Concentración 95% Sigma – 5% Gamma | | | |
| 20 | | | 1.0027 |
| 50 | 4145.2 | 4220.3 | 0.9822 |
| 70 | 834.7 | 858.4 | 0.9724 |

Continuación Tabla 4- 10. Comparación de viscosidad y densidad de los resultados de las diluciones realizadas.

| Concentración 90% Sigma – 10% Gamma | | | |
|--|--------|--------|--------|
| 20 | | | 1.0005 |
| 50 | 3729.7 | 3799.7 | 0.9816 |
| 70 | 762.9 | 786.7 | 0.9698 |
| Concentración 85% Sigma – 15% Gamma | | | |
| 20 | | | 0.9915 |
| 50 | 1763.7 | 1812.9 | 0.9728 |
| 70 | 413.1 | 430.2 | 0.9601 |
| Concentración 80% Sigma – 20% Gamma | | | |
| 20 | | | 0.9855 |
| 50 | 1012.9 | 1047.7 | 0.9668 |
| 70 | 284.3 | 299.0 | 0.9508 |
| Concentración 75% Sigma – 25% Gamma | | | |
| 20 | | | 0.9790 |
| 50 | 746.7 | 777.4 | 0.9606 |
| 70 | 207.3 | 218.7 | 0.9480 |
| Concentración 70% Sigma – 30% Gamma | | | |
| 20 | | | 0.9743 |
| 50 | 627.5 | 657.0 | 0.9551 |
| 70 | 174.3 | 185.0 | 0.9425 |

En la **Figura 4- 9** se presenta el comportamiento de la viscosidad cinemática en mPa.s del aceite Sigma al 100% (línea color negro) y de las 7 diluciones entre el aceite Sigma y el aceite Gamma en un rango de temperaturas de 50 a 100°C a condiciones de presión atmosférica. Se observa que el valor de la viscosidad de la dilución (99% - 1%) presenta una viscosidad ligeramente mayor que la del Aceite Sigma al 100%, este efecto puede deberse a un problema relacionado con los asfáltenos, en el que al mezclar dos aceites de diferentes naturalezas se origina una inestabilidad de la mezcla, induciendo la precipitación de asfáltenos, por lo que esta concentración no es recomendable. En el caso de la dilución (95% - 5%) se muestra una disminución de la viscosidad, la cual sigue una tendencia exponencial, al igual que las siguientes diluciones (90% - 10%), (85% - 15%), (80% - 20%), (75% - 25%) y (70% - 30%), debido a la estabilidad y compatibilidad de las muestras; lo que provoca que la viscosidad llegue a un valor de 627 mPa.s a una temperatura de 50°C con la dilución (70% - 30%), en comparación con la viscosidad obtenida del aceite Sigma al 100% a 50°C, que fue de 5,584 mPa.s, la viscosidad disminuyó alrededor de 9 veces, con la dilución final.

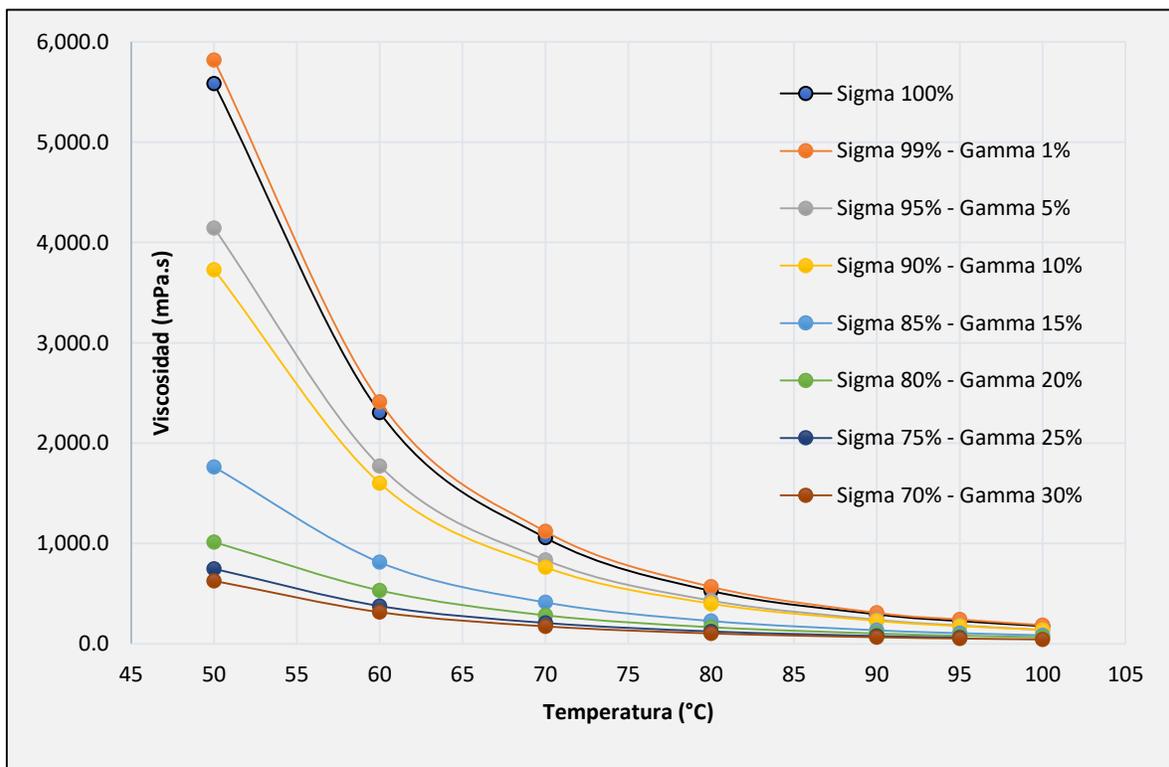


Figura 4- 9. Comportamiento de la viscosidad de las diferentes diluciones.

A continuación, se realizó una extrapolación de la viscosidad por el método de mínimos cuadrados para conocer su comportamiento a las temperaturas de 40, 35, 30, 25, 20, 15, 10 y 5°C. En la **Tabla 4- 11** se muestra la ecuación de extrapolación que se utilizó para cada dilución y para el aceite Sigma al 100%, además también se muestra la función R² que se obtuvo para cada extrapolación. Lo que muestra esta función es que, en general los modelos exponenciales tienen una estimación favorable, ya que representan una estimación de los valores de viscosidad a temperaturas menores de 50°C en un 99%, entre más cercano a 1 se encuentre el valor de la función R², los datos tendrán un mejor ajuste.

Tabla 4- 11. Ecuaciones que describen el comportamiento de la viscosidad en un rango de temperatura de 45 a 5°C.

| Aceite | Ecuación de extrapolación | Función R ² |
|----------------------|-----------------------------|------------------------|
| Sigma (100%) | $y = 145,124 * e^{-0.068x}$ | 0.9912 |
| Dilución (99% - 1%) | $y = 148,723 * e^{-0.068x}$ | 0.9919 |
| Dilución (95% - 5%) | $y = 103,528 * e^{-0.067x}$ | 0.9938 |
| Dilución (90% - 10%) | $y = 82,818 * e^{-0.065x}$ | 0.9918 |
| Dilución (85% - 15%) | $y = 30,779 * e^{-0.06x}$ | 0.9923 |
| Dilución (80% - 20%) | $y = 13,920 * e^{-0.054x}$ | 0.9948 |
| Dilución (75% - 25%) | $y = 10,442 * e^{-0.055x}$ | 0.9937 |
| Dilución (70% - 30%) | $y = 8,513.2 * e^{-0.054x}$ | 0.9929 |

La **Tabla 4- 12** muestra los resultados de viscosidad obtenidos a las temperaturas de 40, 35, 30, 25, 20, 15, 10 y 5°C. Se puede observar que para el aceite Sigma al 100% la viscosidad a 5°C es 10 veces mayor en comparación a la viscosidad registrada a 40°C. Otro aspecto importante es que la diferencia entre la viscosidad del aceite Sigma al 100% y de la dilución (99% - 1%) va en aumento, por ejemplo, a una temperatura de 40°C la viscosidad de la dilución (99% - 1%) es mayor por 237 mPa.s; a una temperatura de 30°C la diferencia entre las viscosidades es de 467 mPa.s, siendo cerca del doble que a 40°C; a 20°C la viscosidad de la dilución (99% - 1%) es mayor por 923 mPa.s; para una temperatura de 10°C la viscosidad es mayor por 1,823 mPa.s; finalmente, a una temperatura de 5°C la viscosidad de la dilución (99% - 1%) es mayor que la viscosidad del aceite Sigma al 100%

por 2,561 mPa.s. Sin embargo, para la siguiente dilución (95% - 5%) se observa una reducción significativa de la viscosidad, a 40°C comparandola con la del aceite Sigma al 100%, hubo una reducción de 2,460 mPa.s; para una temperatura de 20°C se logro reducir la viscosidad 10,140 mPa.s y a una temperatura de 5°C se redujó 29,237 mPa.s. La dilución (90% - 10%) muestra un comportamiento muy cercano a la dilución (95% - 5%), a la temperatura de 40°C la viscosidad se redujó 1,000 unidades; a 30°C la viscosidad se redujó cerca de 2,000 unidades; a 20°C la viscosidad se redujó 5,000 unidades en comparación con la viscosidad de la dilución (95% - 5%); para la temperatura de 10°C la viscosidad se redujó cerca de 10,000 unidades y finalmente a 5°C la viscosidad se redujó 14,200 mPa.s en comparación a la dilución anterior. En cuanto a la dilución (85% - 15%) a una temperatura de 40°C presenta una disminución de la viscosidad del doble que la dilución anterior, este comportamiento se continua presentando para las siguientes temperaturas hasta que a 25°C se presenta una disminución de la viscosidad de 10,000 mPa.s en comparación con la dilución (90% - 10%), la diferencia entre las viscosidades va en aumento conforme baja la temperatura, hasta que al llegar a una temperatura de 5°C la viscosidad es 37,000 mPa.s menor que la viscosidad de la dilución (90% - 10%). Las diluciones (80% - 20%) y (75% - 25%) presentan viscosidades muy cercanas, a 20°C presentan una diferencia de viscosidades de 1,000 mPa.s y finalmente a 5°C la viscosidad de la dilución (75% - 25%) es menor por 2,700 mPa.s. La dilución (70% - 30%) presenta un comportamiento muy cercano a a dilución (75% - 25%), presentándose la mayor reducción de la viscosidad a 5°C, siendo de 1,400 mPa.s; en este caso, esta dilución presentó la menor reducción de la viscosidad en comparación con las diluciones anteriores, con respecto a la viscosidad del aceite Sigma al 100%.

Tabla 4- 12. Resultados de viscosidad por extrapolación de 40°C hasta 5°C.

| Temperatura (°C) | 40 | 35 | 30 | 25 | 20 | 15 | 10 | 5 |
|------------------|-------------------------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|-------------|
| Concentración | Viscosidad Cinemática (mPa.s) | | | | | | | |
| 100% | 9,560.008 | 13,431.310 | 18,870.287 | 26,511.764 | 37,247.639 | 52,330.980 | 73,522.284 | 103,294.956 |
| 99% - 1% | 9,797.091 | 13,764.400 | 19,338.260 | 27,169.242 | 38,171.361 | 53,628.761 | 75,345.599 | 105,856.618 |
| 95% - 5% | 7,098.206 | 9,922.869 | 13,871.580 | 19,391.641 | 27,108.358 | 37,895.869 | 52,976.166 | 74,057.521 |
| 90% - 10% | 6,151.189 | 8,513.434 | 11,782.854 | 16,307.831 | 22,570.538 | 31,238.316 | 43,234.787 | 59,838.270 |
| 85% - 15% | 2,792.208 | 3,769.086 | 5,087.734 | 6,867.723 | 9,270.457 | 12,513.808 | 16,891.873 | 22,801.644 |
| 80% - 20% | 1,605.326 | 2,102.920 | 2,754.750 | 3,608.624 | 4,727.170 | 6,192.424 | 8,111.856 | 10,626.243 |
| 75% - 25% | 1,157.007 | 1,523.235 | 2,005.385 | 2,640.151 | 3,475.840 | 4,576.050 | 6,024.510 | 7,931.452 |
| 70% - 30% | 981.786 | 1,286.105 | 1,684.751 | 2,206.964 | 2,891.045 | 3,787.166 | 4,961.052 | 6,498.802 |

En la **Figura 4- 10** se presenta el comportamiento de la extrapolación de la viscosidad hasta una temperatura de 5°C, en la cual se puede observar un rango de viscosidad de 980 a 106,000 mPa.s, mientras que para temperaturas mayores a 50°C, la viscosidad se encontraba en un rango de 40 a 5,800 mPa.s, aumentando la viscosidad cerca de 19 veces. Por ejemplo, se obtuvo que la viscosidad del aceite Sigma al 100% a una temperatura inicial de 50°C fue de 5,584 mPa.s, mientras que a una temperatura de 5°C el valor de la viscosidad fue de 103,295 mPa.s (10.3×10^4 cP). El comportamiento de las viscosidades continúan con una tendencia exponencial, además de que la viscosidad de la dilución (99% - 1%) continúa siendo mayor que la viscosidad del aceite Sigma al 100% por 2,000 mPa.s aproximadamente.

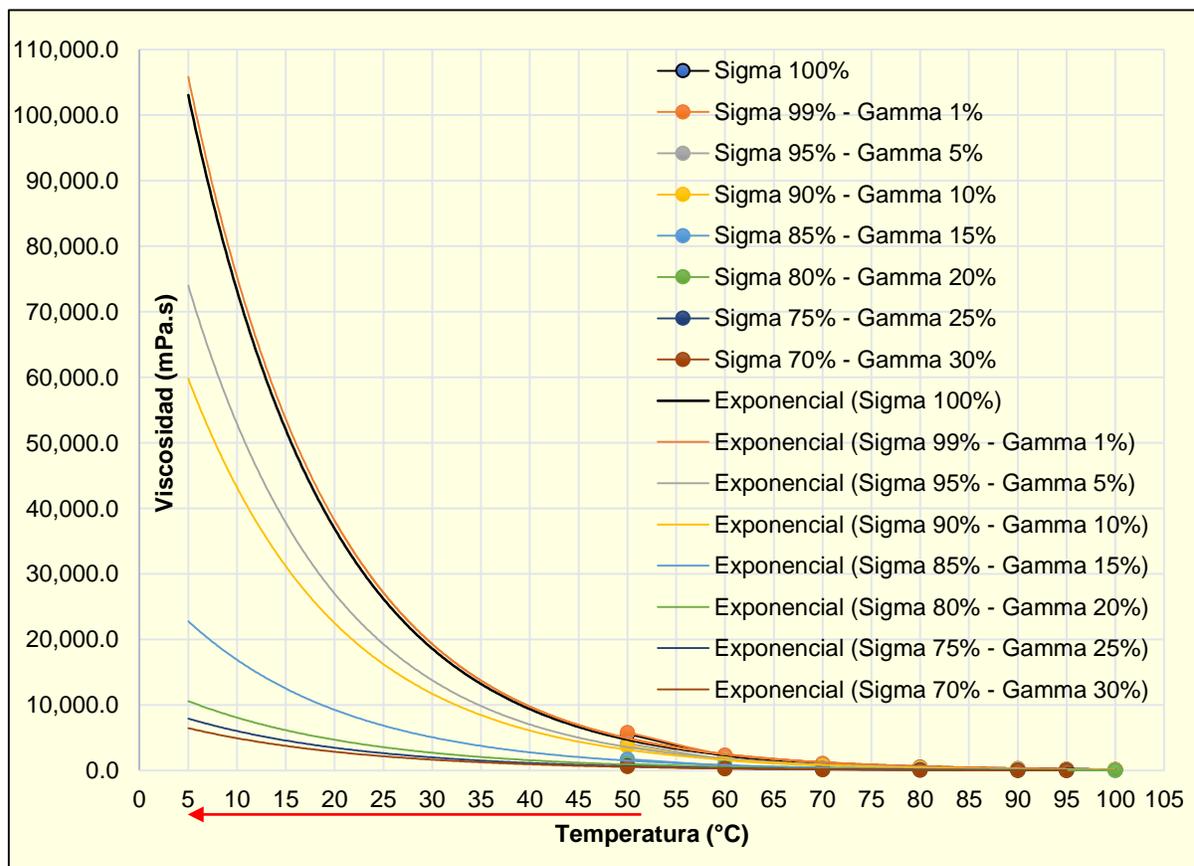


Figura 4- 10. Comportamiento de la extrapolación de la viscosidad a una temperatura de 5°C.

La **Tabla 4- 13** muestra un análisis comparativo del incremento de la viscosidad, tomando como referencia la viscosidad medida a 50°C. Se calcularon incrementos de viscosidad ($\Delta\mu$) a temperaturas de 70, 90, 30 y 10°C. Los incrementos $\Delta\mu_1$ hace referencia al incremento

de la viscosidad que se generó de una temperatura de 50°C al elevarla a 70°C. Los incrementos $\Delta\mu_2$ es el incremento de la viscosidad de las diluciones de una temperatura de 50°C al elevarla 40°C, es decir, a 90°C. Los incrementos $\Delta\mu_3$ es el incremento de viscosidad que se generó de realizar la medición a 30°C y subir la temperatura a 50°C. Finalmente, los incrementos $\Delta\mu_4$ es la comparación cuantitativa del incremento de la viscosidad al medirla a 10°C y elevar la temperatura a 50°C. Se puede observar que cualitativamente la viscosidad presenta mayores incrementos a temperaturas menores de 50°C, sobre todo a 10°C, en donde por ejemplo, la viscosidad del aceite Sigma al 100% aumentó aproximadamente 68,000 mPa.s en comparación con la viscosidad que se midió a 50°C, incluso la viscosidad para la dilución (70% - 30%) determinada a 10°C aumentó 4,000 mPa.s en comparación con la viscosidad determinada a 50°C. En cambio a temperaturas mayores de 50°C los incrementos de la viscosidad son menores, por ejemplo, la dilución (90% - 10%) medida a 70°C sólo registro un aumento de 3,000 mPa.s aproximadamente, en comparación con la viscosidad registrada a 50°C, la viscosidad de la dilución (80% - 20%) medida a 90°C sólo registró un incremento de 900 mPa.s. A temperaturas menores de 50°C se tiene un incremento exorbitante de la viscosidad, mientras que a temperaturas mayores, los incrementos son menores.

Tabla 4- 13. Cálculo de incrementos de viscosidad tomando como referencia la viscosidad a 50°C.

| Concentración | Viscosidad a 10°C (mPa.s) | Viscosidad a 30°C (mPa.s) | Viscosidad a 50°C (mPa.s) | Viscosidad a 70°C (mPa.s) | Viscosidad a 90°C (mPa.s) | $\Delta\mu_1$ | $\Delta\mu_2$ | $\Delta\mu_3$ | $\Delta\mu_4$ |
|---------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------|---------------|---------------|---------------|
| 100% | 73,522.28 | 18,870.29 | 5,584.6 | 1,057.3 | 294.0 | 4,527.3 | 5,290.6 | 13,285.73 | 67,937.72 |
| 99% - 1% | 75,345.60 | 19,338.26 | 5,819.3 | 1,120.1 | 310.3 | 4,699.2 | 5,509.1 | 13,518.92 | 69,526.25 |
| 95% - 5% | 52,976.17 | 13,871.58 | 4,145.2 | 834.7 | 239.6 | 3,310.5 | 3,905.6 | 9,726.34 | 48,830.93 |
| 90% - 10% | 43,234.79 | 11,782.85 | 3,729.7 | 762.9 | 228.7 | 2,966.8 | 3,501.0 | 8,053.15 | 39,505.09 |
| 85% - 15% | 16,891.87 | 5,087.73 | 1,763.7 | 413.1 | 135.2 | 1,350.6 | 1,628.4 | 3,324.08 | 15,128.22 |
| 80% - 20% | 8,111.86 | 2,754.75 | 1,012.9 | 284.3 | 103.0 | 728.7 | 910.0 | 1,741.81 | 7,098.92 |
| 75% - 25% | 6,024.51 | 2,005.39 | 746.7 | 207.3 | 77.1 | 539.4 | 669.6 | 1,258.65 | 5,277.78 |
| 70% - 30% | 4,961.05 | 1,684.75 | 627.5 | 174.3 | 65.9 | 453.2 | 561.7 | 1,057.21 | 4,333.51 |

En la **Figura 4- 11** se puede observar el comportamiento de la viscosidad de las 7 diluciones y del aceite Sigma al 100% a las temperaturas de 10, 30, 50, 70 y 90°C en escala logarítmica, así como los diferentes incrementos de viscosidad ($\Delta\mu$) que se calcularon en la tabla anterior. La viscosidad a 50°C se presenta en línea punteada debido a que estos valores se tomaron como referencia para determinar los incrementos de las viscosidades para 10, 30, 70 y 90°C. Se puede observar que entre las diluciones (95% - 5%) y (90% -

10%) no existe una reducción significativa de la viscosidad a ninguna temperatura. Para todas las temperaturas la dilución que presentó la mayor reducción de viscosidad es la dilución (85% - 15%), por ejemplo, a una temperatura de 10°C, la viscosidad se reduce más de la mitad, lo mismo ocurre a 30°C y para las temperaturas de 70 y 90°C también presenta la mayor reducción, en comparación con las otras diluciones. Los incrementos de viscosidad $\Delta\mu_3$ y $\Delta\mu_4$ son altos, siendo $\Delta\mu_4$ el más alto. El incremento de viscosidad $\Delta\mu_1$ representa el valor más bajo en referencia a la viscosidad medida a 50°C. A partir de la dilución (80% - 20%) se puede observar un comportamiento prácticamente lineal, ya que la viscosidad no presenta un cambio muy significativo. El comportamiento de las curvas indica que puede existir precipitación de asfaltenos, debido a la incompatibilidad entre el aceite Sigma y el aceite Gamma, por el incremento en la viscosidad que presenta la primera dilución (99% - 1%) y este comportamiento se presenta en las 5 temperaturas.

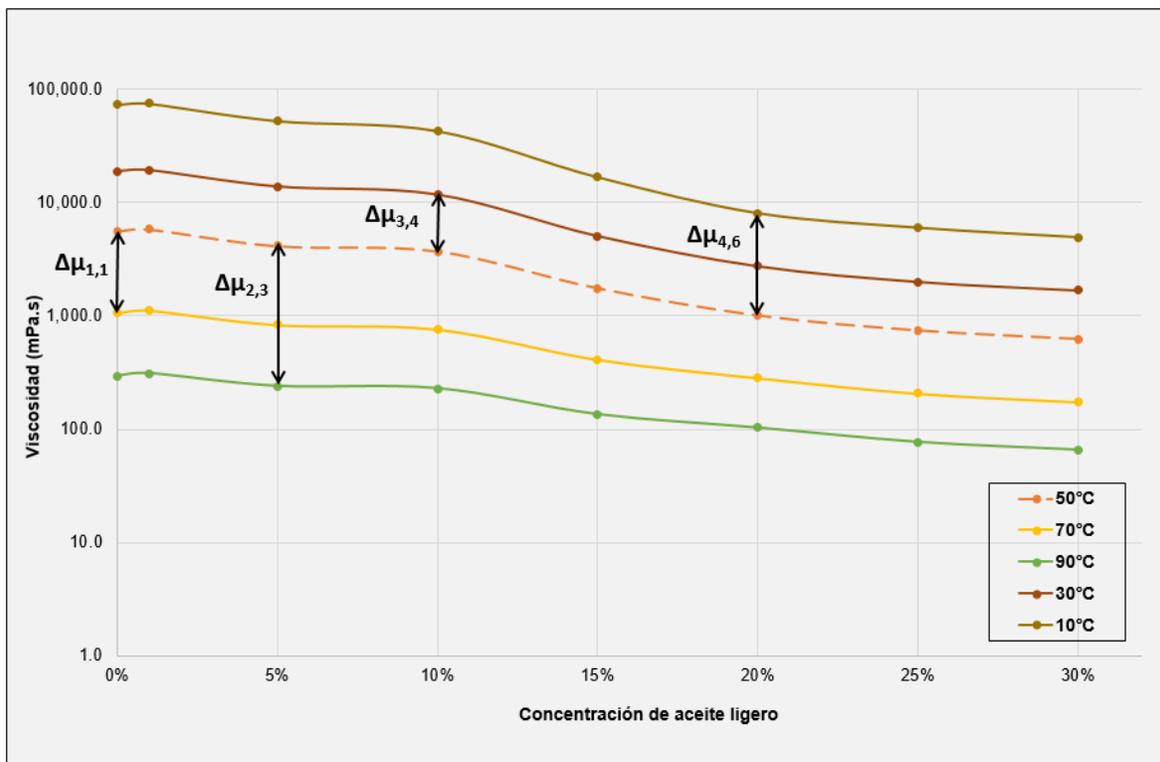


Figura 4- 11. Comportamiento de la viscosidad en escala logarítmica de las diluciones y el aceite Sigma al 100%.

Tabla 4- 14. Cálculo del incremento de la viscosidad a 30°C con respecto a la viscosidad de Sigma al 100%.

| Temperatura (°C) | 30 | $\mu_{100\%}$ - $\mu_{concentración}$ | $\Delta\mu$ |
|------------------|---------------|---------------------------------------|-------------|
| Concentración | μ (mPa.s) | (mPa.s) | (%) |
| 0% | 18,870.29 | 0.00 | 0.00 |
| 1% | 19,338.26 | -467.97 | -2.48 |
| 5% | 13,871.58 | 4,998.71 | 26.49 |
| 10% | 11,782.85 | 7,087.43 | 37.56 |
| 15% | 5,087.73 | 13,782.55 | 73.04 |
| 20% | 2,754.75 | 16,115.54 | 85.40 |
| 25% | 2,005.39 | 16,864.90 | 89.37 |
| 30% | 1,684.75 | 17,185.54 | 91.07 |

En la **Tabla 4- 14** se muestra un análisis que se realizó sobre el incremento de la viscosidad. Se presentan como ejemplo los valores calculados a 30°C, pero se realizó el mismo proceso para determinar los valores del incremento de la viscosidad a las temperaturas de 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35 y 40°C. Se tomaron como referencia los valores de la viscosidad del aceite Sigma al 100% que se obtuvieron con las ecuaciones respectivas de extrapolación para determinar la reducción de la viscosidad con cada dilución que se realizó. En el primer caso, con la dilución (99% - 1%) se obtuvo un valor negativo, esto se debe a que sólo en este caso, la viscosidad no disminuyó, al contrario, aumentó 468 mPa.s, pero a partir de la dilución (95% - 5%) la viscosidad disminuye. En la tercera columna se calcula el porcentaje que disminuye la viscosidad con respecto a la viscosidad del aceite Sigma al 100%, nuevamente con la dilución (99% - 1%) se obtuvo un valor negativo debido a que la viscosidad aumento el 2% con respecto a la viscosida determinada para el aceite Sigma al 100%. También se pede observar que, la dilución (90% - 10%) logra dsminuir la viscosidad un 38% y con la dilución (75% - 25%) la viscosidad disminuyó un 89% de la viscosidad original. En general, para las demás temperaturas la viscosidad solo aumentó un 2.48% para la dilución (99% - 1%) en relación con la viscosidad que se determinó para el aceite Sigma al 100%. Pero a la temperatura de 50°C, que son los valores que se determinaron experimentalmente, se obtuvo un aumento de la viscosidad del 4%. También es importante destacar que existe un mayor porcentaje de reducción de la viscosidad a temperaturas menores de 20°C, la viscosidad se reduce aproximadamente un 2% más que en el ejemplo

que se muestra aquí, para todas las concentraciones. A una temperatura de 5°C la viscosidad logra reducirse un 94% en la dilución (70% - 30%).

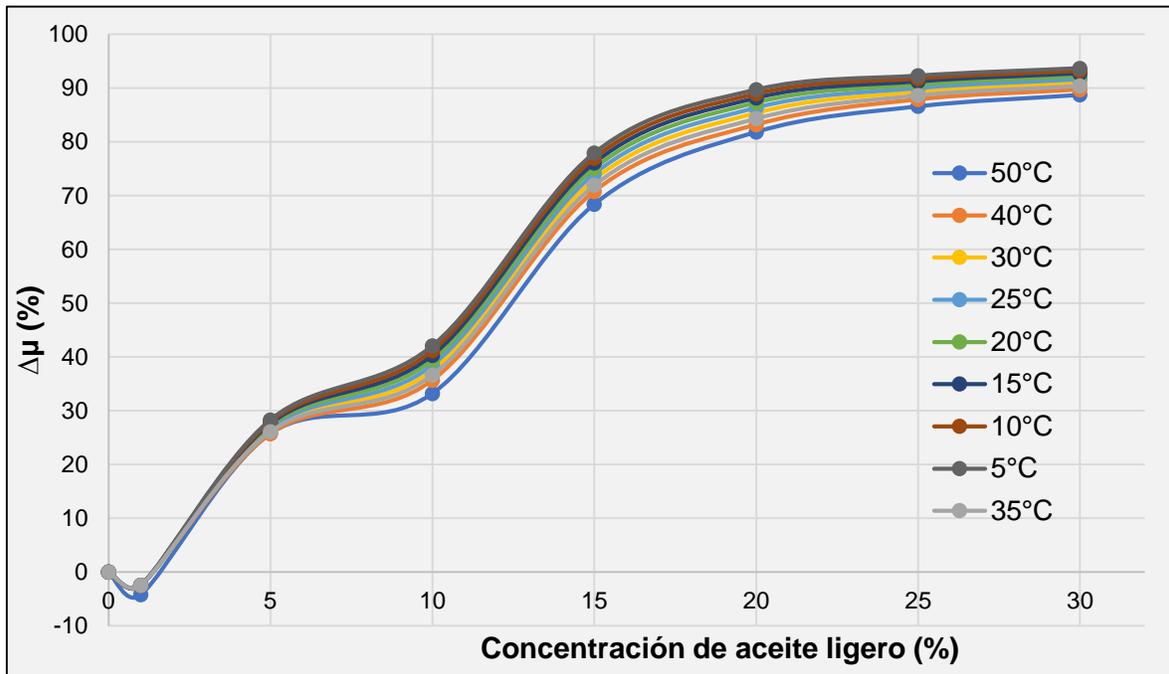


Figura 4- 12. Comportamiento del incremento de la viscosidad con respecto a la viscosidad de Sigma al 100%.

En la **Figura 4- 12** se muestra el comportamiento del incremento de la viscosidad en porcentaje a las temperaturas de 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40 y 50°C que se determinaron como se mostró en la tabla anterior, con respecto a la viscosidad del aceite Sigma al 100%. Se puede observar que el incremento sigue la misma tendencia y que a una temperatura de 50°C se obtuvo un menor porcentaje de diferencia entre la viscosidad medida del aceite Sigma y el de las diferentes diluciones, por ejemplo, la viscosidad para la dilución (70% - 30%) se redujo un 88% con respecto a la viscosidad del aceite Sigma al 100%, mientras que a una temperatura de 20°C la viscosidad se redujo un 92%. Al inicio se puede observar que se obtuvieron valores negativos, debido a que incrementó la viscosidad con la dilución (99% - 1%). Partiendo de la concentración anterior, el porcentaje de disminución de viscosidad aumenta muy cercano al 30%. Con la dilución (85% - 15%) la viscosidad llega a reducirse entre un 65% y un 75% para todas las temperaturas y a partir de las siguientes diluciones (80% - 20%), (75% - 25%) y (70% - 30%) la viscosidad se reduce más del 80%.

En la **Figura 4- 13** se puede observar el comportamiento de la densidad en (g/cm^3) en función de la concentración de aceite ligero que se utilizó en las diferentes diluciones, en un rango de temperatura de 20 a 100°C . Los valores obtenidos para el aceite Sigma al 100% y la dilución (99% - 1%) presentan valores muy cercanos pero el del aceite Sigma al 100% presenta un valor mayor. Se puede observar una disminución considerable de la densidad en la dilución (95% - 5%) con respecto a la diución anterior, esto ocurre para todas las temperaturas. La densidad entre la dilución (95% - 5%) y (90% - 10%) no varía significativamente; sin embargo, la dilución (85% - 15%) presenta otra disminución considerable e esta propiedad y apartir de esta dilución, las siguientes diluciones (80% - 20%), (75% - 25%) y (70% - 30%) presentan un comportamiento lineal descendente.

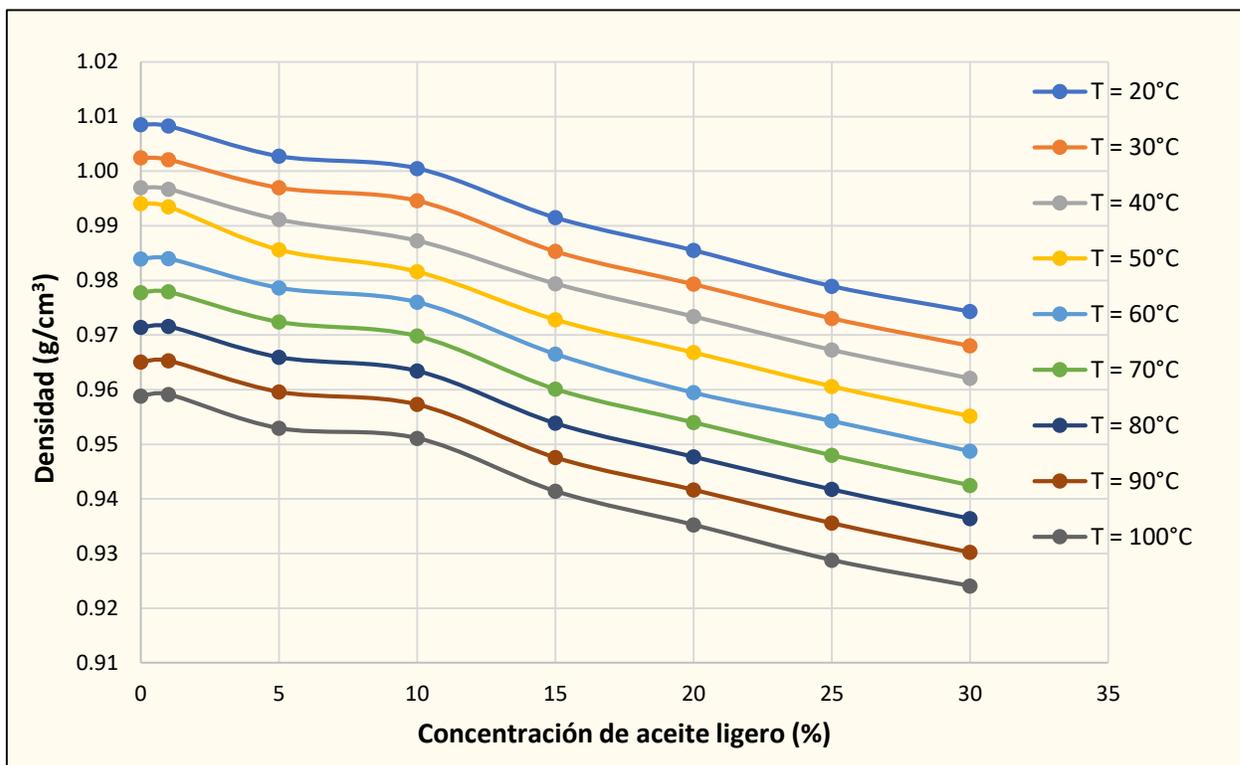


Figura 4- 13. Comportamiento de la densidad en función de la concentración de aceite ligero.

La **Figura 4- 14** muestra el comportamiento de la gravedad API del aceite Sigma al 100% y las diferentes diluciones que se realizaron. Estos datos también se obtuvieron con el equipo con el que se obtuvieron las viscosidades y la densidad. El aceite Sigma tiene una densidad API de 8.24° , al realizar la primera dilución la densidad API no tiene un cambio significativo, presenta un comportamiento lineal creciente; con una ligera desviación de este

comportamiento de la concentración 90% de aceite Sigma y 10% de aceite Gamma, se obtuvo un valor de densidad API cercano al que se obtuvo con una concentración del 95% de aceite Sigma con 5% de aceite Gamma. En la concentración del 30% de aceite Gamma la gravedad API logró alcanzar un valor de 13.25°, clasificándose ahora como un aceite pesado convencional.

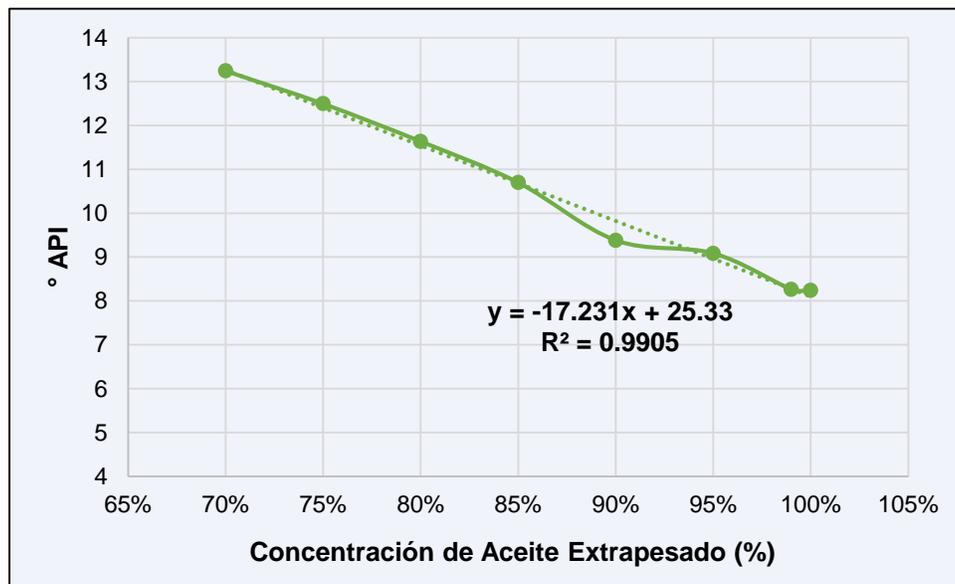


Figura 4- 14. Comportamiento de la densidad API de las diferentes diluciones a 15°C.

4.2. Estudios Termogravimétricos, DSC-TGA

❖ Dilución (99% - 1%)

En la **Figura 4- 15** se muestran las curvas resultantes de estudio TGA de la dilución de aceite Sigma al 99% con aceite Gamma al 1%. Se realizó el experimento a tres muestras de esta dilución para someterlas a tres diferentes velocidades de calentamiento; a 10 K/min, 12 K/min y a 15 K/min. La temperatura inicial fue de 25°C y la temperatura final fue de 600°C.

Al inicio del experimento las tres curvas parten del 100% de la masa y presentan el mismo comportamiento; conforme aumenta la temperatura el porcentaje de la masa se reduce, aunque no significativamente. Al llegar a una temperatura aproximadamente de 260 °C (**línea amarilla**) se ha perdido un 10% de la masa total a las tres velocidades de calentamiento. Pero al aumentar aproximadamente 200 °C más la temperatura (**línea verde**), es decir a 460 °C, se perdió alrededor del 50% de la masa total, no se muestra una diferencia significativa entre las tres curvas a diferentes velocidades de calentamiento.

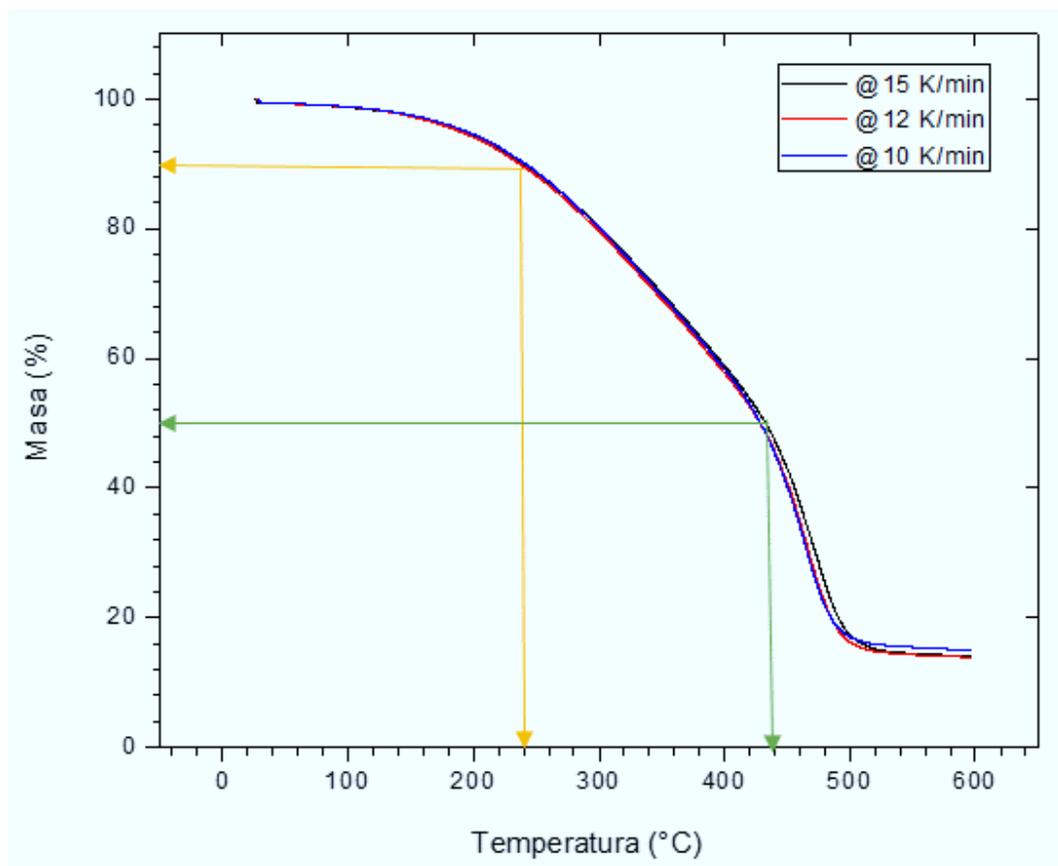


Figura 4- 15. Resultados del estudio TGA para la dilución al 1% de aceite Gamma.

❖ **Dilución (95% - 5%)**

La **Figura 4- 16** muestra el comportamiento del estudio termogravimétrico de la dilución con concentración del 5% de aceite ligero y 95% de aceite extrapesado. Se puede observar las curvas presentan un comportamiento uniforme, en el que se puede apreciar claramente el comportamiento que tiene cada curva a una velocidad de calentamiento. A una temperatura de 220°C (línea amarilla) se observa una pérdida del 10% de la masa la muestra, a una velocidad de 10 K/min. Al aumentar 30°C se puede tener el mismo porcentaje de pérdida de masa a una velocidad de calentamiento de 15 K/min. También se puede observar que, a 420°C (**línea verde**) habrá una pérdida del 50% de la masa inicial a una velocidad de calentamiento de 10 K/min, aumentando 20°C, es decir a una temperatura de 440°C se perderá el mismo porcentaje de masa a una velocidad de 15 K/min. Lo que indica que, a una mayor velocidad de calentamiento, se obtendrá una menor disminución de la masa de la muestra de aceite.

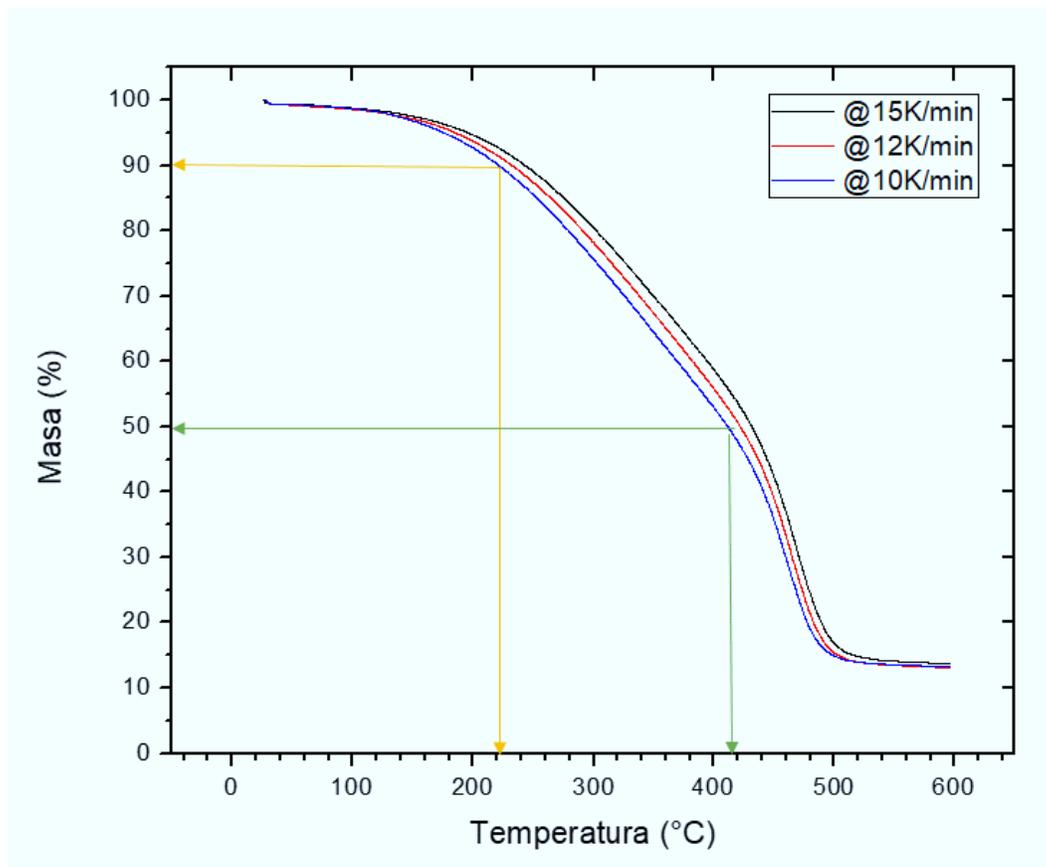


Figura 4- 16. Resultados del estudio TGA para la dilución al 5% de aceite Gamma.

❖ **Dilución (90% - 10%)**

En la **Figura 4- 17** se observa el comportamiento de las tres curvas a diferentes velocidades de calentamiento, de la dilución del 10% de aceite Gamma con el 90% de aceite Sigma. Se puede observar que, al inicio las tres curvas tienen un comportamiento similar. Al calentarse las muestras a 230°C (**línea amarilla**) se perderá el 10% de la masa total inicial. Las curvas continúan presentando una tendencia decreciente, similar para las tres velocidades de calentamiento hasta que la temperatura aumenta a 390°C, a esta temperatura se tiene una pérdida de masa mayor al 40%, a partir de esta temperatura las curvas presentan un comportamiento ligeramente independiente una de la otra, siendo la de mayor velocidad de calentamiento, 15 K/min, la que presenta un menor porcentaje de pérdida de masa a una mayor temperatura con respecto a las curvas de las otras velocidades.

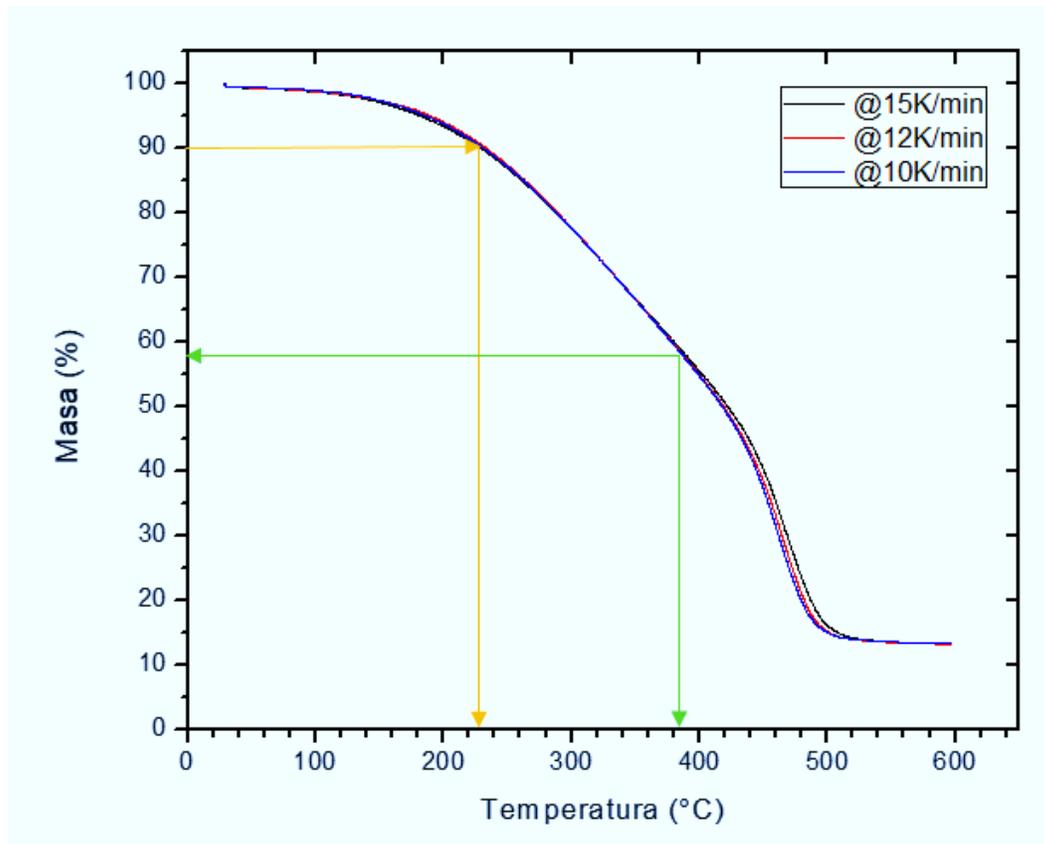


Figura 4- 17. Resultados del estudio TGA para la dilución al 10% de aceite Gamma.

❖ **Dilución (85% - 15%)**

El comportamiento de las curvas del estudio termogravimétrico para la dilución del 15% de aceite ligero con el 85% de aceite extrapesado se presenta en la **Figura 4- 18**, inicialmente el comportamiento es prácticamente similar para las tres diferentes velocidades de calentamiento, 10 K/min, 12 K/min y 15 K/min. Al alcanzar una temperatura de 290°C (**línea amarilla**) se perderá el 20% de la masa total de las muestras. El comportamiento de las curvas de las velocidades de 15 K/min y 12 K/min comienzan a alejarse en conjunto ligeramente del comportamiento de la curva de la velocidad de 10 K/min. Ambas curvas tienen el mismo comportamiento hasta alcanzar una temperatura de 390°C (**línea verde**), temperatura a la cual se ha perdido más del 40% de la masa inicial, a partir de esta temperatura el comportamiento de la curva de 15 K/min de velocidad comienza a alejarse notablemente del comportamiento de la curva de 12 K/min de velocidad, de este modo las tres curvas presentan un comportamiento independiente pero no significativamente.

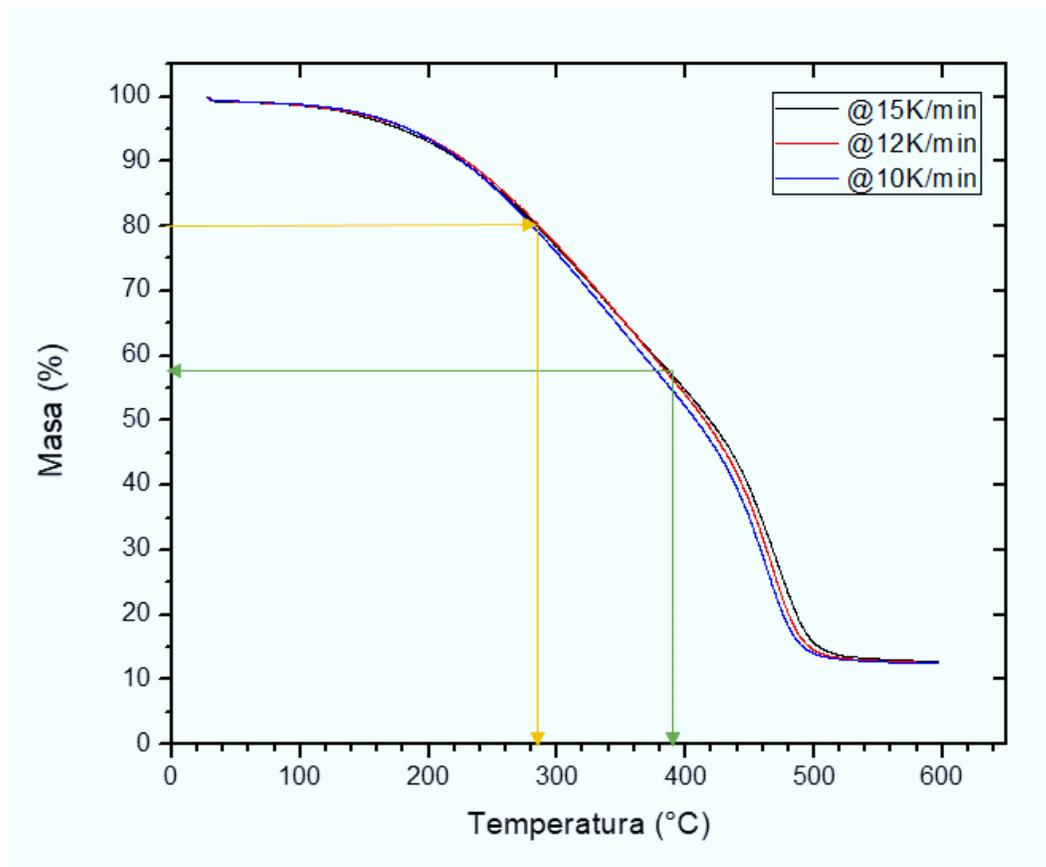


Figura 4- 18. Resultados del estudio TGA para la dilución al 15% de aceite Gamma.

❖ **Dilución (80% - 20%)**

La **Figura 4- 19** muestra el comportamiento de las curvas a diferentes velocidades de calentamiento del experimento de termogravimetría. Al inicio se observa que las curvas de las velocidades de 12 K/min y 15 K/min presentan un comportamiento similar, el cual se aleja del comportamiento de la curva de 10 K/min, conforme aumenta a temperatura existe una mayor diferencia entre sus comportamientos. Al alcanzar una temperatura de 200°C (**línea amarilla**) se perderá el 10% de la masa inicial, a una velocidad de calentamiento de 10 K/min, sin embargo, a las velocidades de 12 K/min y 15 K/min se perderá el mismo porcentaje de la masa inicial, pero a una temperatura de 220°C. Conforme aumenta la temperatura, las tres curvas continúan comportándose similarmente, hasta que se alcanza una temperatura de 420°C (**línea verde**), a esta temperatura se tendrá una pérdida de masa mayor al 50%. Las curvas de las velocidades de 12 K/min y 15 K/min presentan un comportamiento ligeramente independiente la una de la otra, hasta que el experimento finaliza.

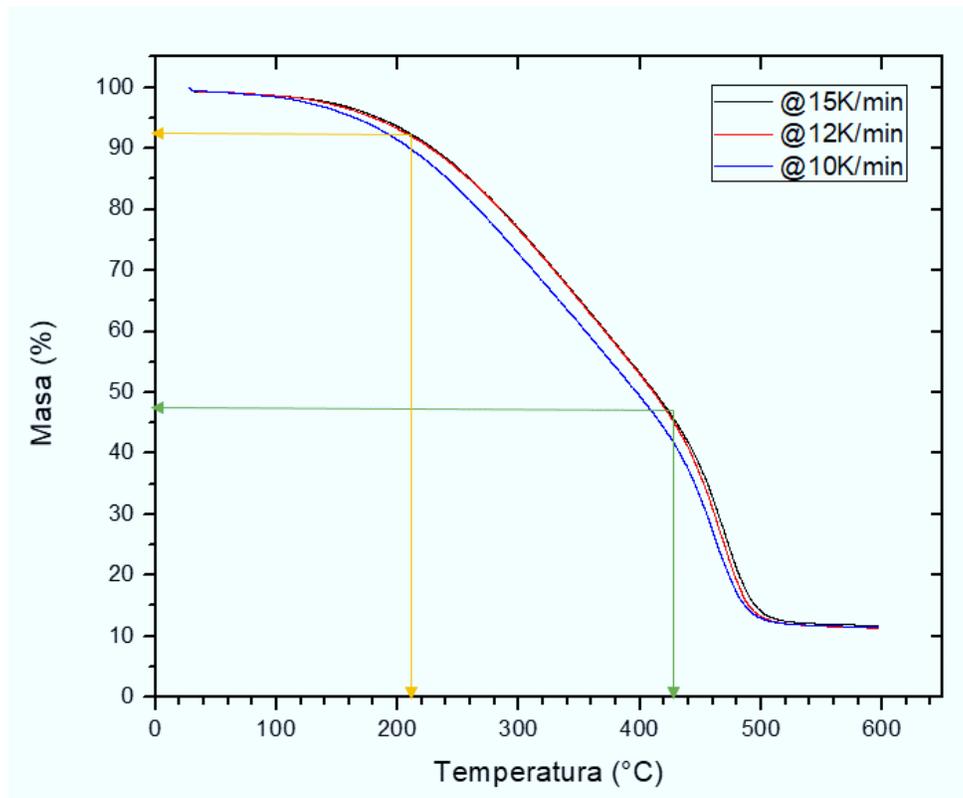


Figura 4- 19. Resultados del estudio TGA para la dilución al 20% de aceite Gamma.

❖ **Dilución (75% - 25%)**

Para la dilución del 75% de aceite Sigma y 25% de aceite Gamma se obtuvieron las curvas a tres diferentes velocidades de calentamiento en la **Figura 4- 20**, en donde se observa que el comportamiento de la curva de la velocidad a 15 K/min tiene una tendencia independiente de las velocidades de 12 K/min y 10 K/min, estas siguen la misma tendencia, hasta que las muestras alcanzan una temperatura de 260°C (**línea amarilla**) se pierde alrededor del 15% de la masa inicial de la muestra. A partir de esta temperatura, la curva de la velocidad de calentamiento a 12 K/min comienza a alejarse ligeramente del comportamiento de la curva de 10 K/min, este comportamiento continua hasta el final del experimento. Cuando se alcanza una temperatura de 390°C (**línea verde**), se perdió el 50% de la masa inicial para una velocidad de 10 K/min. A una velocidad de 12 K/min se perderá el mismo porcentaje de masa, pero a una temperatura de 400°C y a una velocidad de 15 K/min, ocurrirá lo mismo, pero al alcanzar una temperatura de 420°C.

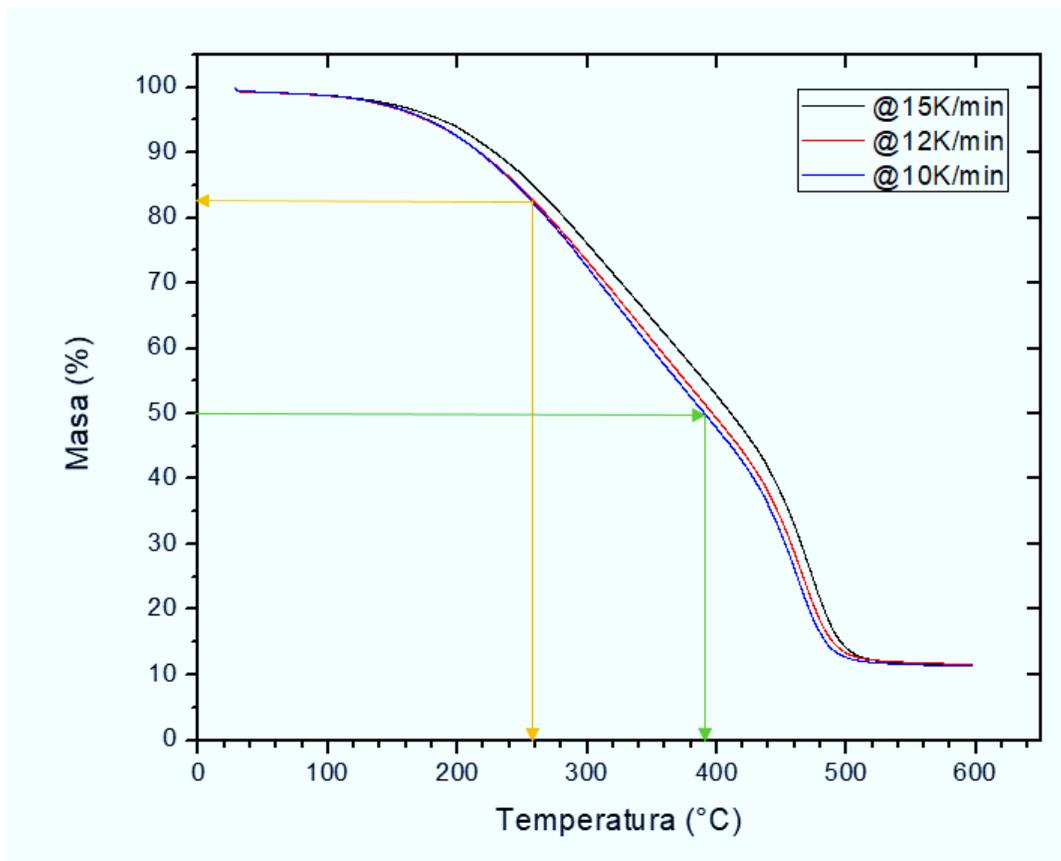


Figura 4- 20. Resultados del estudio TGA para la dilución al 25% de aceite Gamma.

❖ **Dilución (70% - 30%)**

Finalmente, en la **Figura 4- 21** se observa el comportamiento de las curvas de las tres diferentes velocidades de calentamiento del análisis de termogravimetría para la dilución del 70% de aceite extrapesado y el 30% de aceite ligero. Al inicio del experimento, las tres curvas presentan un comportamiento similar, pero cuando la temperatura aumenta las curvas de las velocidades de calentamiento de 10 K/min y 12 K/min presentan la misma tendencia, independiente ligeramente del comportamiento de la velocidad de 15 K/min. Cuando se alcanza una temperatura de 220°C (**línea amarilla**) se habrá perdido el 10% de la masa inicial de las muestras. Las curvas continúan presentando una tendencia similar, hasta que, alcanzan una temperatura de 420°C (**línea verde**), de este modo se pierde una masa mayor al 50% de la masa total, el comportamiento de la curva de velocidad de 12 K/min y 10 K/min comienzan a comportarse de forma independiente la una de la otra y este comportamiento continua hasta el final del experimento.

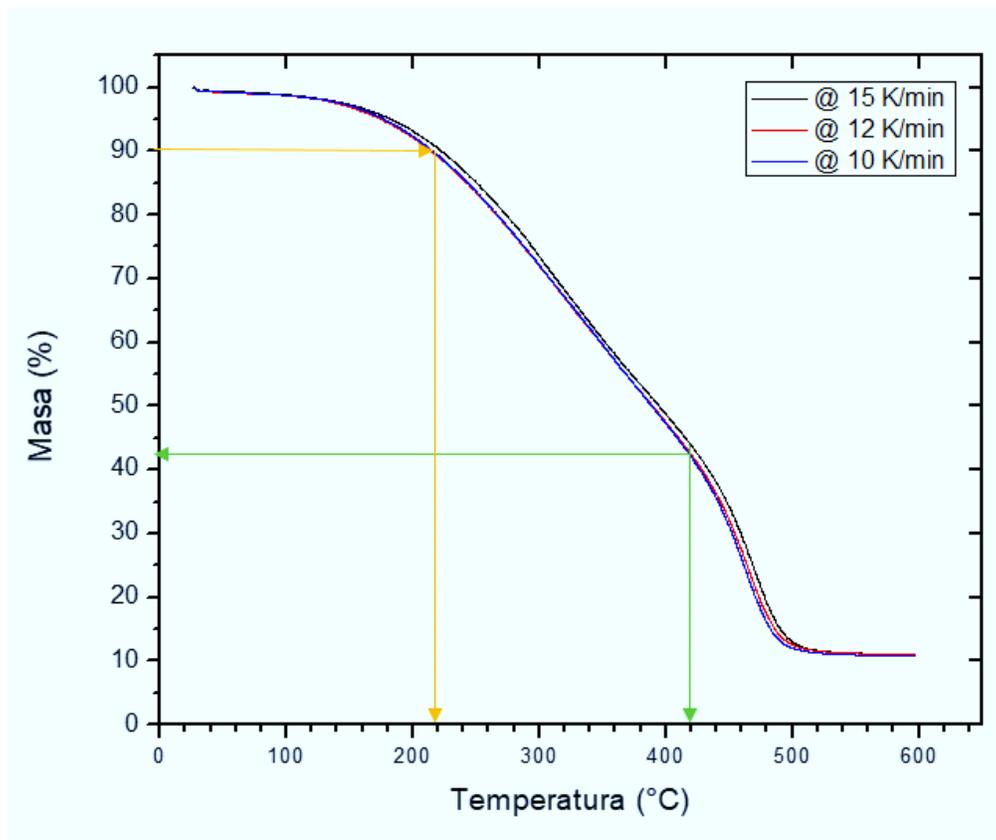


Figura 4- 21. Resultados del estudio TGA para la dilución al 30% de aceite Gamma.

❖ ***Presentación comparativa de los datos obtenidos del experimento de TGA para el aceite Sigma al 100%, el aceite Gamma al 100% y cada dilución***

En la **Tabla 4- 15** se presentan los datos que se obtuvieron de los experimento de Termogravimetría para el aceite Signa y Gamma al 100% y para las diluciones que se realizaron. Se tomaron como referencia tres temperaturas, 200, 350 y 440°C y se obtuvo el porcentaje de pérdida de masa a las tres velocidades de calentamiento, 10, 12 y 15 K/min. El aceite Sigma al 100% es la muestra que tuvo las menores pérdida de masa a las tres velocidades, medidas a 200°C, en cambio, el aceite Gamma al 100% tuvo un incremento del 10% de pérdida de masa con respecto al aceite Sigma al 100%, medido también a 200°C. En comparación a las pérdidas de masa registradas a 440°C, el aceite Sigma perdió alrededor del 50% de las masas, en cambio el aceite Gamma perdió cerca del 100% de la masa inicial, esto se debe a la cantidad de componentes ligeros que contiene el aceite Gamma.

Respecto a las diluciones que se realizaron, la dilución conformada por el 30% de aceite Gamma y 70% de aceite Sigma fue la que presentó la mayor pérdida de masa para las tres velocidades de calentamiento, a una temperatura de 200°C. Para una temperatura de 350°C se perdió un mayor porcentaje de la masa de la muestra del 10% de aceite Gamma y 90% de aceite Sigma, siendo del 44% para las tres velocidades de calentamiento, respecto a las demás diluciones.

Al calentar las diluciones a 440°C se registró el mayor porcentaje de pérdida de masa a una dilución del 5% de aceite Gamma y 95% de aceite Sigma, siendo la mayor pérdida de masa, en un orden del 68% a una velocidad de calentamiento de 10 K/min, para una velocidad de 15 K/min se obtuvo una pérdida de masa cercana al 50%. Así como también la dilución de 25% de aceite Gamma y 75% de aceite Sigma que presentó una pérdida de masa del 65% a una velocidad de 10 K/min, pero una pérdida de masa cercana al 60% a una velocidad de 15 K/min.

En estos casos, aunque el calentamiento de la muestra se realizó a velocidades diferentes, el comportamiento de las curvas fue similar, lo cual garantiza la estabilidad y homogeneidad de las diluciones, ya que los resultados del estudio de Termogravimetría no presenta datos

anómalos que indiquen que se encuentran presentes componentes que sufrieron una mayor degradación.

Tabla 4- 15. Resultados de los estudios TGA del aceite Sigma, aceite Gamma y sus diluciones.

| Temperatura (°C) | Pérdida de masa a diferentes velocidades | | |
|--------------------------------------|---|----------|----------|
| | 10 K/min | 12 K/min | 15 K/min |
| Aceite Sigma al 100% | | | |
| 200 | 6% | 6% | 5% |
| 350 | 30% | 30% | 28% |
| 440 | 55% | 55% | 46% |
| Aceite Gamma al 100% | | | |
| 200 | 16% | 16% | 10% |
| 350 | 72% | 72% | 65% |
| 440 | 95% | 95% | 92% |
| Dilución 1% Gamma - 99% Sigma | | | |
| 200 | 6% | 6% | 5% |
| 350 | 30% | 30% | 28% |
| 440 | 51% | 51% | 50% |
| Dilución 5% Gamma – 95% Sigma | | | |
| 200 | 8% | 6% | 4% |
| 350 | 33% | 30% | 27% |
| 440 | 68% | 65% | 52% |

Continuación Tabla 4- 15. Resultados de los estudios TGA del aceite Sigma, aceite Gamma y sus diluciones.

| Dilución 10% Gamma – 90% Sigma | | | |
|---------------------------------------|-----|-----|-----|
| 200 | 7% | 7% | 6% |
| 350 | 44% | 44% | 44% |
| 440 | 58% | 57% | 55% |
| Dilución 15% Gamma – 85% Sigma | | | |
| 200 | 6% | 6% | 6% |
| 350 | 37% | 37% | 35% |
| 440 | 62% | 60% | 58% |
| Dilución 20% Gamma – 80% Sigma | | | |
| 200 | 8% | 5% | 5% |
| 350 | 38% | 35% | 35% |
| 440 | 57% | 55% | 55% |
| Dilución 25% Gamma – 75% Sigma | | | |
| 200 | 7% | 7% | 5% |
| 350 | 40% | 38% | 35% |
| 440 | 65% | 63% | 57% |
| Dilución 30% Gamma – 70% Sigma | | | |
| 200 | 8% | 8% | 7% |
| 350 | 42% | 42% | 40% |
| 440 | 59% | 59% | 57% |

4.3. Estudios de Calorimetría Diferencial de Barrido, DSC

❖ *Aceite Sigma al 100%*

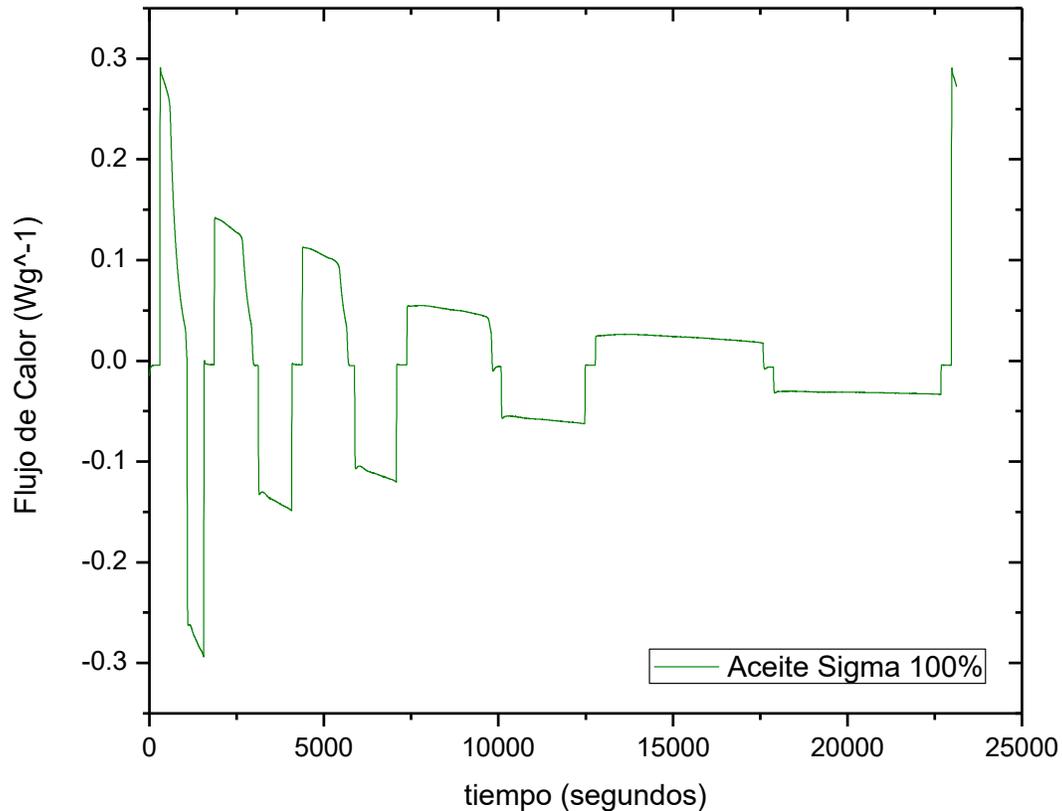


Figura 4- 22. Resultados del estudio DSC completo del aceite Sigma al 100%.

Se realizó el estudio de Calorimetría Diferencial de Barrido para la muestra de aceite Sigma al 100%. La **Figura 4- 22** muestra el comportamiento completo de la gráfica que se obtuvo con el experimento. Debido a que esta fue la primera muestra que se analizó, se llevó a cabo el experimento a cinco velocidades diferentes de calentamiento-enfriamiento, para poder fijar las velocidades adecuadas para realizar los experimentos para las siguientes muestras. El primer conjunto de datos, comprende desde un flujo de calor igual a 0 hasta aproximadamente $0.3 Wg^{-1}$ y el comportamiento decreciente hasta $-0.3 Wg^{-1}$, alcanzando nuevamente un flujo de calor igual a 0, corresponde a la velocidad de calentamiento-enfriamiento de 10 K/min.

El segundo conjunto de datos comprende desde 0 a 0.15 Wg^{-1} aproximadamente, y la tendencia decreciente hasta -0.15 Wg^{-1} hasta alcanzar nuevamente el 0, se obtuvieron a una velocidad de 5 K/min. El tercer conjunto de datos, el cual abarca desde 0 hasta 0.1 Wg^{-1} y continuando con una tendencia decreciente hasta -0.1 Wg^{-1} y alcanzando nuevamente el 0, pertenecen a la velocidad de 4 K/min. El cuarto conjunto de datos abarca desde 0 hasta el punto máximo que es 0.05 Wg^{-1} y el punto mínimo que es -0.05 Wg^{-1} , pertenecen a la velocidad de 2 K/min. Finalmente, el quinto conjunto de datos obtuvo un punto máximo cercano a 0.03 Wg^{-1} y un punto mínimo de -0.03 Wg^{-1} aproximadamente, que se obtuvieron a una velocidad de 1 K/min.

En la **Figura 4- 23** se presenta un acercamiento de la **Figura 4- 22**, a la velocidad de 10 K/min, en la cual se pretendía observar la temperatura de cristalización de las parafinas; pero a esta velocidad de enfriamiento no se pudo apreciar el fenómeno.

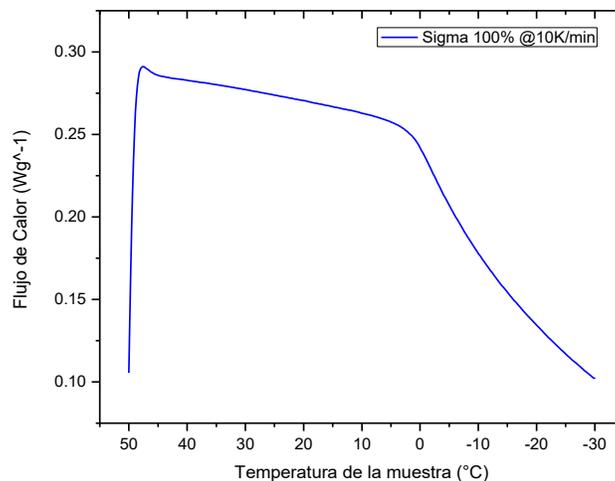


Figura 4- 23. Resultados de cristalización de parafinas del estudio DSC para el aceite Sigma al 100% @ 10 K/min.

La **Figura 4- 24** también es un acercamiento que se realizó de la parte inferior de la **Figura 4- 22**, en donde la muestra de aceite Sigma al 100% se está calentando, iniciando con una temperatura de -30°C hasta llegar a una temperatura de 50°C . En este caso se pretende mostrar la temperatura de fusión de las parafinas, lo cual ocurre a -2°C . A esta temperatura se comienzan a fundir las parafinas de menor peso molecular, con una velocidad de calentamiento de 10 K/min.

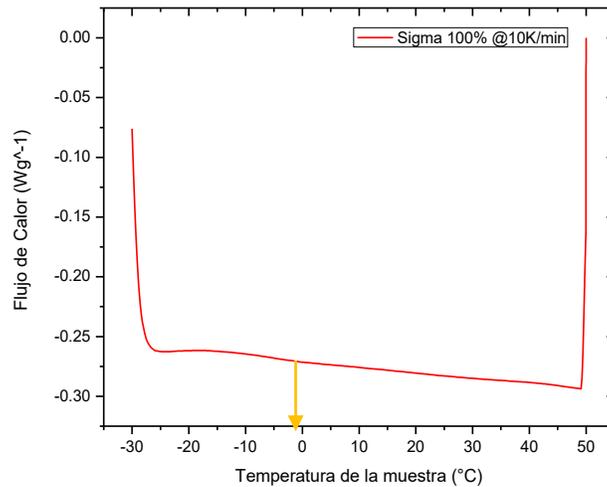


Figura 4- 24. Resultados de fusión de parafinas del estudio DSC para el aceite Sigma al 100% @ 10 K/min.

Debido a que no se presenta claro el efecto de cristalización de parafinas para las muestras de aceite ni de las diluciones, se decidió que no se tomaría en cuenta la velocidad de calentamiento-enfriamiento de 10 K/min para llevar a cabo el estudio, solo se tomarán en cuenta las velocidades de 5 K/min, 4 K/min, 2 K/min y 1 K/min.

Para mostrar los resultados obtenidos de los experimentos que se llevaron a cabo para todas las muestras de aceites de una forma más puntual, se presentarán las curvas de cristalización y fusión de parafinas en la misma gráfica correspondiente a la velocidad de calentamiento-enfriamiento de 5 K/min, como se muestra a continuación. Las gráficas de las velocidades de 4, 2 y 1 K/min se presentan en el **Anexo C** y al finalizar se presentará la comparación de los resultados obtenidos.

En la **Figura 4- 25** se muestra la curva de cristalización de parafinas, curva superior, el experimento inicia con una temperatura de 50 °C (lado izquierdo de la gráfica) disminuyendo hasta llegar a -30 °C (lado derecho de la gráfica), a una velocidad de enfriamiento de 5 K/min. Según el comportamiento de la curva, la temperatura a la que comienzan a cristalizarse las parafinas es a -2 °C. También se aprecia la curva de fusión de parafinas, curva inferior, a una velocidad de calentamiento también de 5 K/min, iniciando desde -30 °C. La temperatura que se registra es de -5 °C, a esta temperatura se comenzarán a fundir las parafinas.

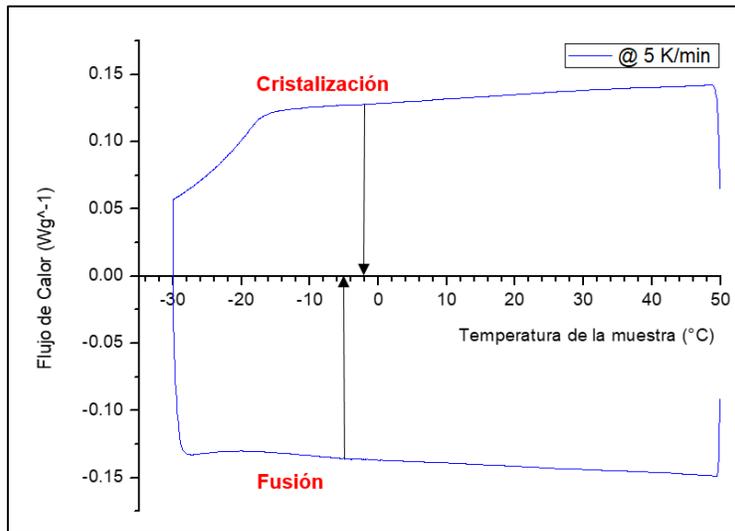


Figura 4- 25. Resultados del estudio DSC del aceite Sigma a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 5 K/min al 100%.

❖ **Aceite Gamma al 100%**

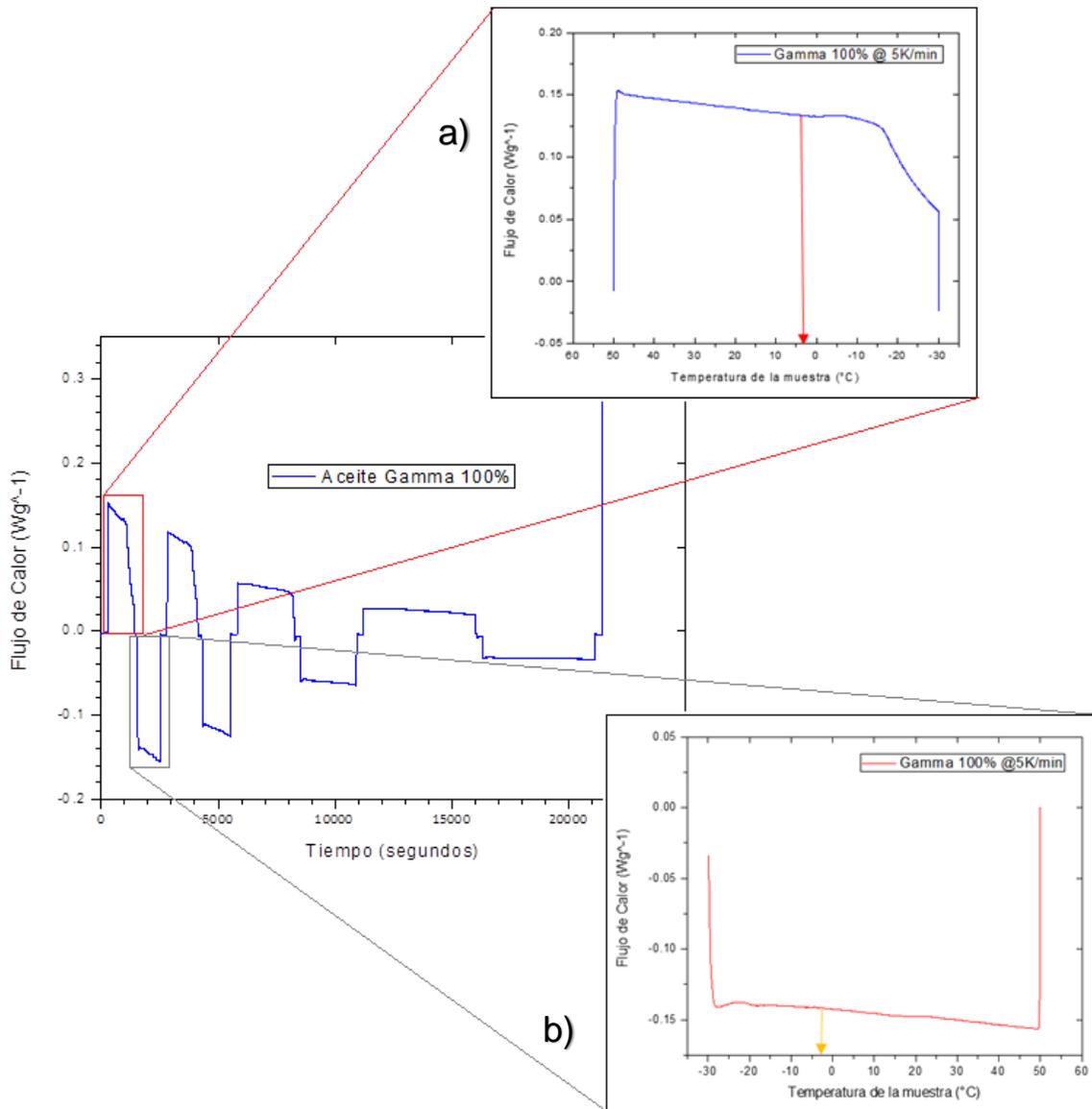


Figura 4- 26. Resultados del estudio DSC del aceite Gamma al 100%.

En la **Figura 4- 26** se muestra la gráfica que se generó con los resultados que se obtuvieron del experimento de Calorimetría Diferencial de Barrido para la muestra de Aceite Gamma al 100%. Se puede observar que se requirió un menor flujo de calor para esta muestra de aceite ligero, que para el aceite extrapesado. El primer conjunto de datos que pertenece de cero a $0.16 Wg^{-1}$ y de este valor a cero, pertenece a la curva de cristalización de las

parafinas a una velocidad de 5 K/min, a partir de cero hasta un flujo de calor de -0.16 Wg^{-1} y de este valor hasta cero, se trata de la curva de fusión de parafinas a una velocidad de calentamiento de 5 K/min. El segundo conjunto de datos, a partir de cero hasta 0.12 Wg^{-1} y a partir de este valor hasta -0.12 Wg^{-1} , volviendo a cero nuevamente, pertenecen a la curva de cristalización-fusión de parafinas a una velocidad de 4 K/min. El tercer conjunto de datos, a partir de cero hasta 0.06 Wg^{-1} y de este valor hasta -0.06 Wg^{-1} , regresando al punto de partida nuevamente, pertenecen a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 2 K/min. Finalmente, el último conjunto de datos, que tiene un flujo de calor máximo de 0.02 Wg^{-1} y un mínimo de -0.02 Wg^{-1} , pertenecen a una velocidad de 1 K/min.

La **Figura 4- 26 a)** es un acercamiento de la gráfica completa que representa la curva de cristalización de las parafinas para la muestra de aceite ligero al 100% a una velocidad de enfriamiento de 5 K/min, se registró una temperatura de cristalización de $3 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Y la **Figura 4- 26 b)** representa el acercamiento de la curva de fusión de parafinas a una velocidad de 5 K/min. Con base en el comportamiento de la curva, se determinó que la temperatura de fusión de parafinas para este tipo de aceite es de $-3 \text{ }^{\circ}\text{C}$.

Los acercamientos a las curvas de cristalización y fusión de parafinas a 4 K/min, 2 K/min y 1 K/min para el aceite Gamma al 100% se presentan en el **Anexo C**.

❖ **Dilución (99% - 1%)**

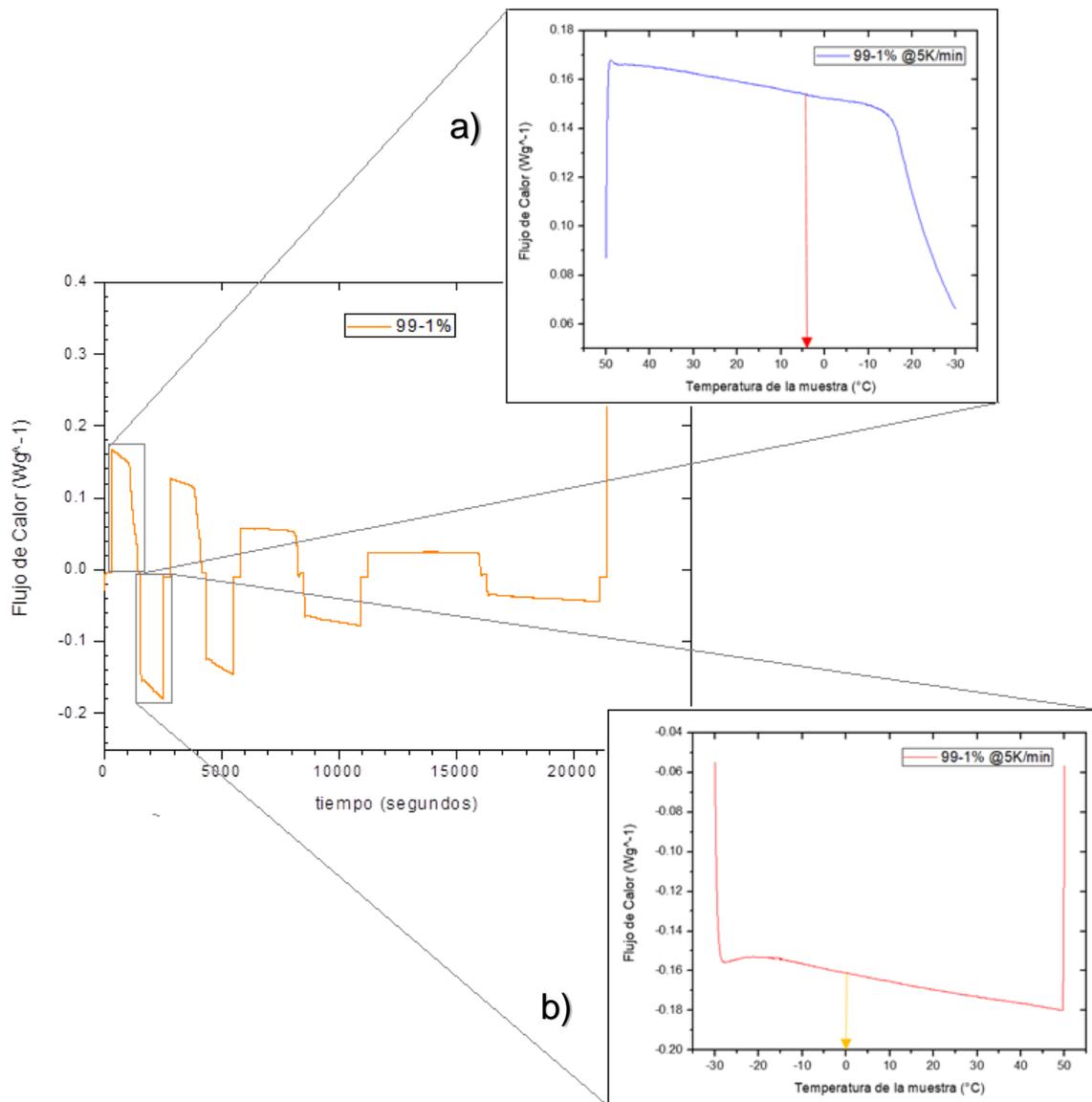


Figura 4- 27. Resultados del estudio DSC de la dilución 99% de aceite Sigma y 1% de aceite Gamma.

Se realizó el estudio de Calorimetría Diferencial de Barrido para la concentración del 99% de Aceite Sigma homogeneizado con el 1% de Aceite Gamma. La **Figura 4- 27** muestra en la parte central, la curva completa que se obtuvo del experimento. El primer conjunto de datos corresponde a un flujo de calor desde cero hasta $0.16 Wg^{-1}$ y de nuevo disminuye a cero, lo cual genera la curva de cristalización de parafinas, la **figura a)** es un acercamiento de esta curva y se pudo observar que a una temperatura de $4\text{ }^{\circ}C$ el comportamiento de la

curva sufre un cambio, a lo cual se atribuye que al llegar a esta temperatura se comenzarán a cristalizar las parafinas. A partir de cero hasta un flujo de calor de -0.18 Wg^{-1} y hasta aumentar nuevamente a cero, corresponde a la generación de la curva de fusión de parafinas, la **figura b)** es un acercamiento de esta curva, la cual se generó a partir de una temperatura de $-30 \text{ }^\circ\text{C}$ hasta alcanzar los $50 \text{ }^\circ\text{C}$, a una temperatura de $0 \text{ }^\circ\text{C}$ se observa un ligero cambio en la tendencia que sigue la curva, por lo que a esta temperatura comenzarán a fundirse las parafinas; ambos fenómenos ocurren a una velocidad de enfriamiento-calentamiento de 5 K/min . El segundo conjunto de datos abarca desde cero hasta un flujo de calor aproximado de 0.12 Wg^{-1} , disminuyendo hasta -0.15 Wg^{-1} terminando nuevamente en cero, estos datos se generaron a una velocidad de enfriamiento-calentamiento de 4 K/min . El tercer conjunto de datos, para una velocidad de enfriamiento-calentamiento de 2 K/min , se generó a partir de un flujo de calor de cero hasta 0.06 Wg^{-1} disminuyendo hasta -0.08 Wg^{-1} aumentando de nuevo hasta cero. El cuarto conjunto de datos inicia en cero y aumenta hasta 0.03 Wg^{-1} disminuyendo hasta -0.04 Wg^{-1} aumentando nuevamente hasta llegar a un flujo de calor mayor a 0.3 Wg^{-1} ; estos datos se generaron a una velocidad de enfriamiento-calentamiento de 1 K/min .

Los acercamientos a las curvas de cristalización y fusión de parafinas a 4 K/min , 2 K/min y 1 K/min para esta dilución (99% - 1%) se presentan en el **Anexo C**.

❖ **Dilución (95% - 5%)**

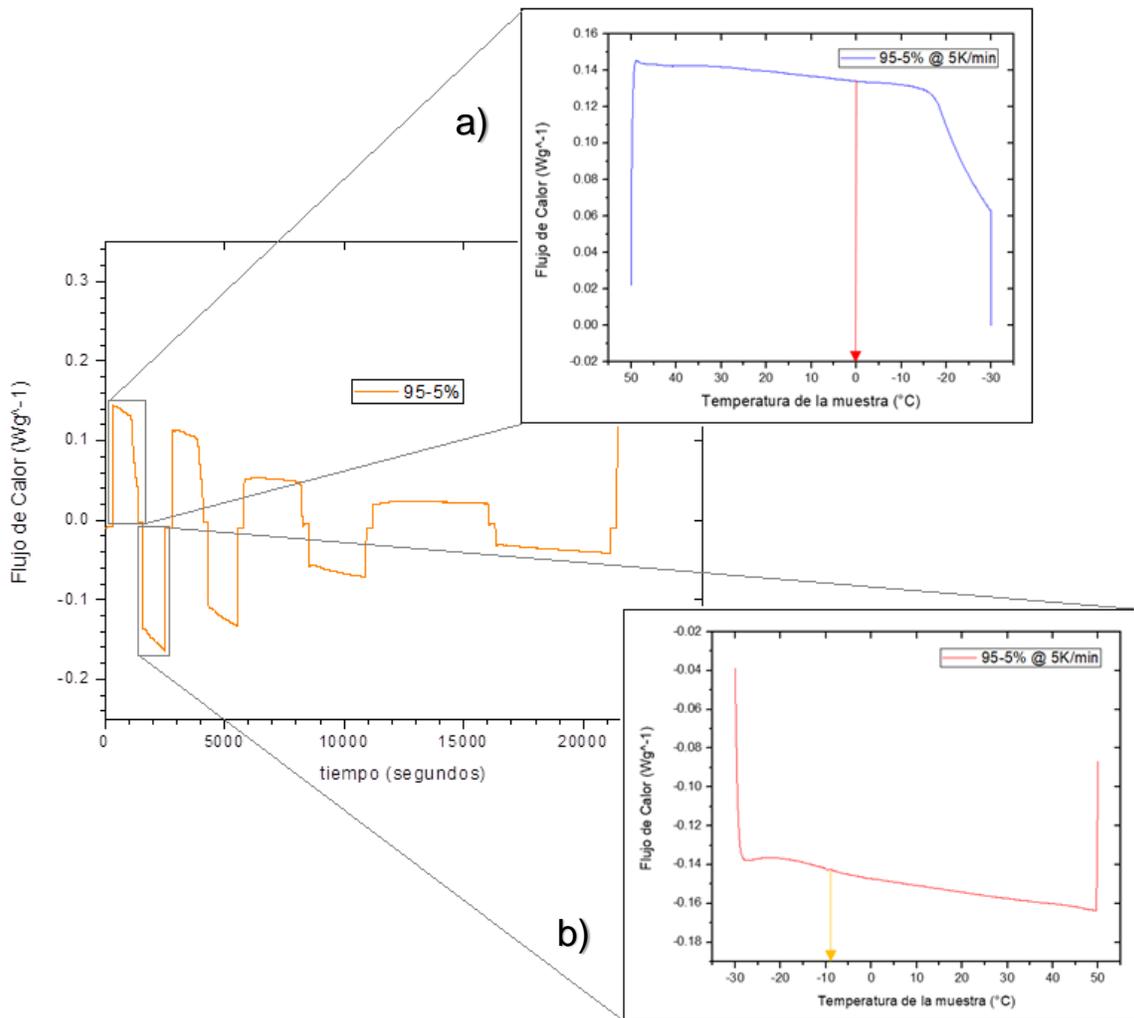


Figura 4- 28. Resultados del estudio DSC de la dilución 95% de aceite Sigma y 5% de aceite Gamma.

En la **Figura 4- 28** se presenta la gráfica resultante del estudio de Calorimetría Diferencial de Barrido de la muestra homogeneizada del 5% de aceite ligero con el 95% de aceite extrapesado. Todas las muestras se sometieron a un programa de temperatura desde 50 $^{\circ}C$ hasta -30 $^{\circ}C$, pero comparando con los resultados obtenidos de la muestra de Aceite Sigma al 100%, para esta dilución fue necesario un menor flujo de calor tanto para calentar como para enfriar la muestra. El primer conjunto datos parte desde un flujo de calor de cero y reporta un valor máximo de 0.14 Wg^{-1} y un valor mínimo de -0.16 Wg^{-1} , estos corresponden a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 5 K/min. La **figura a)**

corresponde a un acercamiento a esta velocidad de enfriamiento, la cual representa la curva de cristalización de las parafinas. La muestra se somete a una temperatura inicial de 50 °C y se observa que la temperatura va descendiendo, conforme esto ocurre la tendencia de la curva también es descendiente y lineal. A una temperatura de 0 °C ocurre un súbito incremento en el flujo de calor y la curva comienza a comportarse de una forma no lineal. A este cambio del comportamiento de la curva de flujo de calor contra temperatura, se le atribuye la cristalización de las parafinas.

La figura b) también es un acercamiento a la velocidad de calentamiento de 5 K/min. Inicialmente la muestra se encuentra a una temperatura de -30 °C, a partir de la cual se comienza a incrementar hasta llegar a 50 °C. Se puede observar que la curva tiene un comportamiento no lineal, comienza a comportarse de manera ascendente y posteriormente desciende de forma lineal, pero al alcanzar una temperatura de -9 °C se observa que el flujo de calor disminuye ligeramente desviándose de la tendencia que seguía la curva y después vuelve a aumentar continuando con la tendencia anterior. A este tipo de comportamiento de la curva se le atribuye la fusión de las parafinas.

En la gráfica completa se presenta el segundo conjunto de datos a partir de cero, reportando un valor máximo de flujo de calor de 0.12 Wg^{-1} y un valor mínimo de -0.14 Wg^{-1} , para una velocidad de 4 K/min. A continuación, el tercer conjunto de datos inicia en cero, con un valor máximo de 0.06 Wg^{-1} y un valor mínimo de -0.07 Wg^{-1} , a una velocidad de 2 K/min. Finalmente, el cuarto conjunto de datos inicia en un flujo de calor de cero, reportándose un valor máximo de flujo de calor de 0.3 Wg^{-1} y un mínimo de -0.03 Wg^{-1} , a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 1 K/min.

Los acercamientos a las curvas de cristalización y fusión de parafinas a 4 K/min, 2 K/min y 1 K/min para esta dilución (95% - 5%) se presentan en el **Anexo C**.

❖ **Dilución (90% - 10%)**

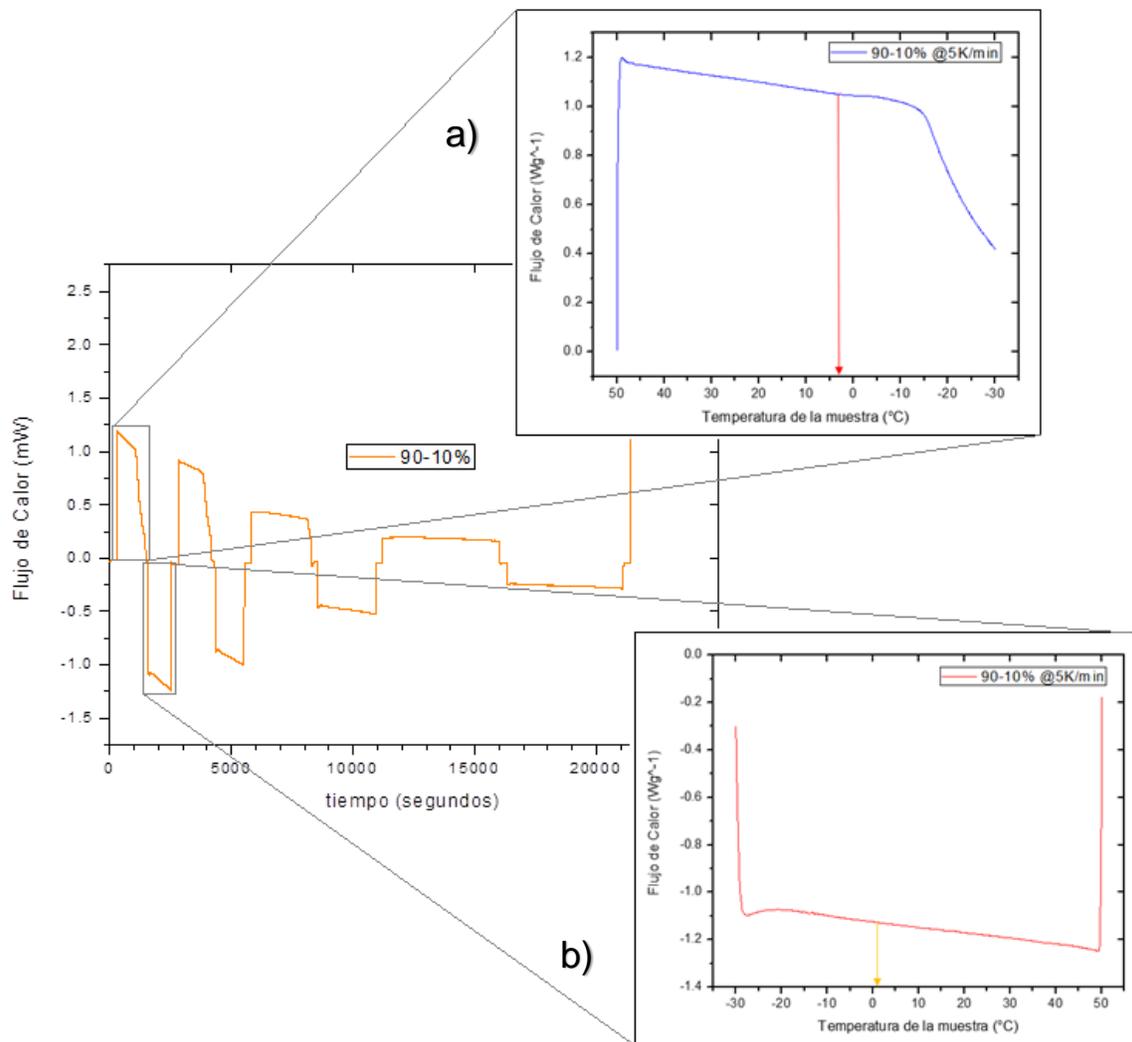


Figura 4- 29. Resultados del estudio DSC de la dilución 90% de aceite Sigma y 10% de aceite Gamma.

La curva de la **Figura 4- 29** es la curva resultante del estudio de Calorimetría que se llevó a cabo para una dilución homogeneizada con el 10% de aceite ligero y el 90% de aceite extrapesado. Inicialmente esta muestra se llevó a una temperatura de 50 °C, lo cual se realizó con un flujo de calor menor a 1.25 Wg^{-1} , después se sometió a una velocidad de enfriamiento de 5 K/min para disminuir su temperatura hasta -30 °C, la **figura a)** es un acercamiento de este conjunto de datos que representa la curva de cristalización de las parafinas. La curva inicialmente sigue una tendencia lineal descendiente conforme baja la

temperatura, pero al llegar a una temperatura de 3 °C la curva comienza a tener una tendencia no lineal, este cambio en la tendencia de la curva generada por estudio de Calorimetría Diferencial de Barrido significa que al llegar a esta temperatura comenzarán a cristalizarse las parafinas.

La **figura b)** también corresponde al primer conjunto de datos, pero en este caso solo se tomó en cuenta el rango de flujo de calor de cero a -1.25 Wg^{-1} , lo cual corresponde a la curva de fusión de las parafinas. Inicialmente la muestra se encuentra a -30 °C , se aumenta la temperatura a una velocidad de 5 K/min hasta alcanzar una temperatura de 50 °C . Como se puede apreciar al principio, la curva sigue una tendencia no lineal ascendente, después descende en forma no lineal, hasta que en algún punto comienza a comportarse de forma lineal descendente, pero al alcanzar una temperatura de 1 °C existe un ascenso en los datos y después de esto se vuelve a comportar del mismo modo. A estos cambios súbitos en la trayectoria de la curva se le atribuye que, a esta temperatura, se comenzarán a fusionar las parafinas.

El segundo conjunto de datos que se muestra en la gráfica completa corresponde al intervalo de flujo de calor entre 0.9 Wg^{-1} y -1.0 Wg^{-1} , a una velocidad de enfriamiento-calentamiento de 4 K/min. El rango de flujo de calor de 0.4 Wg^{-1} a -0.5 Wg^{-1} , corresponde a una velocidad de enfriamiento-calentamiento de 2 K/min. Finalmente, el rango de flujo de calor de 0.20 Wg^{-1} a -0.3 Wg^{-1} pertenece a la menor velocidad de enfriamiento-calentamiento, la de 1 K/min. Es importante hacer énfasis en que, al hacer el cambio de velocidad de enfriamiento o calentamiento, se sometió la muestra a un tiempo de estabilización de 5 minutos.

Los acercamientos a las curvas de cristalización y fusión de parafinas a 4 K/min, 2 K/min y 1 K/min para esta dilución (90% - 10%) también se presentan en el **Anexo C**.

❖ **Dilución (85% - 15%)**

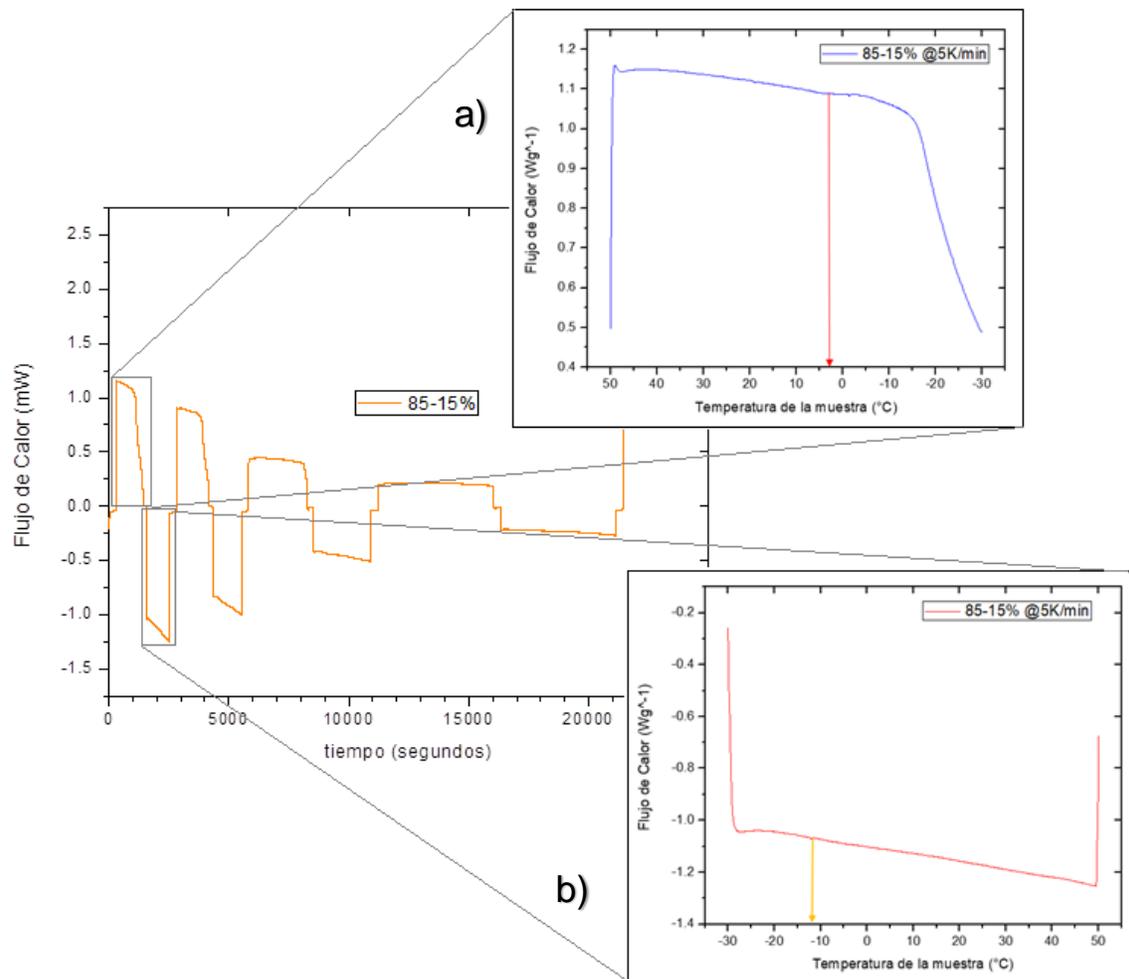


Figura 4- 30. Resultados del estudio DSC de la dilución 85% de aceite Sigma y 15% de aceite Gamma.

La **Figura 4- 30** muestra los resultados obtenidos del experimento de Calorimetría Diferencial de Barrido de una muestra constituida en un 85% de aceite extrapesado y 15% de aceite ligero. El experimento para esta muestra también se llevó a cabo a cuatro velocidades diferentes, tanto de enfriamiento como de calentamiento, que son 5 K/min, 4 K/min, 2 K/min y 1 K/min, iniciando con una temperatura de 50 $^{\circ}C$ disminuyendo a -30 $^{\circ}C$ y volviendo a elevar la temperatura hasta 50 $^{\circ}C$; dejando un tiempo de reposo de 5 min para que la muestra se estabilice. Para la primera velocidad, se logró alcanzar un flujo de calor entre 1.15 Wg^{-1} y -1.25 Wg^{-1} , la **figura a)** es un acercamiento de la curva a una velocidad de 5 K/min. Esta curva es la curva de cristalización de parafinas. Al inicio la curva formó un

pico, el cual descendió y posteriormente tuvo una tendencia lineal descendiente, hasta que alcanzó una temperatura de 4 °C, a partir de esta temperatura la curva tuvo una tendencia no lineal. Este cambio de tendencia indica que a partir de esa temperatura se comenzarán a cristalizar las parafinas.

La **figura b)** también es un acercamiento de la gráfica completa, en donde se muestra la curva de fusión de las parafinas a una velocidad de 5 K/min. Una vez que la muestra llegó a -30 °C, se incrementa la temperatura hasta alcanzar los 50 °C. Lo anterior se logró llegando a un flujo de calor de -1.25 Wg^{-1} . Se puede observar que al inicio la curva también genera un pico, pero de forma contraria este va en aumento hasta que en algún punto se presenta una tendencia lineal descendiente, pero al llegar a una temperatura de -12 °C ocurre un drástico descenso del flujo del calor, casi instantáneamente vuelve a recuperar la tendencia lineal descendiente que seguía. A este cambio drástico en el flujo de calor se le atribuye que se han comenzado a fusionar las parafinas.

La segunda velocidad alcanzó un flujo de calor entre 0.9 Wg^{-1} y -1.0 Wg^{-1} . Con la tercera velocidad se obtuvo un flujo de calor entre 0.45 Wg^{-1} y -0.5 Wg^{-1} . Finalmente, con la cuarta velocidad de enfriamiento y calentamiento se obtuvo un rango de flujo de calor entre 0.25 Wg^{-1} y -0.25 Wg^{-1} . Los acercamientos correspondientes a las curvas de cristalización y fusión de parafinas a 4 K/min, 2 K/min y 1 K/min para esta dilución (85% - 15%) se presentan también en el **Anexo C**.

❖ **Dilución (80% - 20%)**

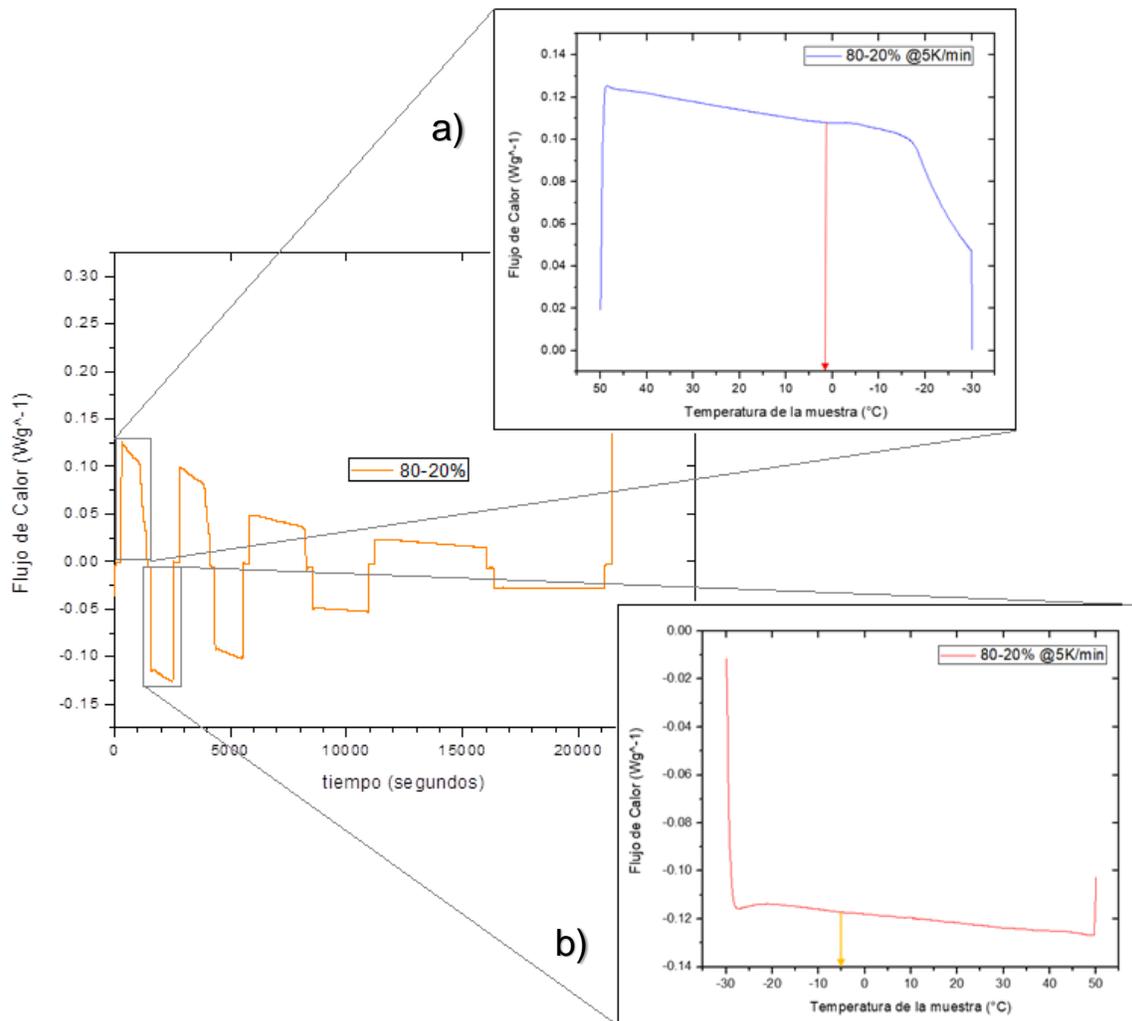


Figura 4- 31. Resultados del estudio DSC de la dilución 80% de aceite Sigma y 20% de aceite Gamma.

En la **Figura 4- 31** se puede observar la curva del experimento de Calorimetría Diferencial de Barrido para la muestra de aceite compuesta del 80% de Aceite Sigma y 20% de Aceite Gamma. La curva inicia desde cero y la temperatura aumenta hasta 50 °C con un flujo de calor de 0.125 Wg⁻¹, a partir de ese punto disminuye la temperatura a -30 °C y se volvió a elevar la temperatura a 50 °C, alcanzando un flujo de calor a -0.125 Wg⁻¹, a una velocidad de enfriamiento y calentamiento de 5 K/min. Posteriormente, después de que se deja reposar la muestra 5 minutos para su estabilización, se alcanzó un flujo de calor de 0.10 Wg⁻¹ y se disminuyó la temperatura a -30 °C a una velocidad de enfriamiento de 4 K/min,

se volvió a subir la temperatura a 50 °C con un flujo de calor de -0.10 Wg^{-1} a una velocidad de calentamiento de 4 K/min. A continuación, la muestra se estabilizó 5 minutos y volvió a alcanzar los 50 °C para descender la temperatura a -30 °C a una velocidad de enfriamiento de 2 K/min con un flujo de calor máximo de 0.05 Wg^{-1} y una vez que alcanzó la temperatura de -30 °C, se elevó a 50 °C a la misma velocidad de calentamiento, obteniendo un flujo de calor máximo de -0.5 Wg^{-1} . Finalmente, la muestra se somete a 5 minutos de estabilización y vuelve a partir de una temperatura inicial de 50 °C, la temperatura desciende hasta -30 °C a una velocidad de enfriamiento de 1 K/min, obteniendo un flujo de calor máximo de 0.025 Wg^{-1} . Se vuelve a aumentar la temperatura a 50 °C a una velocidad de calentamiento de 1 K/min alcanzando un flujo de calor de -0.025 Wg^{-1} .

La **figura a)** es un acercamiento de la gráfica completa que representa la curva de cristalización de parafinas, la cual se genera a una temperatura inicial de 50 °C hasta alcanzar una temperatura final de -30 °C a una velocidad de enfriamiento de 5 K/min. Se puede observar que al inicio se forma un pico, el cual desciende y posteriormente la curva sigue una tendencia lineal descendiente, pero al llegar a 1 °C la tendencia cambia a no lineal, por lo que a esta temperatura se comenzarán a cristalizar las parafinas.

La **figura b)** es un acercamiento de la curva de fusión de las parafinas, la cual se genera a una temperatura inicial de -30 °C y a una temperatura final de 50 °C a una velocidad de calentamiento de 5 K/min. La curva al inicio forma un pico el cual se presenta de forma ascendente y posteriormente se sigue una tendencia lineal descendiente, pero al llegar a una temperatura de -5 °C ocurre un descenso del flujo del calor, por lo que, al llegar a esta temperatura, las parafinas comenzarán a fusionarse.

Los acercamientos a las curvas de cristalización y fusión de parafinas a 4 K/min, 2 K/min y 1 K/min para esta dilución (80% - 20%) se presentan en el **Anexo C**.

❖ **Dilución (75% - 25%)**

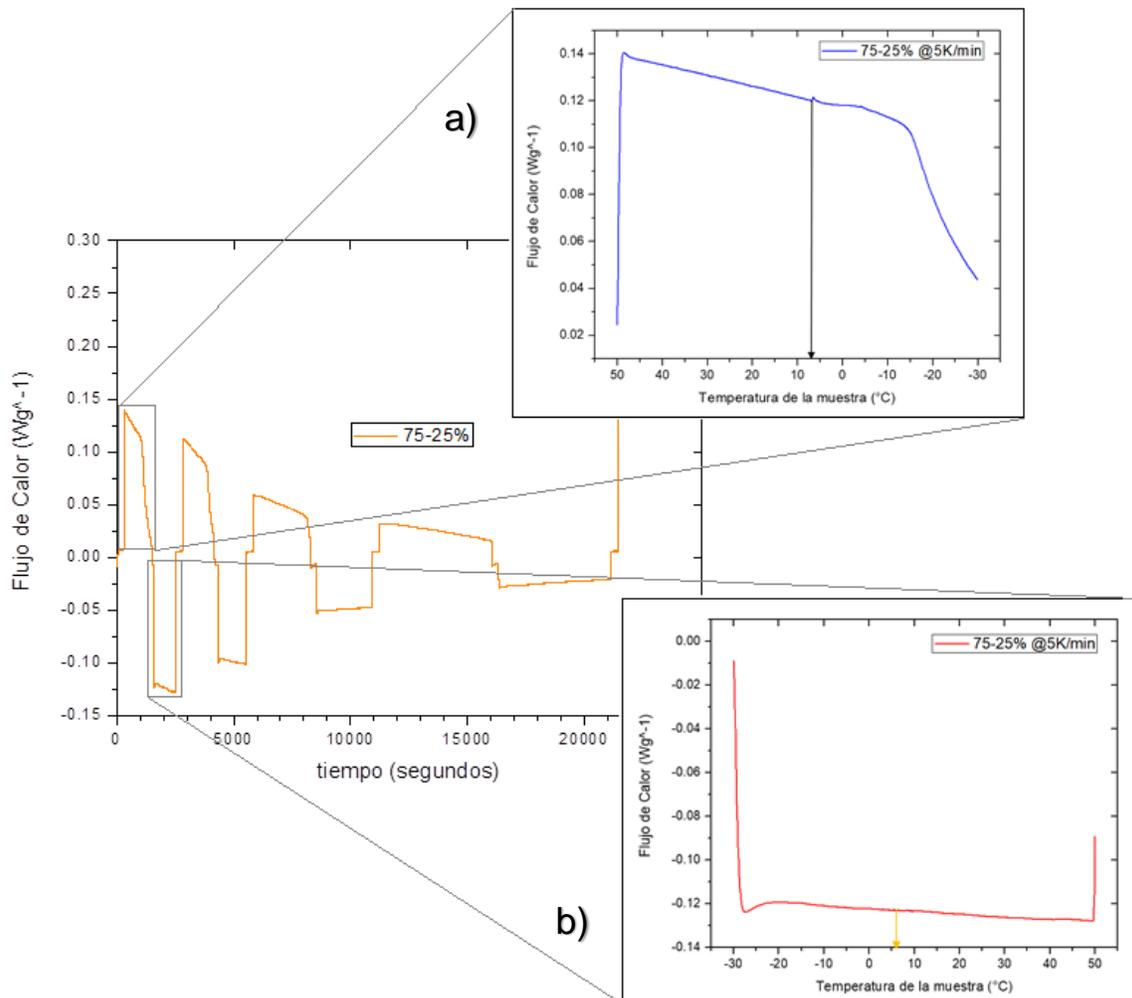


Figura 4- 32. Resultados del estudio DSC de a dilución 75% de aceite Sigma y 25% de aceite Gamma.

Se llevó a cabo el estudio de Calorimetría Diferencial de Barrido para la muestra de aceite constituida por el 25% de aceite ligero y el 75% de aceite extrapesado. La **Figura 4- 32** muestra los resultados que se obtuvieron del experimento. El primer conjunto de datos, abarca desde un flujo de calor igual a 0 hasta aproximadamente 0.14 Wg^{-1} y decrece hasta -0.125 Wg^{-1} , lo cual corresponde a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 5 K/min. El segundo conjunto de datos, que abarca desde un flujo de calor de 0 a 0.115 Wg^{-1} y disminuye hasta -0.10 Wg^{-1} , llegando a 0 otra vez, pertenecen a la velocidad de 4 K/min. El tercer conjunto de datos, de un flujo de calor igual a 0 hasta 0.06 Wg^{-1} y disminuyendo

hasta -0.05 Wg^{-1} regresando de nuevo a 0, pertenecen a la velocidad de 2 K/min. Finalmente, el cuarto conjunto de datos abarca desde un flujo de calor igual a 0 hasta 0.03 Wg^{-1} , disminuyendo hasta -0.03 Wg^{-1} y de nuevo incrementando hasta 0, pertenecen a la velocidad de 1 K/min.

En la **figura a)** se puede apreciar un acercamiento del enfriamiento del primer conjunto de datos correspondiente a una velocidad de 5 K/min, que representa la curva de cristalización de las parafinas. La muestra se somete a una temperatura inicial de $50 \text{ }^{\circ}\text{C}$ y se observa que la temperatura va descendiendo, al inicio se puede observar que se generó el pico máximo de flujo de calor, sin embargo, este va en descenso y comienza a comportarse con una tendencia descendiente lineal. A una temperatura de $7 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ocurre un súbito incremento en el flujo de calor, comenzando a formarse otro pico y la curva comienza a comportarse de una forma no lineal. A este cambio del comportamiento de la curva de flujo de calor contra temperatura, se le atribuye la cristalización de las parafinas.

En la **figura b)** se aprecia un acercamiento que corresponde a la curva inferior del primer conjunto de datos, a una velocidad de calentamiento de 5 K/min. Inicialmente la muestra se encuentra a una temperatura de $-30 \text{ }^{\circ}\text{C}$, a partir de la cual se comienza a incrementar hasta llegar a $50 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Se puede observar que la curva tiene un comportamiento no lineal, comienza a comportarse de manera ascendente y posteriormente desciende de forma lineal, pero al alcanzar una temperatura de $6 \text{ }^{\circ}\text{C}$ se observa que el flujo de calor disminuye ligeramente desviándose de la tendencia que seguía la curva y después vuelve a aumentar continuando con la tendencia anterior. A este tipo de comportamiento de la curva se le atribuye la fusión de las parafinas.

Los acercamientos a las curvas de cristalización y fusión de parafinas a 4 K/min, 2 K/min y 1 K/min para esta dilución (75% - 25%) se presentan en el **Anexo C**.

❖ **Dilución (70% - 30%)**

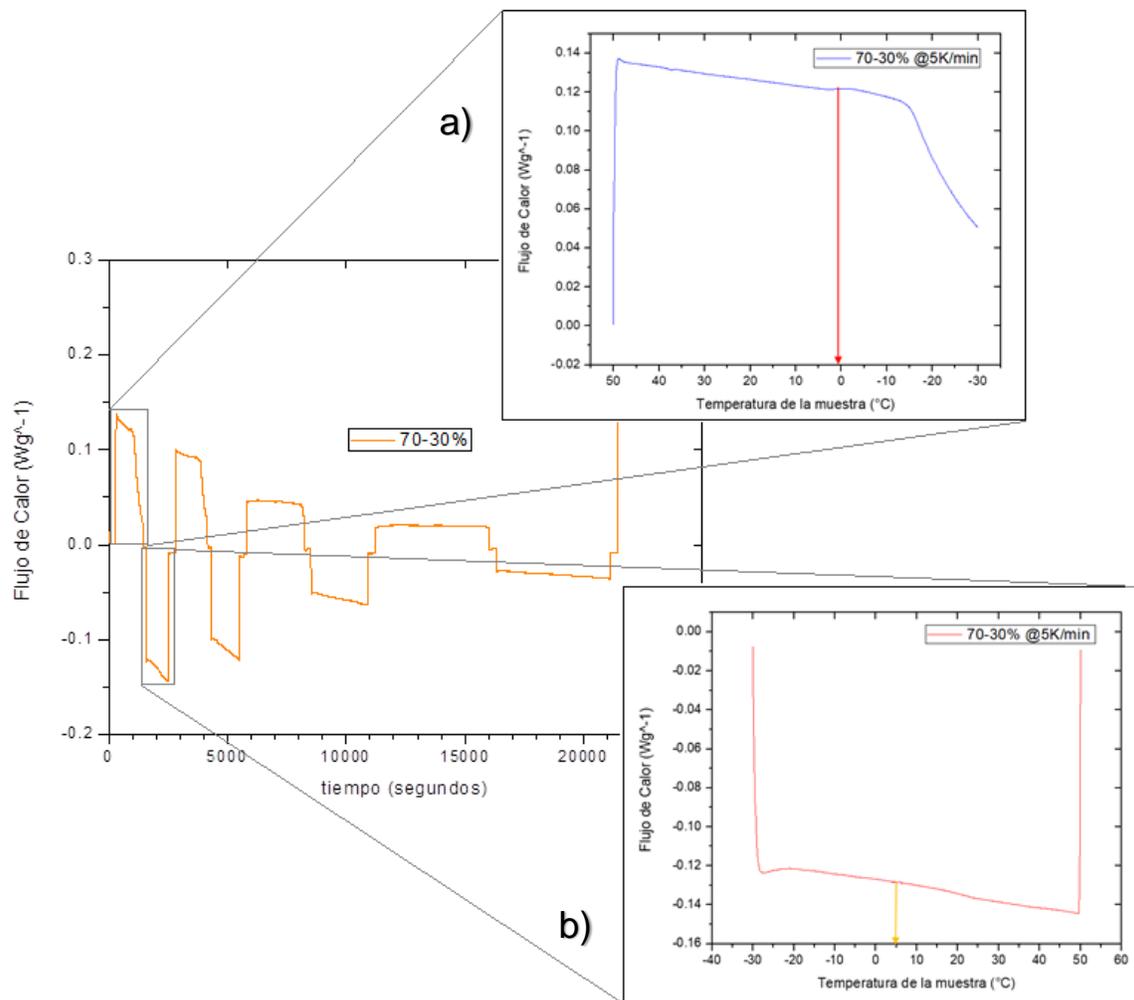


Figura 4- 33. Resultados del estudio DSC de la dilución 70% de aceite Sigma y 30% de aceite Gamma.

Finalmente, la **Figura 4- 33** muestra los resultados obtenidos del experimento de Calorimetría Diferencial de Barrido de una muestra constituida en un 70% de aceite extrapesado y 30% de aceite ligero. El experimento para esta muestra también se llevó a cabo a cuatro velocidades diferentes, tanto de enfriamiento como de calentamiento, que fueron 5 K/min, 4 K/min, 2 K/min y 1 K/min, iniciando con una temperatura de 50 $^{\circ}C$ disminuyendo a -30 $^{\circ}C$ y volviendo a elevar la temperatura hasta 50 $^{\circ}C$; dejando un tiempo de reposo de 5 min para que la muestra se estabilice. Para la primera velocidad, se logró alcanzar un flujo de calor entre 1.14 Wg^{-1} y -1.14 Wg^{-1} . La **figura a)** es un acercamiento

de la curva de cristalización de parafinas, a una velocidad de enfriamiento de 5 K/min. Se observa que al inicio se forma un pico máximo de flujo de calor, el cual desciende y posteriormente la curva sigue una tendencia lineal descendiente, hasta que alcanza una temperatura de 1 °C la tendencia cambia a no lineal, y comienza a generarse una curva ascendiente por lo que a esta temperatura se comenzarán a cristalizar las parafinas. La **figura b)** también es un acercamiento a la velocidad de calentamiento de 5 K/min, alcanzando un flujo de calor mínimo de -1.14 Wg^{-1} . La curva al inicio forma un pico el cual se presenta de forma ascendiente y posteriormente se sigue una tendencia lineal descendiente, pero al llegar a una temperatura de 5 °C ocurre un ascenso del flujo del calor, por lo que, al llegar a esta temperatura, las parafinas comenzarán a fusionarse.

La segunda velocidad, 4 K/min, alcanzó un flujo de calor entre 1.0 Wg^{-1} y -0.30 Wg^{-1} . Con la tercera velocidad, 2 K/min se obtuvo un flujo de calor entre 0.05 Wg^{-1} y -0.7 Wg^{-1} . Finalmente, con la cuarta velocidad de enfriamiento y calentamiento, 1 K/min se obtuvo un rango de flujo de calor entre 0.02 Wg^{-1} y -0.04 Wg^{-1} . Los acercamientos a las curvas de cristalización y fusión de parafinas a estas velocidades para esta dilución (70% - 30%) se presentan en el **Anexo C**.

❖ ***Presentación comparativa de los datos obtenidos del experimento de DSC para el aceite Sigma al 100%, el aceite Gamma al 100% y cada dilución***

La **Tabla 4- 16** presenta los datos obtenidos de las gráficas de los experimentos de Calorimetría Diferencial de Barrido, de temperatura de cristalización y temperatura de fusión de parafinas del aceite Sigma al 100%, el aceite Gamma al 100% y las siete diluciones en concentraciones del 1%, 5%, 10%, 15%, 20%, 25% y 30% de aceite ligero, a las velocidades de enfriamiento y calentamiento de 5 K/min, 4 K/min, 2 K/min y 1 K/min.

Los resultados de temperaturas de cristalización de parafinas entre el aceite Sigma al 100% en relación con el aceite Gamma al 100% muestran una diferencia significativa, ya que para el aceite Gamma se comenzarán a cristalizar las parafinas a una temperatura entre 1 y 3°C, en cambio para el aceite Sigma se comenzarán a cristalizar las parafinas a una menor temperatura, de -2°C. En el caso de la temperatura de fusión de las parafinas, la diferencia es mayor, ya que para que las parafinas del aceite Sigma se comiencen a fundir tendrán que alcanzar una temperatura de -4°C, en cambio para que ocurra el mismo fenómeno para el aceite Gamma, se tendrá que alcanzar una temperatura menor de 4°C en promedio. En ambos casos, se puede observar que al realizar el experimento a una velocidad de calentamiento y enfriamiento de 1 K/min, ambos fenómenos, tanto el de cristalización como el de fusión de parafinas ocurren a una temperatura mayor.

El análisis comparativo de las diferentes diluciones muestra que la menor temperatura de cristalización de parafinas se obtuvo para la concentración del 95% de aceite Sigma y 5% de aceite Gamma, obteniéndose el menor valor a la velocidad de enfriamiento de 4 K/min. Las concentraciones que registraron temperaturas de cristalización más altas fueron las concentraciones del 1% de aceite Gamma y 25% de aceite Gamma.

Para las temperaturas de fusión de parafinas, la concentración que registro una menor temperatura fueron las concentraciones del 15% y 5% de aceite Gamma, registrándose una temperatura promedio de fusión de -7°C para la concentración del 15% de aceite Gamma y 85% de aceite Sigma y -2°C para la concentración de 5% de aceite Gamma y 95% de aceite Sigma.

En ambos casos, tanto de cristalización como de fusión de parafinas también se observa que a una velocidad tanto de enfriamiento como de calentamiento de 1 K/min se registran las temperaturas de cristalización y fusión más altas.

En este caso también se puede observar que el comportamiento de las curvas resultantes del estudio de DSC es similar, lo que indica la homogeneidad de la muestra así como su estabilidad, debido a que no se presentan anomalías en el comportamiento de las curvas que indiquen que existen diferentes componentes que presenten una mayor degradación.

Tabla 4- 16. Comparación de resultados del estudio del equipo DSC de las diluciones realizadas.

| Velocidad de calentamiento-enfriamiento (K/min) | Temperatura de cristalización de Parafinas (°C) | Temperatura de fusión de Parafinas (°C) |
|---|--|--|
| Aceite Sigma al 100% | | |
| 5 | -2 | -5 |
| 4 | -2 | -4 |
| 2 | -2 | -4 |
| 1 | 8 | 2 |
| Aceite Gamma al 100% | | |
| 5 | 3 | -3 |
| 4 | -1 | 5 |
| 2 | 1 | 3 |
| 1 | 7 | 7 |
| Concentración 1% de aceite Gamma y 99% de aceite Sigma | | |
| 5 | 4 | 0 |
| 4 | 4 | 0 |
| 2 | 0 | 0 |
| 1 | 9 | 5 |

Continuación Tabla 4- 16. Comparación de resultados del estudio del equipo DSC de las diluciones realizadas.

| Velocidad de calentamiento- enfriamiento (K/min) | Temperatura de cristalización de Parafinas (°C) | Temperatura de fusión de Parafinas (°C) |
|--|--|--|
| Concentración 5% de aceite Gamma y 95% de aceite Sigma | | |
| 5 | 0 | -9 |
| 4 | -4 | -6 |
| 2 | -1 | 3 |
| 1 | 6 | 4 |
| Concentración 10% de aceite Gamma y 90% de aceite Sigma | | |
| 5 | 3 | 1 |
| 4 | -2 | 2 |
| 2 | 1 | 2 |
| 1 | 12 | -2 |
| Concentración 15% de aceite Gamma y 85% de aceite Sigma | | |
| 5 | 4 | -12 |
| 4 | -1 | -5 |
| 2 | 3 | -4 |
| 1 | 3 | -7 |
| Concentración 20% de aceite Gamma y 80% de aceite Sigma | | |
| 5 | 1 | -5 |
| 4 | 0 | -4 |
| 2 | 4 | -3 |
| 1 | 8 | 5 |

Continuación Tabla 4- 16 Comparación de resultados del estudio del equipo DSC de las diluciones realizadas.

| Velocidad de calentamiento-enfriamiento (K/min) | Temperatura de cristalización de Parafinas (°C) | Temperatura de fusión de Parafinas (°C) |
|--|--|--|
| Concentración 25% de aceite Gamma y 75% de aceite Sigma | | |
| 5 | 7 | 6 |
| 4 | 2 | -3 |
| 2 | 3 | -2 |
| 1 | 7 | -2 |
| Concentración 30% de aceite Gamma y 75% de aceite Sigma | | |
| 5 | 1 | 5 |
| 4 | 3 | -3 |
| 2 | 3 | -2 |
| 1 | 8 | -2 |

4.4. Análisis de estabilidad

A continuación, en la **Tabla 4- 17**, se presentan los resultados que se obtuvieron de los análisis de estabilidad que se realizaron a las muestras de dilución a diferentes concentraciones a temperatura ambiente de 25°C en el equipo Turbiscan. Los resultados indican que las diluciones no poseen estabilidad como la que presenta el aceite Sigma al 100%, la concentración que tiene una mayor estabilidad es la concentración formada por el 99% de aceite Sigma y 1% de aceite Gamma, que arroja una estabilidad media, esto indica que habrá floculación.

Por otra parte, el aceite Gamma al 100% tiene una estabilidad alta, lo cual indica que no habrá floculación, pero al realizar las diluciones entre un aceite altamente estable y un aceite de mediana estabilidad, sus diluciones a diferentes concentraciones resultarán con una baja estabilidad, lo que indica es que son aceites con mayor tendencia a la floculación.

Tabla 4- 17. Resultados obtenidos del equipo Turbiscan.

| Concentración de Aceite Sigma | Concentración de Aceite Gamma | Número de Separabilidad | Estabilidad |
|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------|--------------|
| 100% | 0% | 9.2 | Media |
| 99% | 1% | 9.7 | Media |
| 95% | 5% | 10.2 | Baja |
| 90% | 10% | 10.6 | Baja |
| 85% | 15% | 10.3 | Baja |
| 80% | 20% | 10.2 | Baja |
| 75% | 25% | 10.1 | Baja |
| 70% | 30% | 10.1 | Baja |
| 0% | 100% | 0.6 | Alta |

Al iniciar el experimento las diluciones en general, presentaban un color oscuro uniforme sumamente cercano al color negro, pero al terminar la prueba, los asfáltenos se podían observar claramente al fondo de la celda experimental, siendo estos de un color oscuro y de la parte media a la parte superior de la muestra se observó un color café claro.

A continuación, se presenta la **Figura 4- 34** que muestra los resultados del análisis de estabilidad en forma gráfica. Se puede observar del lado inferior derecho un punto azul, que hace referencia al aceite Gamma al 100%, este punto indica el valor de estabilidad asignado experimentalmente, que como se puede observar se encuentra dentro de la escala de “Alta Estabilidad”, lo cual indica que este aceite no presenta problemas de deposición de asfaltenos. Del lado izquierdo se puede observar un punto verde, que hace referencia al resultado de estabilidad del aceite Sigma al 100%, el cual se encuentra dentro del rango de “Estabilidad Media”, lo cual significa que este aceite tiene una mayor tendencia a presentar problemas de precipitación de asfaltenos. Al realizar las diluciones a diferentes concentraciones entre el aceite Sigma y el aceite Gamma, éstas se encuentran en la zona de “Baja Estabilidad”, lo cual indica que estas diluciones presentan una mayor tendencia a presentar precipitación de asfaltenos, con excepción de la dilución (99% - 1%), esta dilución se encuentra aún en el límite del rango de “Estabilidad Media”. En este caso, la concentración que podrá presentar un mayor riesgo de deposición de asfaltenos es la dilución (90% - 10%), ya que obtuvo la menor estabilidad de todas las diluciones.

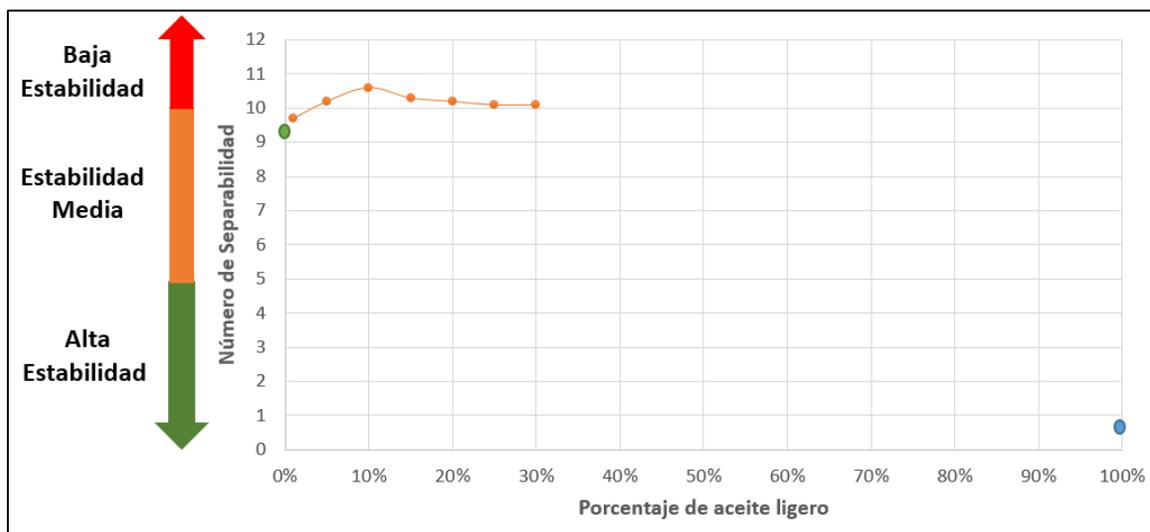


Figura 4- 34. Resultados de Estabilidad de las diferentes concentraciones, del aceite Sigma al 100% y el aceite Gamma al 100%.

Es importante destacar que el número de separabilidad sólo es un valor cuantitativo que se le asigna a la muestra para determinar la estabilidad que presentarán los asfaltenos y así poder clasificarlos dentro de las tres zonas de estabilidad. Es necesario realizar más pruebas experimentales para comprobar la estabilidad de los aceites.

5. Conclusiones

En este trabajo de investigación, se desarrolló una metodología experimental para preparar y evaluar mezclas de hidrocarburos de diferente calidad API. El proceso de evaluación consistió en realizar distintas pruebas experimentales como densidad, viscosidad, estudios Termogravimétricos (TGA), estudios de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) y análisis de estabilidad. Las principales conclusiones que se obtuvieron de este trabajo son las siguientes:

- Se observó que la mezcla de diferentes hidrocarburos puede promover la precipitación de sólidos orgánicos, y su compatibilidad está en función del grado de dispersión o estabilidad de sus asfaltenos y responde a cambios en las condiciones termodinámicas del medio, como temperatura, presión y composición.
- Se observó que el aceite pesado al mezclarse con un aceite ligero sufre cambios fisicoquímicos (principalmente en la solubilidad) que provocan precipitación de parafinas. La relación entre parafinas y gas disuelto en el aceite tienen un efecto significativo en la cristalización y velocidad de depositación de parafinas. Al perder componentes livianos o gases en el aceite se acelera el proceso de cristalización, modificando los procesos de nucleación, crecimiento y aglomeración y, en consecuencia, aumenta el punto nube, el punto de fluidez y se modifica su comportamiento reológico.
- Con base en los resultados de viscosidad, se ajustó una correlación a los datos para conocer su comportamiento a temperaturas menores a 50°C, que fue la temperatura mínima experimental analizada, hasta 5°C. De este modo, se determinaron los incrementos de viscosidad. Tomando como referencia la viscosidad a 50°C, se observó que a menores temperaturas como 10°C y 30°C, la viscosidad aumenta en un orden de 3 a 13 veces, respecto a la viscosidad medida a 50°C, y a temperaturas mayores, como 70 y 90°C, la viscosidad disminuyó de 4,500 a 5,000 unidades.
- De acuerdo a los cálculos del porcentaje de reducción de la viscosidad de las diluciones a las diferentes temperaturas, menores a 50°C, con respecto a la viscosidad del aceite Sigma al 100%, se observó que para la dilución (99% - 1%) existió un aumento de la viscosidad del 2%; para la dilución (95% - 5%) la viscosidad disminuyó entre el 25 y 28%; para la dilución (90% - 10%) disminuyó entre el 32 y

el 42%; la dilución (85% - 15%) redujo la viscosidad entre el 68 y el 78%; la dilución (80% - 20%) logro reducir la viscosidad entre 80 y 90%; con la dilución (75% - 25%) se redujo la viscosidad del 85 al 92% y finalmente, con la dilución (70% - 30%) la viscosidad disminuyó del 88 al 95%.

- De acuerdo a los resultados de viscosidad y densidad, se concluye que estas mediciones pueden utilizarse para evaluar los cambios por precipitación de asfaltenos en el aceite y en las mezclas de diferentes hidrocarburos, en función de la temperatura. Se definió el inicio de la región de incompatibilidad de las mezclas de hidrocarburos.
- De acuerdo a los resultados que se obtuvieron en la prueba de Termogravimetría, se observó compatibilidad entre las diferentes diluciones que se prepararon, debido a que las 3 curvas a diferentes velocidades de calentamiento presentaron la misma tendencia y, además, las masas residuales prácticamente fueron las mismas; sin embargo, en la concentración (99% - 1%) no ocurrió esto, se observó que las masas residuales fueron diferentes, a la velocidad de 10 K/min se observó una diferencia de la masa residual, ya que esta curva queda ligeramente arriba de las otras curvas de velocidades de calentamiento, lo cual indica que existen diferentes componentes que presentan una mayor degradación, por lo que esta mezcla no será estable.
- De acuerdo a los resultados del estudio de Calorimetría Diferencial de Barrido, se demostró que el ordenamiento molecular del aceite, que está dado por el historial termodinámico, causa un gran impacto en el experimento, debido a que este experimento depende del gradiente térmico, el cual indica que tan rápido se alcanza la temperatura de equilibrio. Es debido a esto que en algunas diluciones no se puede distinguir el punto exacto de cristalización o fusión de las parafinas.
- Se observó que el tiempo de relajamiento de la estructura molecular cambia el punto de cristalización de las parafinas, debido a la pérdida de componentes ligeros. Debido a esto, es de suma importancia conocer exactamente este tiempo de relajamiento molecular para poder revertir este efecto.
- Se obtuvieron temperaturas de cristalización y de fusión muy cercanas para las diferentes diluciones que se prepararon, esto indica que las mezclas entre el aceite Sigma (aceite extrapesado) y el aceite Gamma (aceite ligero) no se afectaron por la precipitación de las parafinas; en cambio, los resultados obtenidos por el equipo

Turbiscan, permiten concluir que las mezclas se verán afectadas por la precipitación de los asfáltenos.

- Realizar la caracterización de los hidrocarburos, así como de las mezclas de estos, permitió determinar los componentes que potencian la precipitación de parafinas y asfáltenos, debido a que estos componentes son los que generan mayores problemáticas en operaciones de producción, transporte, almacenamiento y procesamiento de hidrocarburos, y esto puede inducirse al mezclar diferentes tipos de aceite.

Es necesario un mejor conocimiento y comprensión de la precipitación y depositación de cera parafínica, así como de los asfáltenos, lo cual contribuirá a mejorar las prácticas operacionales para el manejo de aceite en presencia de sólidos orgánicos, así como para operaciones de transporte de aceites pesados con aceites ligeros. Las mejores prácticas deben iniciar desde la planificación, el diseño, el desarrollo de ingeniería y las operaciones de pozos, tuberías e instalaciones de procesamiento. Generando alternativas de tratamiento que dependerán más de condiciones dinámicas (gastos, velocidades de bombeo, sistemas de agitación y homogeneización), evitando y/o minimizando así el uso de aditivos inhibidores y dispersantes, tratamientos térmicos, electromagnéticos, etc.

Para analizar los procesos de cristalización de los aceites es fundamental conocer su historial termodinámico desde el yacimiento, ya que, a temperatura de yacimiento excede la temperatura crítica de los componentes ligeros (metano, etano, etc.) y los gases inorgánicos (N_2 , CO_2 , etc.). Sin embargo, debido a la presión del yacimiento, los componentes livianos finales se mantienen en solución en estado supercrítico. Cuando el pozo comienza a fluir se crea un gradiente de presión entre el yacimiento y la cabeza de pozo, en ese momento se rompe el equilibrio termodinámico y debido a la disminución de la presión, disminuye la solubilidad de las parafinas y, por lo tanto, se comienzan a cristalizar las parafinas.

Es necesario realizar más estudios que se enfoquen en determinar el posible impacto de la dificultad del manejo de la cristalización y depositación de las ceras parafinicas referenciándolos con las propiedades físicas de punto de nube, punto de fluidez y viscosidad (más que su comportamiento reológico) relacionando con la generación y crecimiento de los cristales que afectan las propiedades anteriores, debido a que los

estudios solo se centran en las dificultades operacionales ocasionados por la cristalización y depositación.

6. Recomendaciones

- ✓ Realizar más concentraciones en diferentes porcentajes, como por ejemplo concentraciones del 2%, 3%, 4%, 6%, 7%, 8%, 9% de aceite ligero, para llevar a cabo un mejor análisis de la reducción de la viscosidad.
- ✓ Utilizar un gas re combinado para reproducir las condiciones de flujo en el campo.
- ✓ Desarrollar un modelo reológico de la mezcla de hidrocarburos para conocer su comportamiento bajo cambios en las condiciones termodinámicas del medio.
- ✓ Realizar la evaluación del desempeño de la mezcla de aceite pesado y aceite ligero bajo condiciones dinámicas (presión, temperatura y gasto).

Bibliografía

- Ahmed, A. (2013). *Rheological Changes in Crude Oil Diluted with Alcohols*. Dalhousie University, Halifax, Nova Scotia. Febrero.
- Ancheyta J. et al. (2002). *Energy and Fuels*, 16. 1121. American Chemical Society.
- Aquino-Olivos, M. A., Andersen, S. I., y Lira-Galeana, C. (2003). *Petroleum Science and Technology*, 21 (5&6), 1017.
- Argillier, J. F., Barré, L., Brucy, F., Dournaux, J. L., Hénaut, I., Bouchard, R. (2009). *Influence of Asphaltene Content and Dilution on Heavy Oil Rheology*. SPE 69711.
- Argillier, J. F., Henaut, I., Gateau, P. (2016). *Method of Transporting Heavy Crude Oils in Dispersion*. US Patent Application 20060118467.
- Ashoori, S., Sharifi, M., Masoumi, M. y Mohammad M. (2017). The relationship between SARA fractions and crude oil stability. Egyptian Petroleum Research Institute. Egyptian Journal of Petroleum 26, 209-213.
- BP. (2017). BP Statistical Review of World Energy, 2017. June 2017, de BP Sitio web: <https://www.bp.com/content/dam/bp/en/corporate/pdf/energy-economics/statistical-review-2017/bp-statistical-review-of-world-energy-2017-full-report.pdf>
- Browarzki, D. et al. (2002). *Petroleum Science and Technology*, 20 (3&4), 233.
- Castro, L. y Vázquez, F. (2009). *Fractionation and characterization of Mexican crude oils*. Energy & Fuels (23), pp. 1603 - 1609.
- Choiri, M. y Hamouda, A. A. (2011). SPE-141329-MSSPE International Symposium on Oilfield Chemistry, 11-13 Abril, The Woodlands, Texas, USA.

- Coutinho, J. A. y Daridon, J.-L. (2005). *Petroleum Science and Technology*, 23 (9&10), 1113.
- Crandall, G. R. y Wise, T. H. (1994). *Availability of Diluent May Inhibit Heavy Oil Exports*. *Can. Pet.*, 25, 37 - 40.
- Delgado, José. (2015). *Precipitación de Asfaltenos*. Modulo de enseñanza en fenomenos interfaciales. Laboratorio de formulación, interfases, reología y procesos. Universidad de los Andes. Facultad de Ingeniería. Mérida, Venezuela.
- Ellis, P. J. y Paul, C. A., (2012). *Delayed coking Fundamentals*, AIChE, Spring National Meeting, Atlanta, Mayo 5-9, 200.
- Espada, J. J. (2013). *Evaluation of Methods for the Extraction and Characterization of Waxes from Crude Oils*. *Energy & Fuels* (24), 1837 - 1843.
- Evdokimov, I. N. (2015). T-C Phase Diagram of Asphaltenes in Solutions. *Petroleum Science and Technology*, Volume 25, Issue 1 & 2, Enero, 5 - 17.
- EY. (2017) Unconventional oil and gas in a carbon constrained world. A review of the environmental risks and future outlook for unconventional oil and gas. September 2017, de EY Sitio web: https://www.klp.no/polopoly_fs/1.38621.1509968953!/menu/standard/file/UnconventionalOilAndGasInaCarbonConstrainedWorld-September2017.pdf
- Fan, T., Wang, J., Buckley, J. S. (2002). *Proceedings of the SPE7DOE Improved Oil Recovery Symposium*, SPE 75228, Tulsa, Oklahoma, USA.
- Franck A. (2016). *Understanding Rheology of Structured Fluids*. TA Instruments. www.tainstruments.com.

- García, M. C. y Urbina, (2013). A. *Petroleum Science and Technology*, 21 (5&6), 863.
- Gateau, P., Hénaut, I., Barré, L. y Argillier, J. (2014). *Heavy Oil Dilution*. Instituto Francés del Petróleo. Oil & Gas Science and Technology – Rev. IFP. Vol. 59, 503 - 509.
- Gerez, J. M. y Pick, A. R. (2006). Heavy Oil Transportation by Pipeline. Int. Pipeline Conference, 2, 699 - 710.
- Glass, J. E. (1989). *Polymers in aqueous media: performance through association*. Washington, ACS American Chemical Society, 223.
- Gonzalo-Rojas, G., Barrios, T., Scudiero, B., Ruiz, J. (1997). *Rheological Behavior of Extra Heavy Crude Oils from the Orinoco Belt*. Oil Sands, 284-302.
- Guevara, E., González, J., Nuñez, G. (2008). Highly Viscous Oil Transportation Methods in the Venezuela Industry”. Proc. 15th World Petroleum Congress, 495-502.
- Hammami, A., Ratulowski, J. y Coutinho, J. A. (2013). *Petroleum Science and Technology*, 21 (3&4), 345.
- Hasan, S. W., Ghannam, M. T., Esmail, N. (2010). *Heavy Crude Oil Viscosity Reduction and Rheology for Pipeline Transportation*. Fuel 89 (5): 1095-1100.
- Hénaut, I., Barré, L., Argillier, J. F., Brucy, F., y Bouchard, R. (2011). *Rheological and structural properties of heavy crude oils in relation with their asphaltenes content*. SPE Oilfield Chemistry, Houston, USA, 13-16 Febrero. SPE N° 65020.
- Ibrahim, H. H. e Idem R. O. (2014). *Energy and Fuels*. 18, 1038.
- Kandwal, V. C. et al. (2013). *Petroleum Science and Technology*, 21 (5&6), 825.

- Khan, M. R. (2006). *Rheological properties of heavy oils and heavy oil emulsions*. Energy Sources 18: 385.
- Laux, H., Rahimian, I. y Browarzik, D., (2011). *Petroleum Science and Technology*, 19 (9&10), 1155.
- Layrisse, R. (1999). *Viscous hydrocarbon-in-water emulsions*. US Patent 4, 795, 478.
- Levitt, B. P. (1980). *Finlay's practical physical chemistry*. Imperial College de Londres. Londres, Inglaterra.
- Martinez-Palou, R., Lourdes-Mosqueira, M., Zapata-Rendon, B., et al. (2011). *Transportation of Heavy and Extra-Heavy Crude Oil by Pipeline: A review*, Journal of Petroleum Science and Engineering 75 (3-4): 274-282.
- Miller, C. A. y Qutubuddin, S., (1997). *Enhanced oil recovery with microemulsions in interfacial Phenomena in Apolar Media*. Eicke, H. F. and Parafitt, G. D., Eds. Marcel Dekker, Inc., Nueva York.
- Moura, L. G., Santos, M. F., Zilio, E. L., Rolemberg, M. P. y Ramos, C. S. (2010). *Journal of Petroleum Science Engineer* 74. 77-87.
- Morrow, N. R. (1982). *Interfacial Phenomena in Petroleum Recovery*. Marcel Dekker, Inc., Nueva Jersey.
- Pasadakis, N., Varotsis, N. y Kallithrakas, N. (2008). *Petroleum Science and Technology* 19. 1219.
- Pillon, Lilianna Z. (2008). *Interfacial Properties of Petroleum Products*. Taylor & Francis Group. Boca Ratón, Florida, Estados Unidos.

- Prince, R. J. (1997). *Base oils from petroleum in Chemistry and Technology of Lubricants*. Segunda Edición., Mortier, R. M. y Orszulik, S. T., Eds., Blackie CADEMIC & Professional, Londres.
- Ramírez-Jaramillo, E., Lira-Galeana, C. y Bito, M. O. (2001). *Petroleum Science and Technology*, 19 (5&6), 587.
- Ramírez V., Marco y Meza R. José A. (Junio de 2015). *Estudio integral de productividad de pozos del campo Gasífero*. Ingeniería Petrolera, Vol. 55, No. 6, 323-337.
- Rimmer, D., Gregoli, A., Hamshar, J. y Yildirim, E. (2002). *Pipeline emulsion transportation for heavy oils: Emulsions in the Petroleum Industry*, American Chemical Society, 8, 295 – 312.
- Roberts, W. G. (1997). *The Quest for Oils*. S. G. Phillips, Nueva York.
- Rodríguez, L. y Castañeda M. (2011). *Estudio de los fenómenos de cristalización de parafinas en el comportamiento fluidodinámico de crudos parafínicos*. Ecopetrol – Instituto Colombiano del Petróleo. Bucaramanga, Santander, Colombia.
- Saniere, A. et al. (2014). *Pipeline Transportation of Heavy Oils, a Strategic, Economic and Technological Challenge*. Oil & Gas Science and Technology, Instituto Francés del Petróleo. Vol. 59, No. 5, pp. 455 – 466.
- Sinnathambi, C. M., Nor, N. M., Ahmad, M. Z. y Appl, J. Science 11 (2011) 1815-1820.
- Speight, J.G., (2016). *The Chemistry and Technology of Petroleum*, 4th ed., CRC Press, Boca Raton.
- Terrazas V., Julio C. (2016). *Problemáticas de productividad en pozos productores de aceite en arenas del terciario del Activo de producción Veracruz*. Tesis de Maestría. Facultad de Ingeniería, UNAM. México.

- Tissot, B. y Welte, D. (1978). *Petroleum Formation and Occurrence*. Berlín, Alemania.
- Wang, K.-S. et al. (2003). *Petroleum Science and Technology*, 21 (3&4), 359.
- Zagustin, K., Guevara, E. y Nuñez, G. (1988). Process for restarting core flow with very viscous oils after a long standstill period. Intevp, S. A. Caracas, Venezuela. Noviembre. US Patent 4745937.

Anexo A. Descripción del software del equipo DSC - TGA 3+

- Chequeo

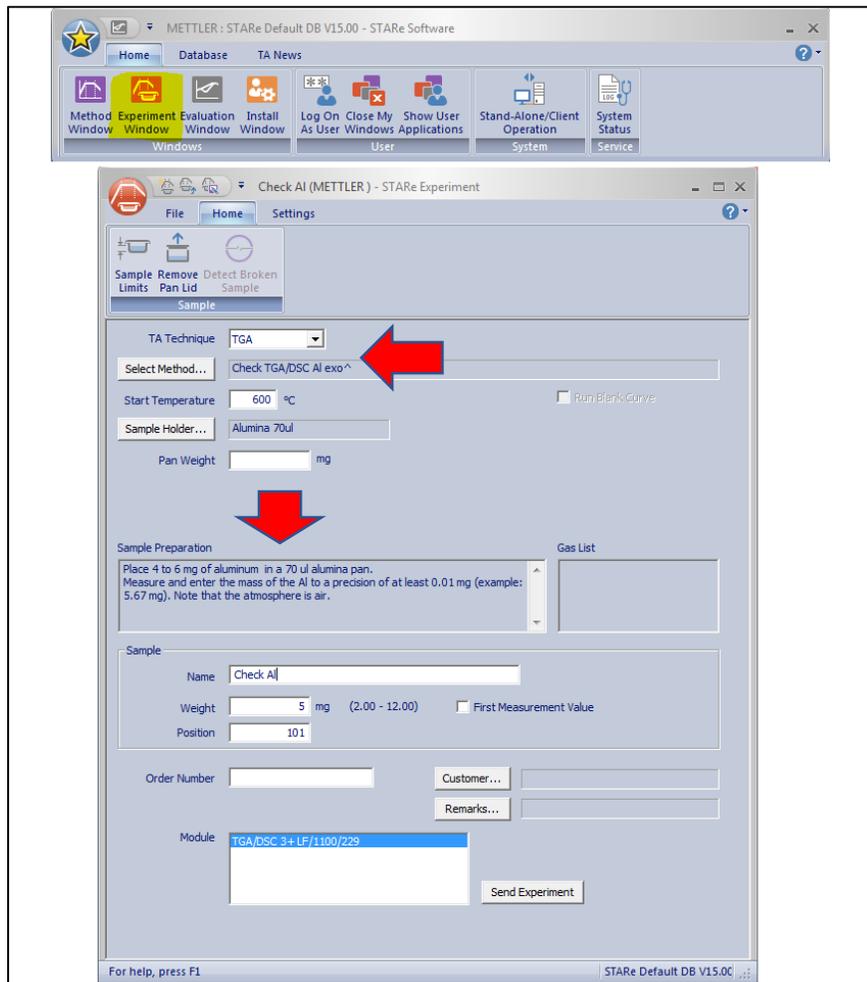


Figura A- 1. Módulo de chequeo para el Aluminio (Al) como elemento de referencia.

En la ventana principal del software del equipo se selecciona el método de chequeo como se aprecia en la **Figura A- 1** parte superior, la ventana principal sólo es una ventana horizontal de inicio que contiene nueve opciones. En este caso se selecciona la opción de “Experimental Window” y a continuación emerge una nueva ventana, (**Figura A- 1** parte inferior).

Dependiendo del elemento con el que se vaya a realizar el chequeo el programa dará ciertas características sobre la preparación de la muestra, en este caso se muestra el chequeo con Aluminio (Al) y se pide que la muestra se prepare con una masa de entre 4 y 6 mg, en un crisol de Alúmina, se coloca la posición que ocupa en el muestrario y se envía el experimento. Posteriormente se selecciona el método de chequeo para los tres elementos de referencia restantes.

Si al final del chequeo éste indica que se debe calibrar el equipo, se realiza una calibración en donde se repite el mismo experimento varias veces y se hace un ajuste de parámetros para que se encuentre en el rango de los elementos de referencia. La calibración se hace muchas veces a diferentes Flujos de Calor (HF).

- Limpieza de los crisoles

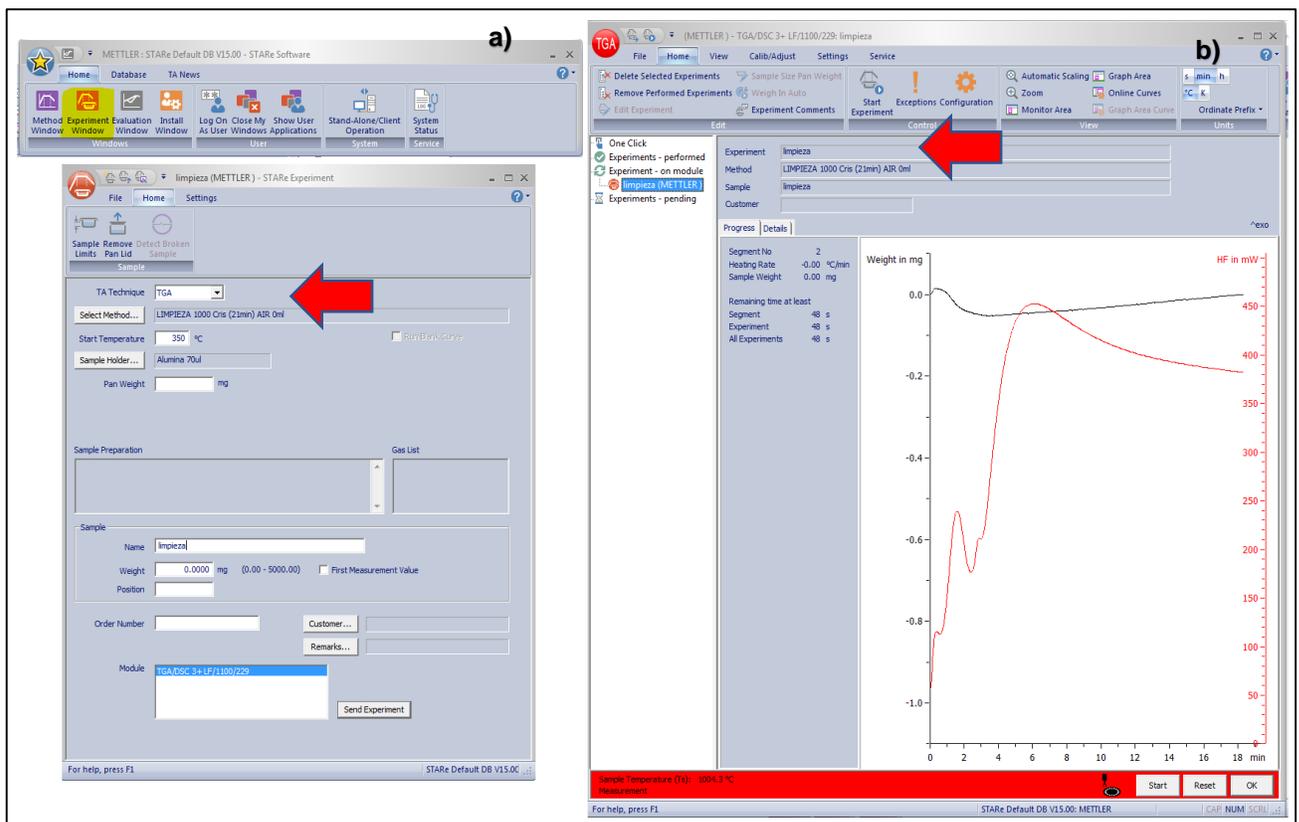


Figura A- 2. Módulo de limpieza para los crisoles de Alúmina.

Para asegurar que los crisoles se encuentren completamente limpios se deben realizar limpiezas en el equipo, las cuales consisten en someter los crisoles a cierta temperatura,

en este caso se creó un módulo para someter los crisoles a 1000°C por 21 minutos, como se observa en la **Figura A- 2 a)**. En las limpiezas se quema cualquier tipo de residuo que puedan contener los crisoles. Debido a las características de la Alúmina no hay ningún problema con que se sometan a esta temperatura.

Al finalizar los 21 minutos el programa dará como resultado dos curvas como se aprecian en la **Figura A- 2 b)**. La curva roja indica el Flujo de Calor al que se sometió la muestra y la curva negra indica el porcentaje de masa pérdida, al inicio se observa una pequeña parábola que decrece, esta parábola indica que el mayor residuo se quemó al inicio y después decrece indicando que se quemó el residuo restante, hasta que la curva se comporta constante porque ya no hay más residuos.

- Programa al que se sometieron las muestras

Posteriormente, se realizó un módulo en el programa que consideró someter las muestras a una temperatura inicial de 25°C hasta 600°C. En primer lugar, se consideró una velocidad de calentamiento de 15 K/min, después se realizó otro módulo a 12 K/min y finalmente se realizó otro módulo a 10 K/min. Lo que significa que para llevar a cabo este experimento se hicieron 3 muestras para cada concentración de dilución, y cada una se sometió a diferentes velocidades de calentamiento. Para realizar las muestras experimentales se consideró una masa de entre 7 y 8 mg en cada crisol de Alúmina.

Una vez que se llevó a cabo el experimento, en la ventana principal se selecciona “Evaluation Window”, **Figura A- 3**, para obtener las gráficas de los resultados.

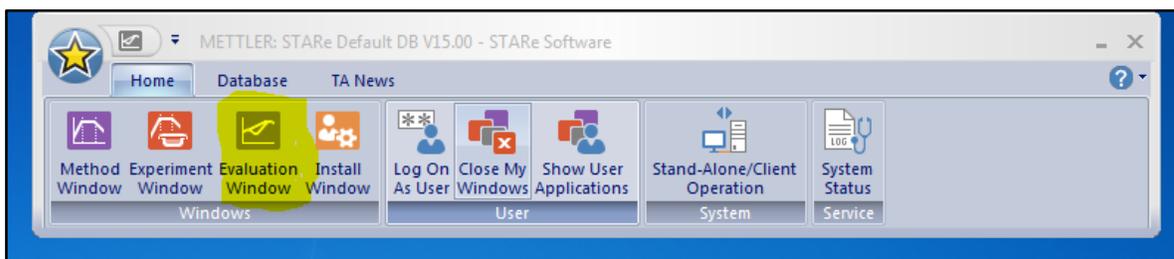


Figura A- 3. Ventana inicial del equipo DSC-TGA 3+ para obtener las curvas de los resultados.

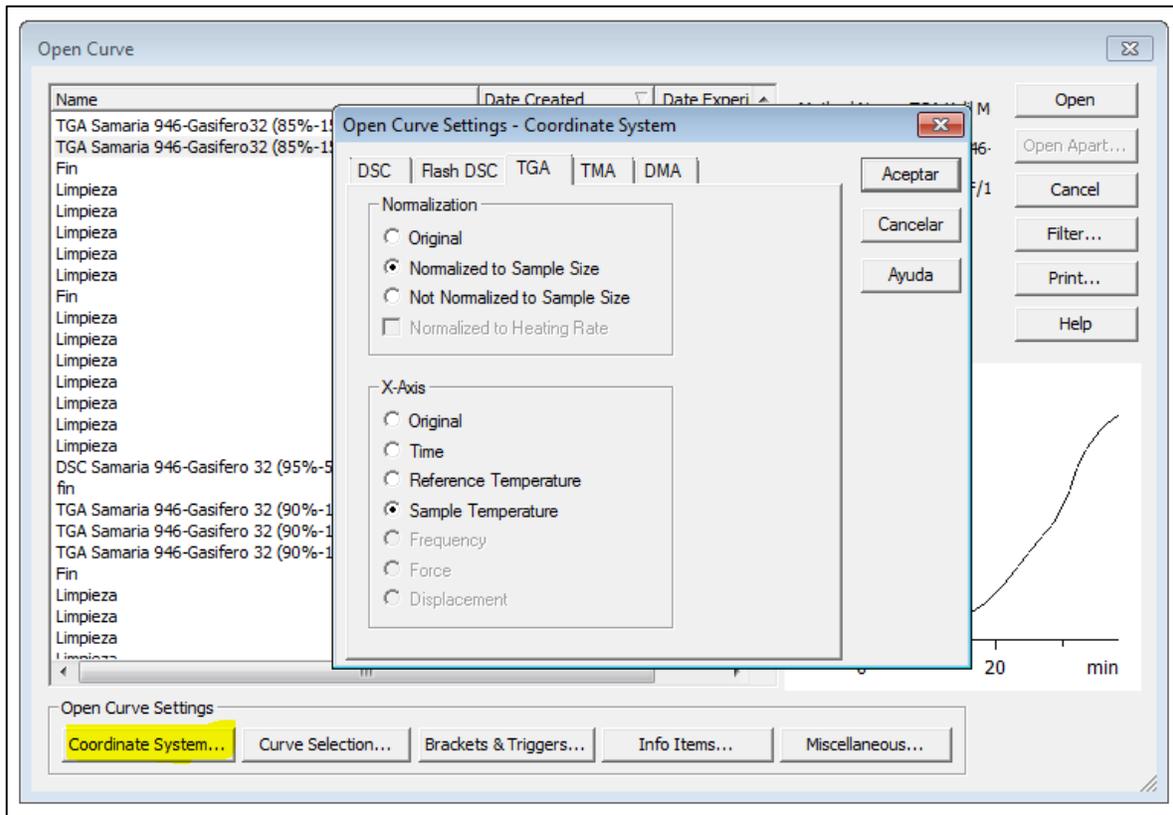


Figura A- 4. Ventana para coordinar el sistema de las gráficas resultantes del DSC-TGA.

Se abre una nueva ventana (**Figura A- 4**) y al inicio se selecciona “Open Curve”, donde emerge una nueva ventana en donde se encuentran todas las curvas de los experimentos que se han realizado, pero para poder analizar las curvas con el sistema de unidades de interés se debe ajustar, por lo que se selecciona “Coordinate System”, se abre una sub ventana en donde se debe elegir el experimento que se llevó a cabo, en este caso se selecciona TGA, en “Normalization” se selecciona “Normalized to Sample Size” y en “X-Axis” se selecciona “Sample Temperature”.

Se selecciona “Curve Selection” y se selecciona “Sample Weight” como se observa en la **Figura A- 5** debido a que se quiere conocer la pérdida de la masa con respecto al incremento de la temperatura.

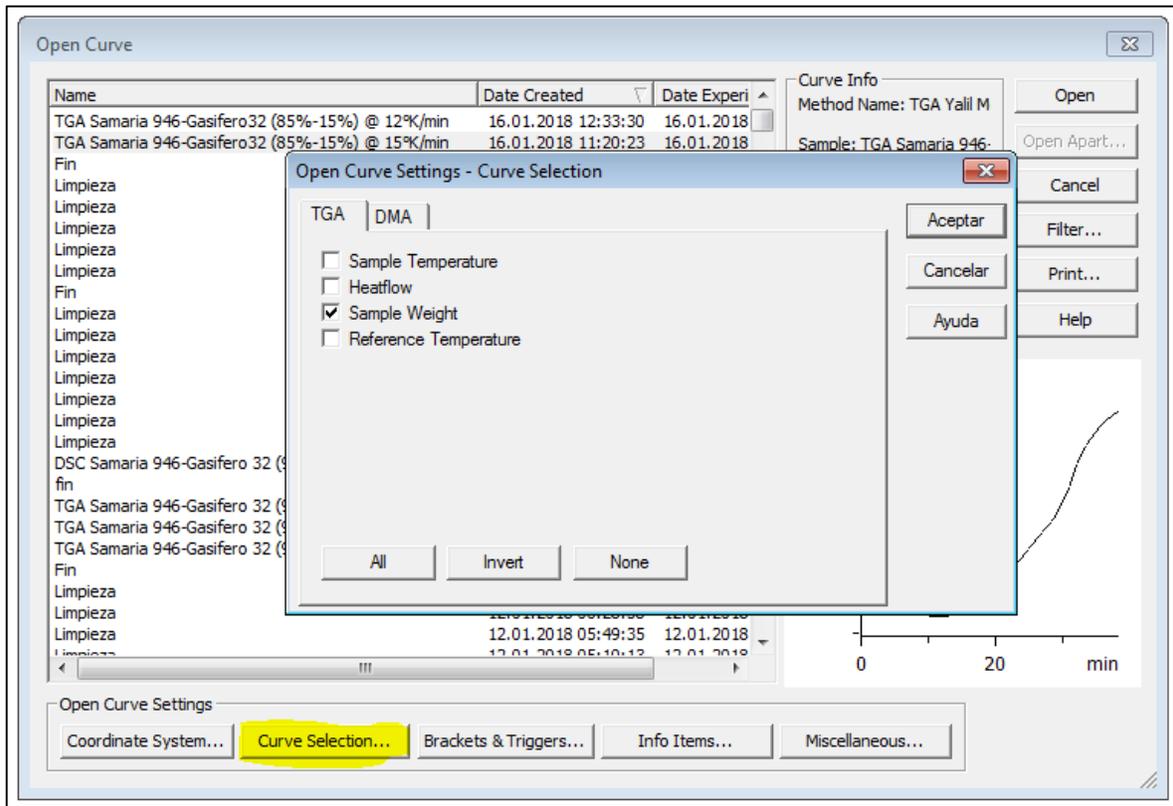


Figura A- 5. Ventana para seleccionar la curva que deseamos ver del DSC-TGA.

Anexo B. Descripción del software del equipo DSC

3+

- Chequeo

En la **Figura B- 1** se presentan las pantallas del software para realizar los chequeos con el equipo antes de comenzar a hacer las pruebas con las muestras. En la **Figura a)** se presenta el programa para el chequeo con Indio y en la **Figura b)** con Zinc, también se proporcionan las masas requeridas para ambos elementos.

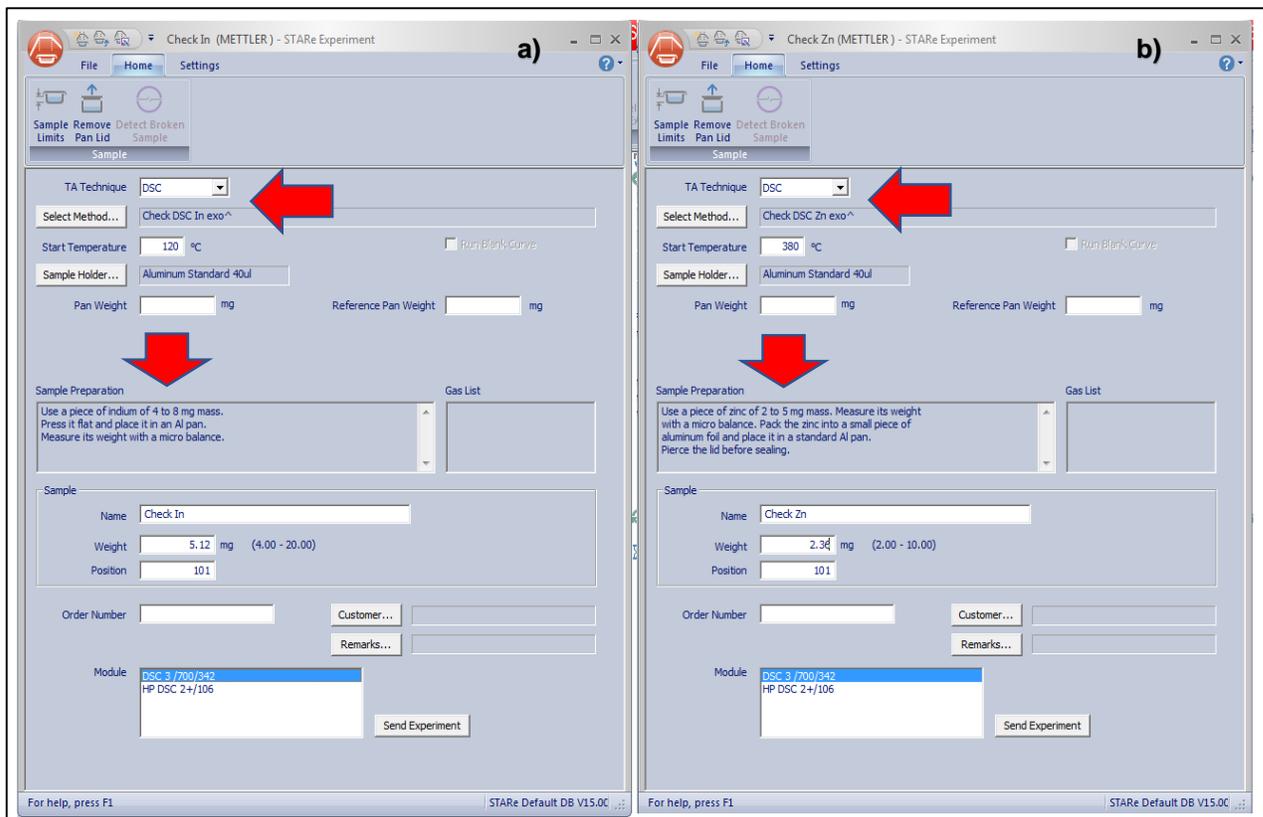


Figura B- 1. Módulo de Chequeo para el indio (In) y el zinc (Zn) como materiales de referencia.

Para asegurar el buen funcionamiento del equipo DSC se debe realizar una limpieza, debido al incremento y decremento de la temperatura a la que se somete el equipo, lo cual proporcionará mejores resultados. Es sumamente recomendable que después de realizar un experimento se corra una limpieza antes de que el equipo realice el siguiente

experimento y así sucesivamente hasta que se hayan ejecutado los experimentos en su totalidad.

Lo anterior se realiza mediante el módulo de limpieza que ha sido creado a una temperatura de 580°C por 10 minutos. Es de suma importancia que no se encuentre ningún crisol dentro del equipo cuando se va a llevar a cabo la limpieza (**Figura B- 2**) debido a que la temperatura de fusión del aluminio es cercana a la temperatura programada.

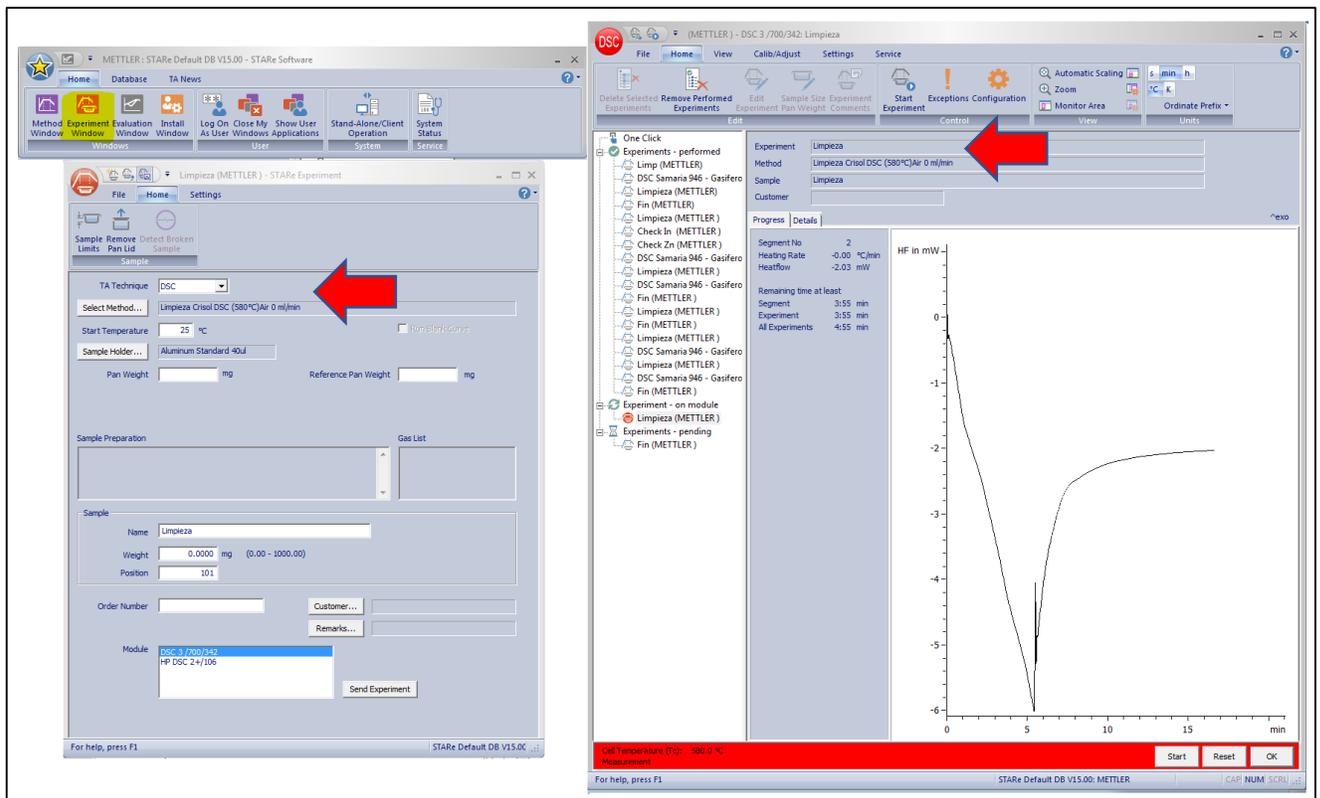


Figura B- 2. Módulo de Limpieza para el equipo DSC 3+.

Se creó un módulo dinámico para que se realicen los experimentos con las diferentes concentraciones de dilución. Desde la ventana inicial se debe acceder a “Method Window”.

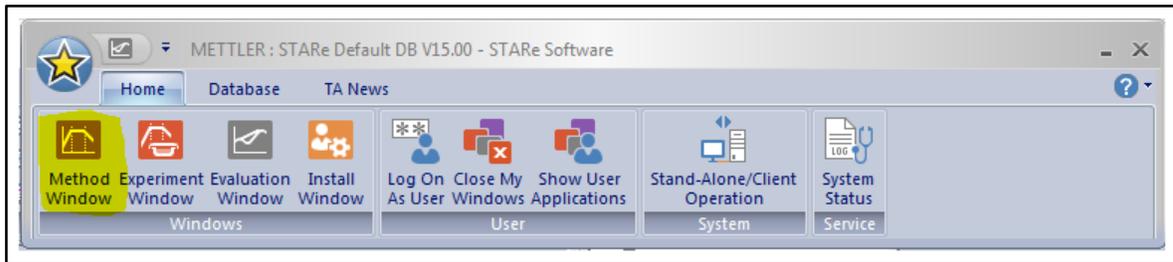


Figura B- 3. Ventana inicial del equipo DSC 3+.

Se abre la ventana principal seleccionando “Method Window”, **Figura B- 3**. Se abre una nueva ventana (**Figura B- 4**) y en la parte superior se selecciona “TA Technique” y se selecciona DSC. En “Sample Holder” se selecciona el material del crisol que se está utilizando y su capacidad, en este caso se utiliza un crisol de aluminio estándar de 40 ul y en “Segment Type” se selecciona la Temperatura. En la pestaña de “Home” se selecciona “Dynamic” y se abre la subpestaña en donde se ingresa la temperatura de inicio, la temperatura final y la velocidad de calentamiento. Para la finalidad de esta tesis se crearon etapas, la primera etapa tuvo una temperatura inicial de 50°C, una temperatura final de -30°C con un Flujo de Calor de 10 K/min.

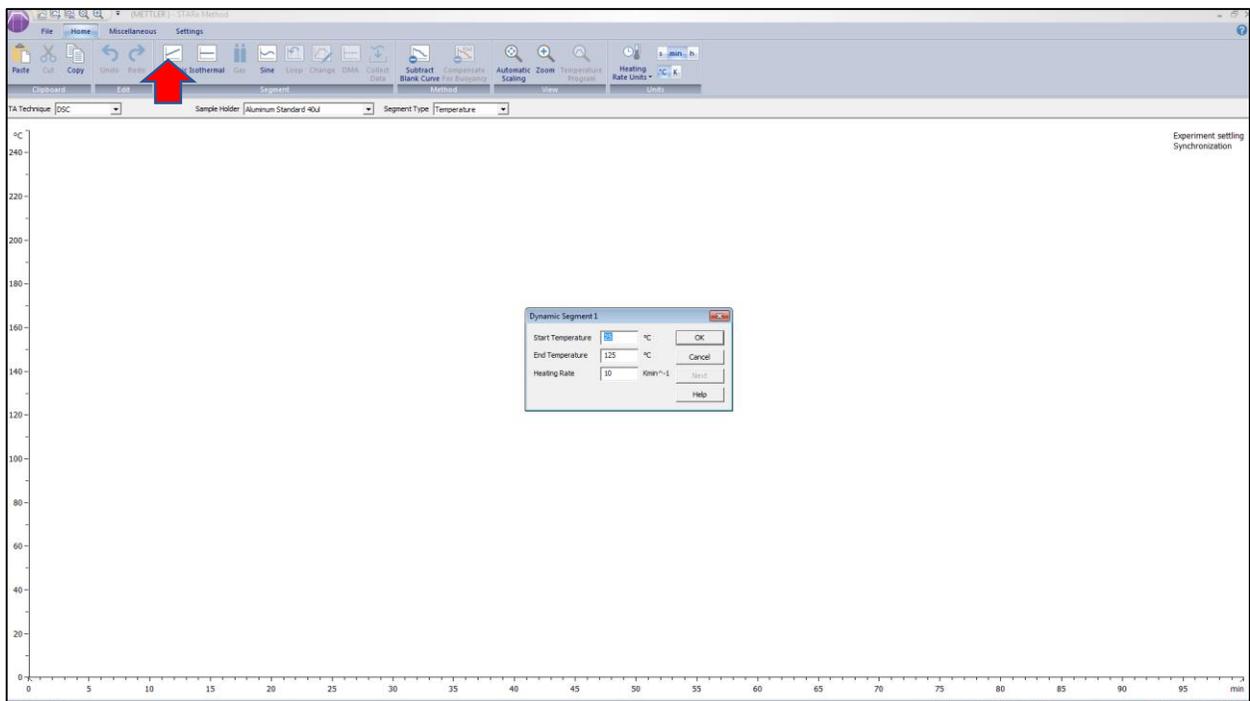


Figura B- 4. Ventana para crear el método experimental de DSC.

En la parte superior se selecciona la pestaña de "Isothermal" (**Figura B- 5**), en donde se ingresan los datos del tiempo de reposo o de estabilización que se le otorga al aceite por su naturaleza pseudoplástica. En la opción de "Temperature" se ingresó 50°C y en la opción de "Time" se consideraron 5 minutos para que la muestra se estabilice.

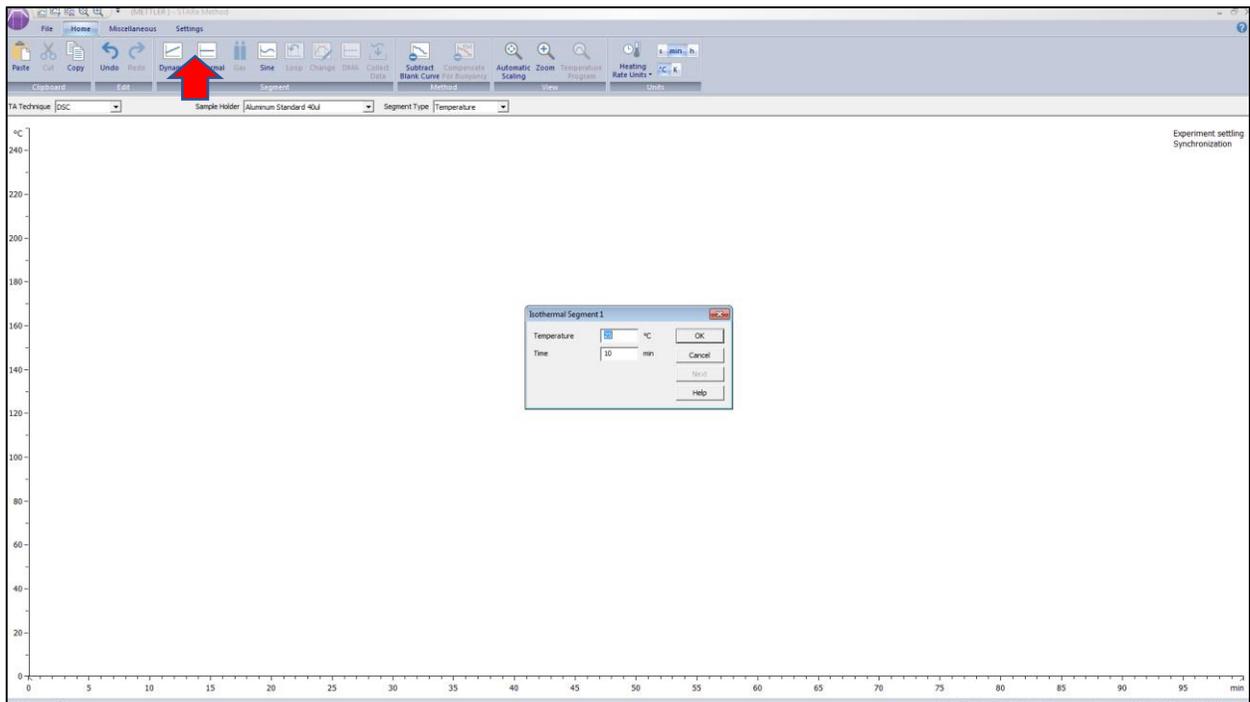


Figura B- 5. Ventana para ingresar el tiempo de estabilización al segmento del experimento.

En la parte superior se deben introducir los datos del gas que está utilizando el equipo, que en este caso se trata de Nitrógeno (N_2), (**Figura B- 6**). Se puede observar cómo se han generado las etapas del experimento.

El módulo experimental al que se sometieron las muestras de diluciones a diferentes concentraciones tuvo una temperatura inicial de 50°C y una temperatura final de -30°C, como ya se mencionó, esto se realizó a cuatro velocidades de calentamiento diferentes, a 5 K/min, 4 K/min, 2 K/min y a 1 K/min, ya que el ordenamiento molecular depende del gradiente térmico y las muestras se estabilizan lentamente. Al inicio se llevaron a cabo experimentos a una velocidad de calentamiento de 10 K/min, pero no se observó ningún fenómeno.

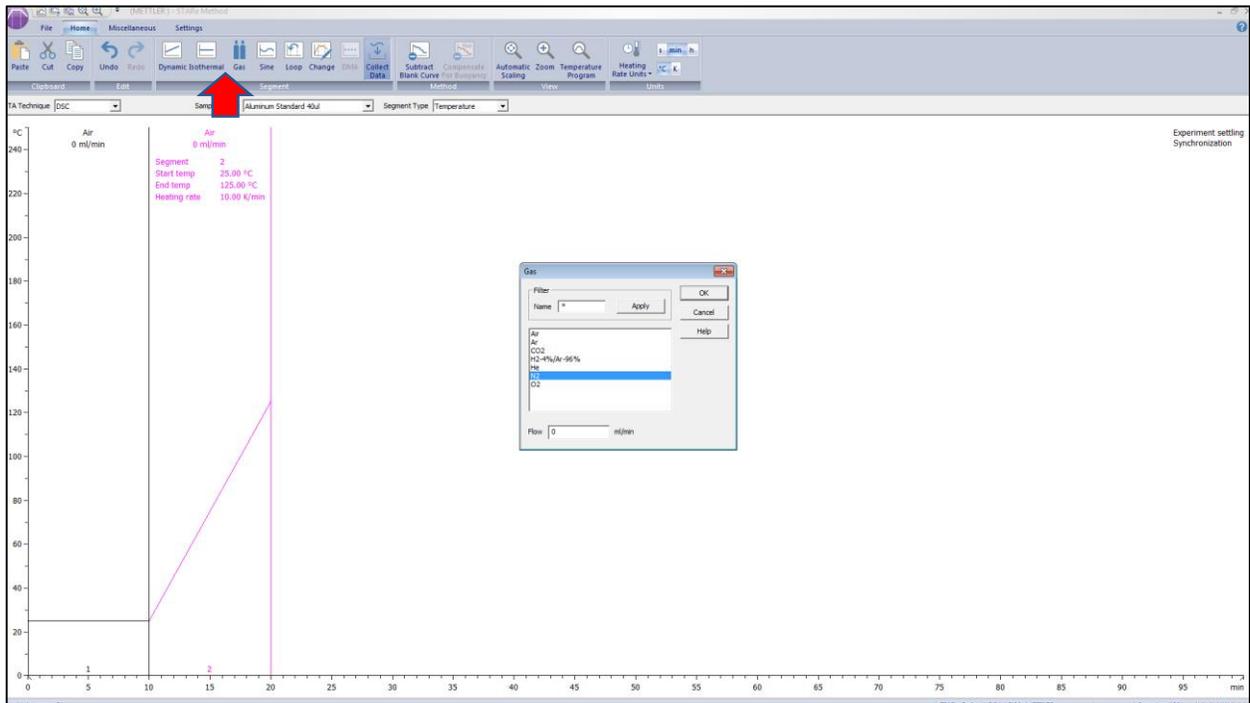


Figura B- 6. Ventana para introducir los datos del tipo de gas con el que trabaja el equipo.

Se consideró un tiempo de estabilización de 5 minutos a 50°C y se llevó a cabo sin un calentamiento previo, debido a que se realizaron pruebas con precalentamiento y no arrojaron resultados concisos. Además de que los resultados no son representativos, ya que si se vuelve a calentar una muestra cambiará su punto de cristalización debido a la pérdida de componentes ligeros.

Al terminar de introducir todas las etapas del experimento, se guardó el método para que aparezca cuando se seleccione “*Experiment Window*” desde la ventana principal y se seleccione “*DSC*” en “*TA Technique*” y “*Select Method*” donde se abrirá la ventana con el método que se creó, como se observa en la **Figura B- 7**.

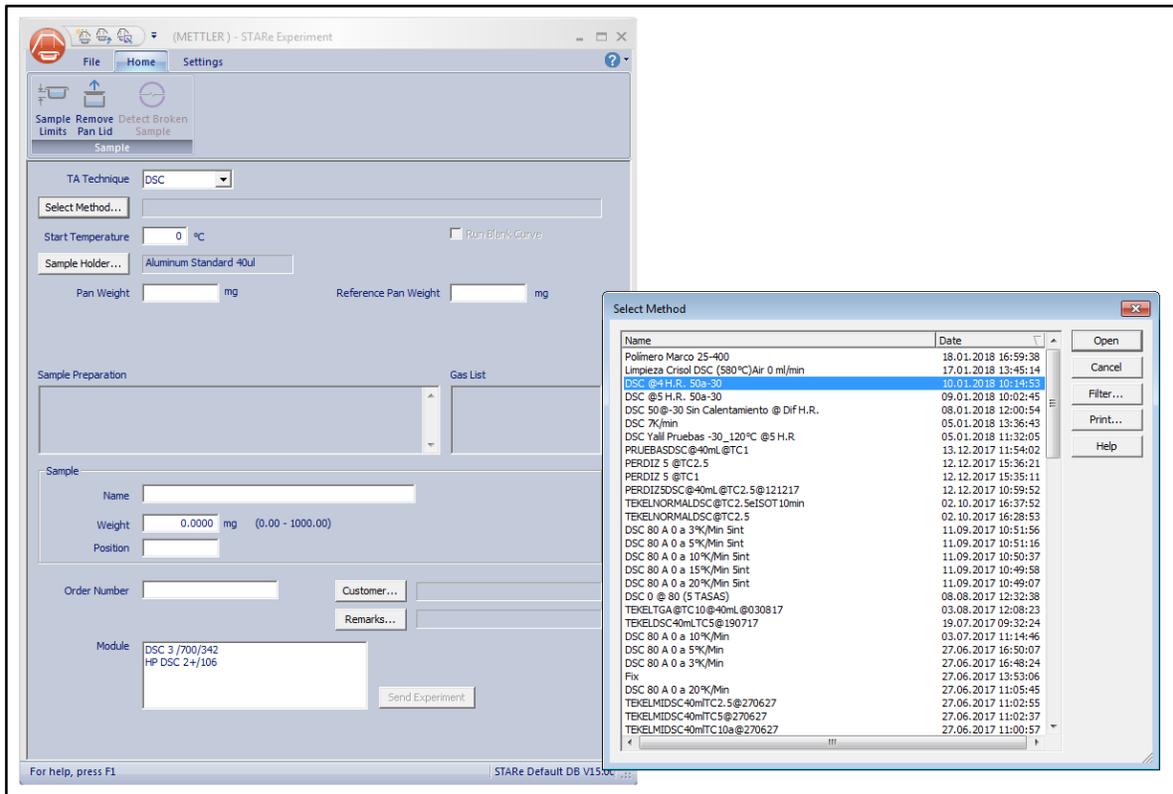


Figura B- 7. Ventana con los experimentos generados.

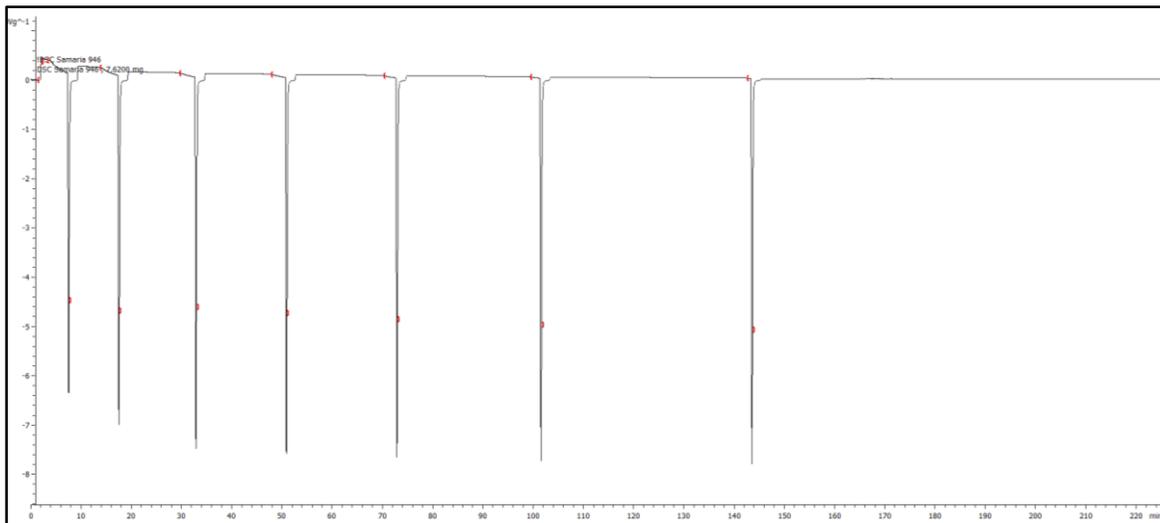


Figura B- 8. Gráfica de aceite Sigma al 100% al hacerse prueba de DSC a 8 velocidades de calentamiento-enfriamiento.

Se realizó una primera corrida del experimento con el aceite Sigma al 100% con 8 velocidades de calentamiento-enfriamiento, a 15 K/min, 10 K/min, 6 K/min, 5 K/min, 4 K/min, 3 K/min, 2 K/min 1 K/min, obteniéndose los resultados que se muestran en la **Figura B- 8**. Con la gráfica que se obtuvo se pudo concluir que, a velocidades de enfriamiento y calentamiento altas, es decir a 15 K/min, 10 K/min y 6 K/min el fenómeno de cristalización de parafinas es indetectable, por lo que se decidió realizar el experimento a sólo 4 velocidades de enfriamiento y calentamiento, a 5 K/min, 4 K/min, 2 K/min y 1K/min

Para obtener las gráficas con los resultados se abre la ventana de inicio del equipo y se selecciona *“Evaluation Window”*. En la ventana se selecciona *“Open Curve”*, todas las curvas generadas se encuentran en esta opción, para ambos equipos, por lo que, para encontrar más rápido las curvas se puede seleccionar *“Filter”* y ahí se selecciona el experimento de la curva que se requiere observar, en este caso se selecciona DSC, **Figura B- 9**.

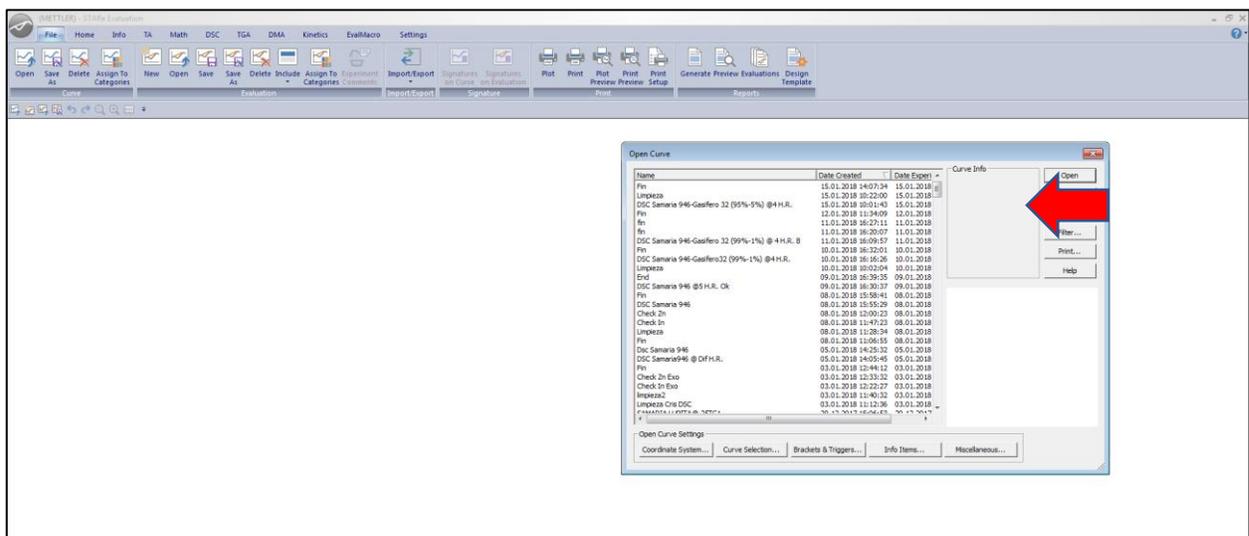


Figura B- 9. Ventana para seleccionar la curva que se quiere analizar.

Se debe ajustar el sistema, así que se selecciona *“Coordinate System”*, se abre una sub pestaña en donde se debe elegir el experimento que se llevó a cabo, en este caso se selecciona DSC, en *“Normalization”* se selecciona *“Normalized to Sample Size”* y en *“X-Axis”* se selecciona *“Time”*, como se observa en la **Figura B- 10**.

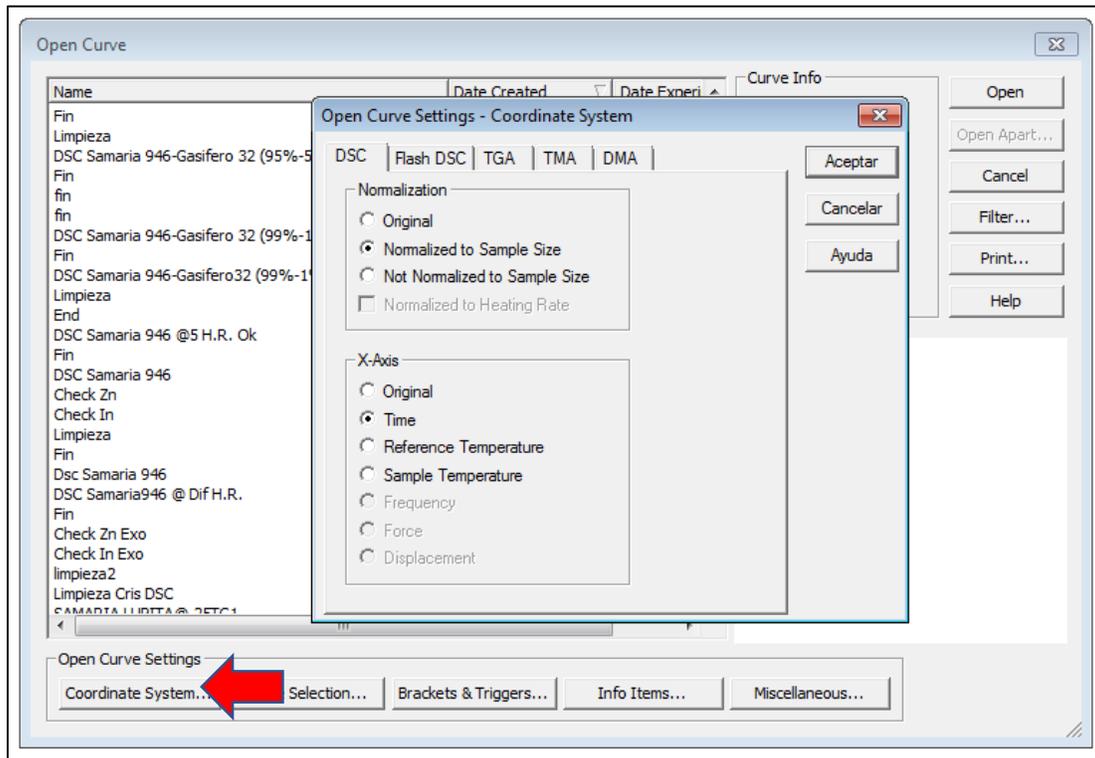


Figura B- 10. Ventana para coordinar el sistema de las gráficas resultantes del DSC-TGA.

A continuación, se selecciona “Curve Selection” y sólo se seleccionará “Sample Weight” como se observa en la **Figura B- 11**. Se selecciona “Open” y se obtendrán las gráficas que se llevaron a cabo en el experimento.

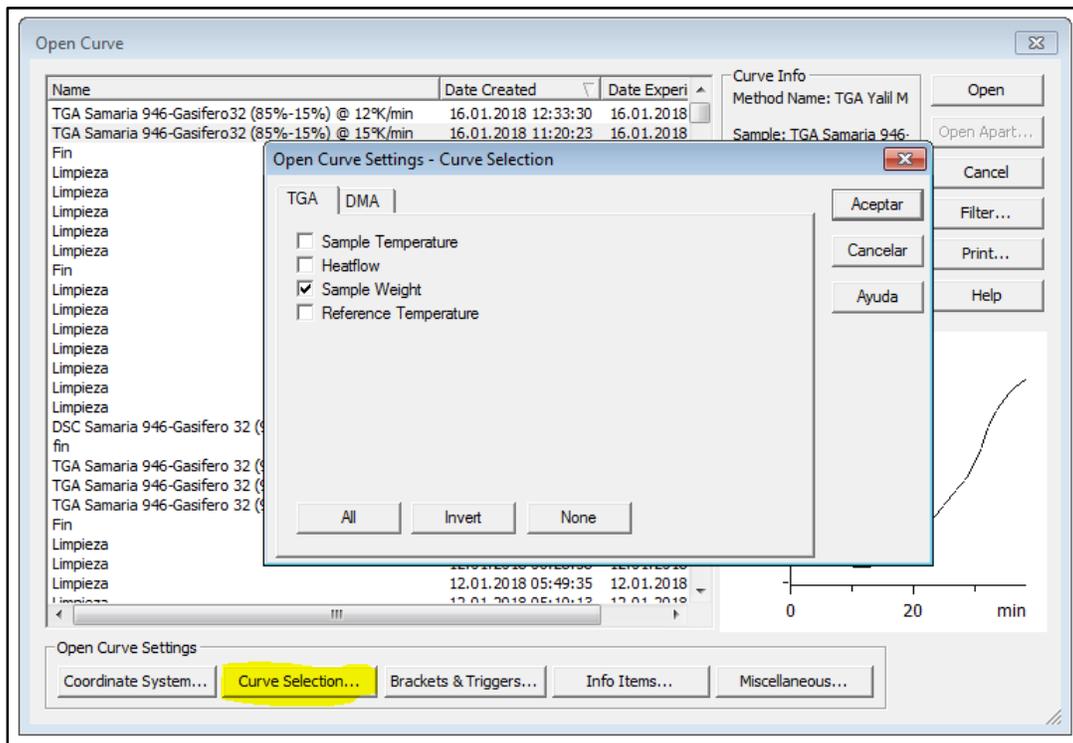


Figura B- 11. Ventana para seleccionar la curva que se requiere analizar.

En la siguiente imagen (**Figura B- 12**) se observa la gráfica que generó el experimento DSC del Aceite Sigma en dilución con el Aceite Gamma en una concentración de 95%-5%.

Las curvas que se generan desde la “*Evaluation Window*” se les puede hacer un “Zoom”, al hacer esto el eje “x” que es el eje del tiempo en segundos tendrá un eje secundario el cual nos indicará la temperatura en °C, lo cual nos proporcionará la temperatura de cristalización de parafinas cuando se realizó el enfriamiento de la muestra y la temperatura de fusión de las parafinas cuando se realizó el calentamiento de la muestra.

Como se muestra en la **Figura B- 13** se realizó un acercamiento a la curva de concentración 85%-15% a un flujo de calor de 5 K/min, al inicio del experimento que es a 50°C se observa una recta que va en descenso conforme baja la temperatura, al llegar aproximadamente a 3°C se observa un súbito ascenso y se genera una curva que vuelve a descender, lo cual indica que a esa temperatura es cuando se cristalizan las parafinas. Esto ocurre porque primero se cristalizan las parafinas de menor peso molecular.

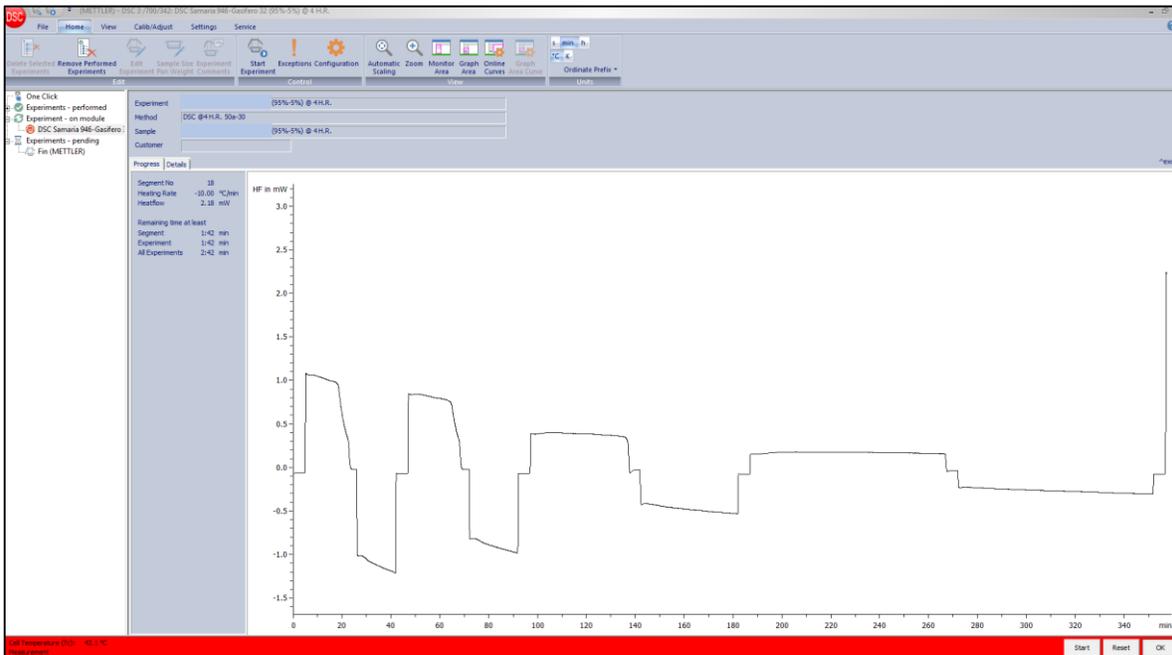


Figura B- 12. Curva que genera el experimento DSC para una concentración de 95%-5%.

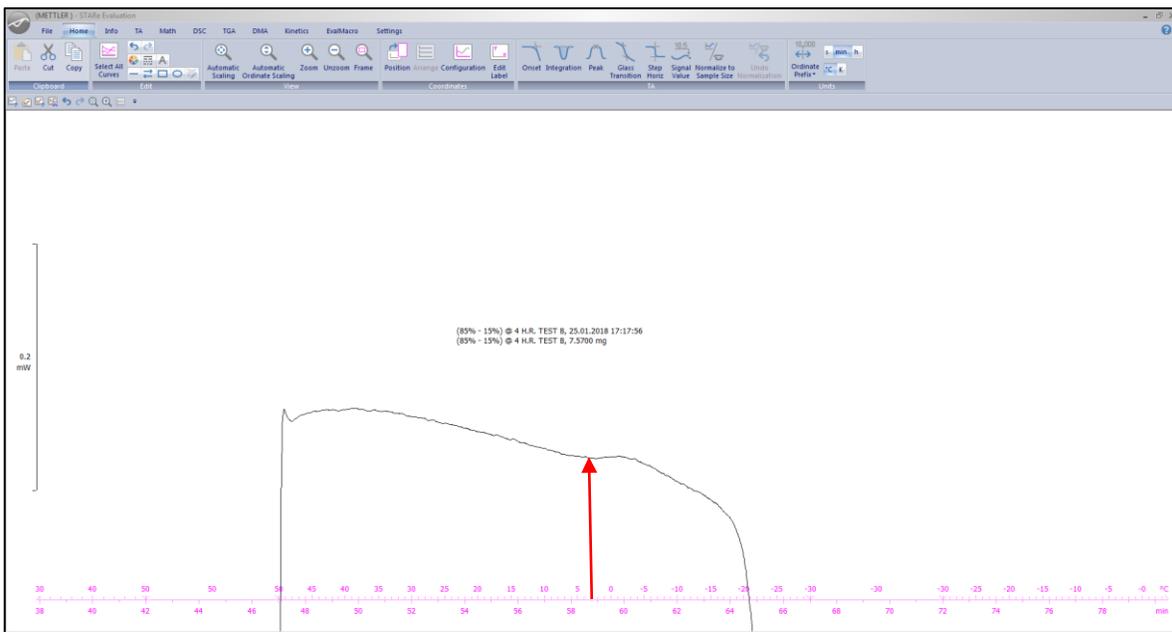


Figura B- 13. Curva que genera el experimento DSC para una concentración de 95%-5%.

Se extrajeron todos los datos obtenidos de los experimentos de DSC a un archivo de texto para poder graficar todas las curvas de las diferentes concentraciones en Excel y

posteriormente en OriginPro 8 para tener una mejor exactitud y se registraron tanto temperaturas de cristalización de ceras como de fusión.

❖ **Análisis del error asociado a las mediciones con el equipo de Calorimetría Diferencial de Barrido, DSC**

Las muestras garantizan los resultados obtenidos por repetitibilidad, debido a que se realizaron las lecturas dos veces para todas las muestras. La precisión del equipo indica la desviación de la lectura desde un dato de entrada y también, su capacidad para reproducir una lectura determinada con una precisión dada. En la **Tabla A- 1** se muestra la precisión de la temperatura del equipo de calorimetría diferencial de barrido, DSC-TGA 3+ para realizar los experimentos correspondientes.

Tabla A- 1. Precisión de la medición de temperatura.

| Variables en la precisión del equipo DSC 3+ | |
|--|------------------|
| Sensibilidad de la temperatura | +/- 0.3 K |
| Precisión de la temperatura | +/- 0.2 K |
| Tasa de calentamiento-enfriamiento | 0.02 a 250 K/min |
| Precisión del % de masa pérdida | +/- 0.921 |

Anexo C. Gráficas obtenidas de los experimentos de Calorimetría Diferencial de Barrido

❖ *Aceite Sigma al 100%*

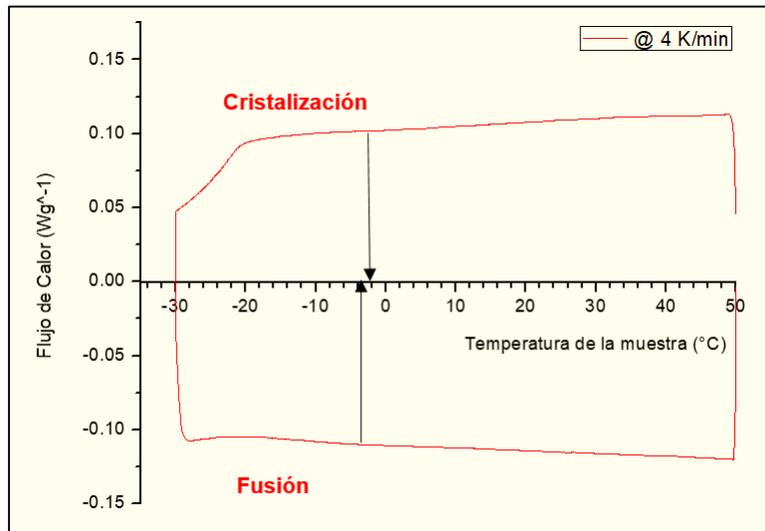


Figura C- 1. Resultados del estudio DSC del aceite Sigma 100% a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 4 K/min.

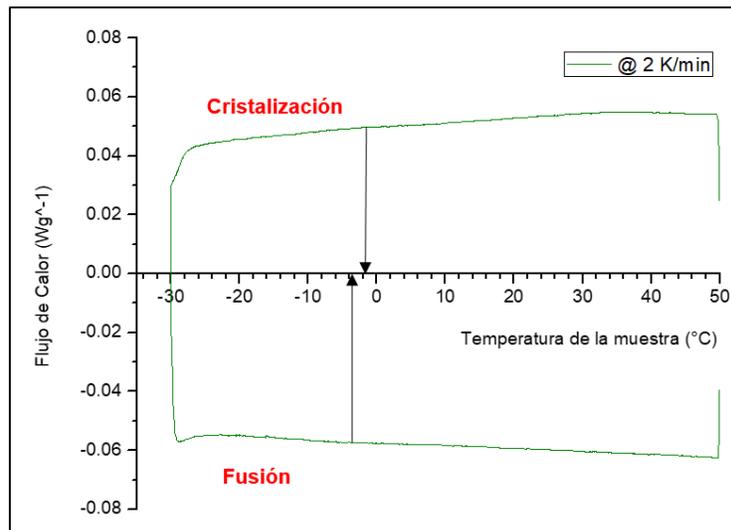


Figura C- 2. Resultados del estudio DSC del aceite Sigma 100% a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 2 K/min.

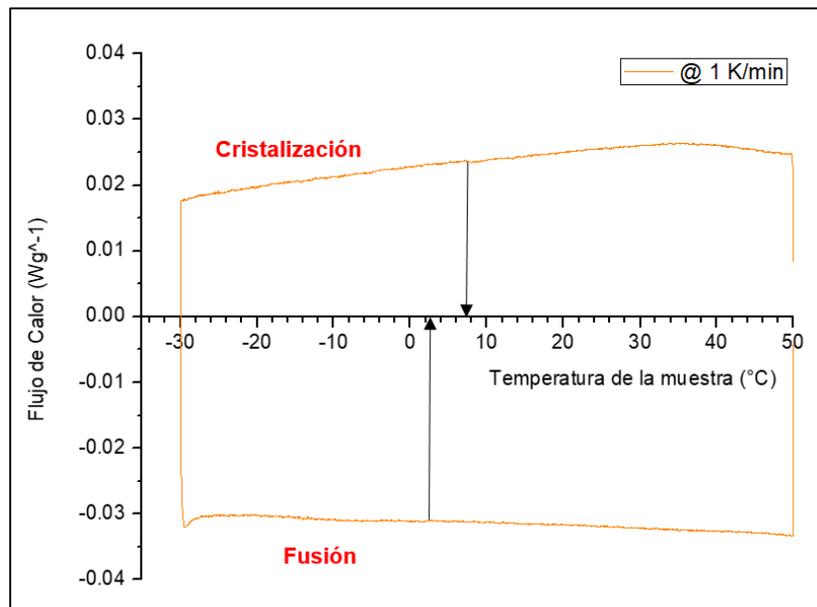


Figura C- 3. Resultados del estudio DSC del aceite Sigma 100% a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 1 K/min.

❖ **Aceite Gamma al 100%**

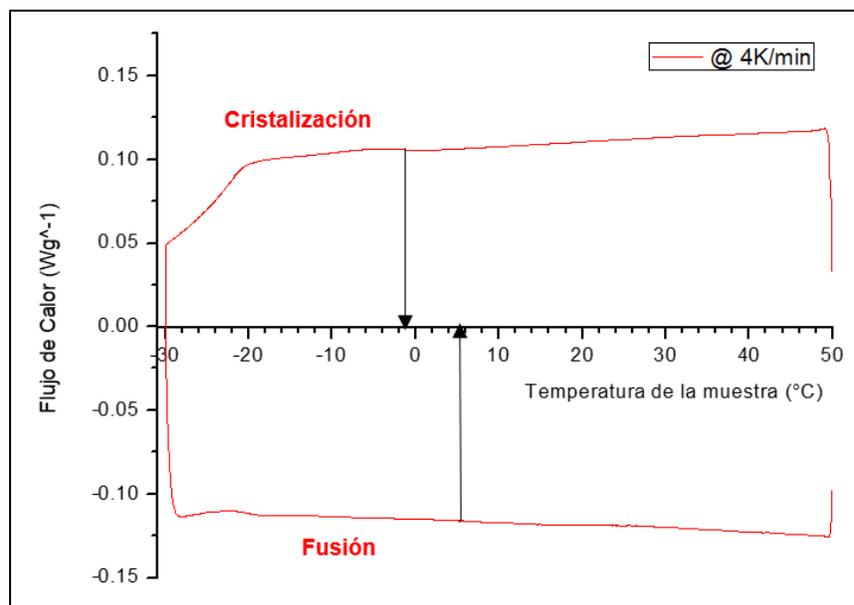


Figura C- 4. Resultados del estudio DSC del Aceite Gamma 100% a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 4 K/min.

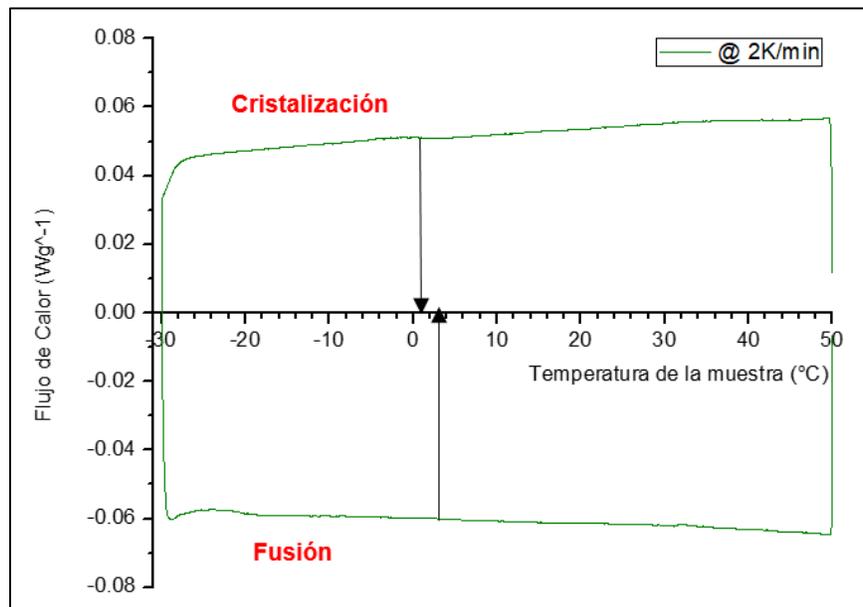


Figura C- 5. Resultados del estudio DSC del Aceite Gamma 100% a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 2 K/min.

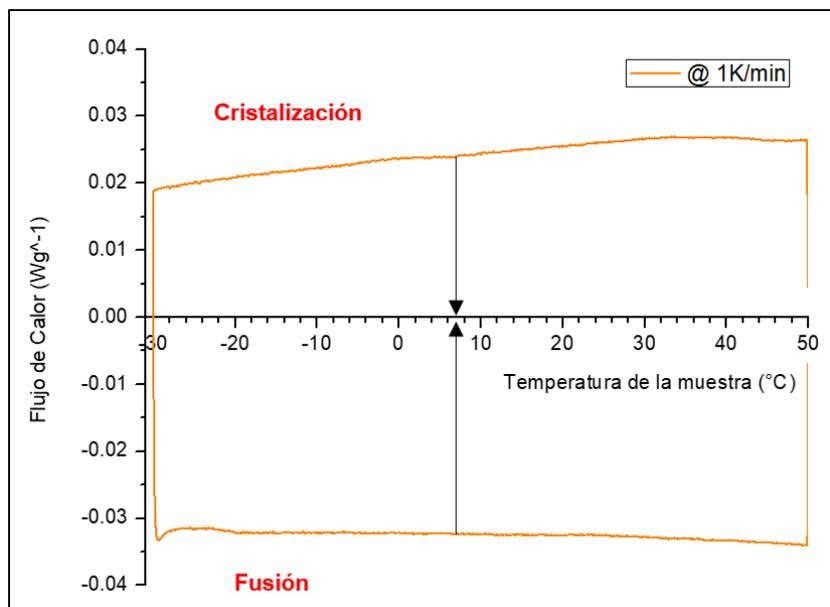


Figura C- 6. Resultados del estudio DSC del Aceite Gamma 100% a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 1 K/min.

❖ **Dilución (99% - 1%)**

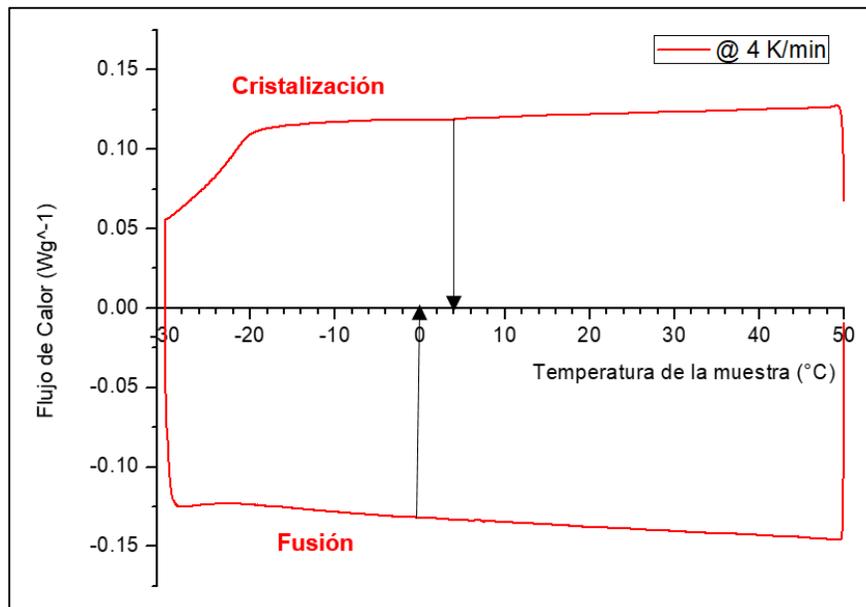


Figura C- 7. Resultados del estudio DSC de la dilución (99% - 1%) a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 4 K/min.

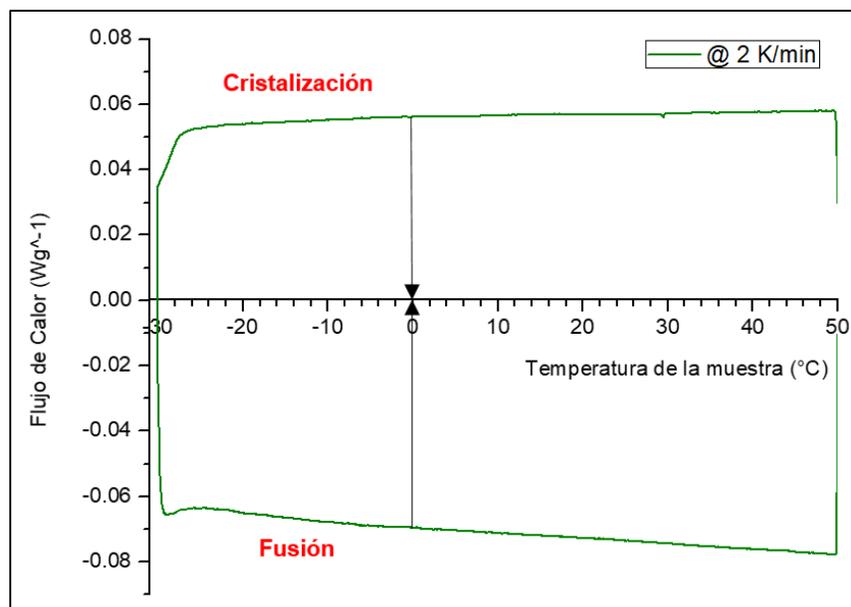


Figura C- 8. Resultados del estudio DSC de la dilución (99% - 1%) a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 2 K/min.

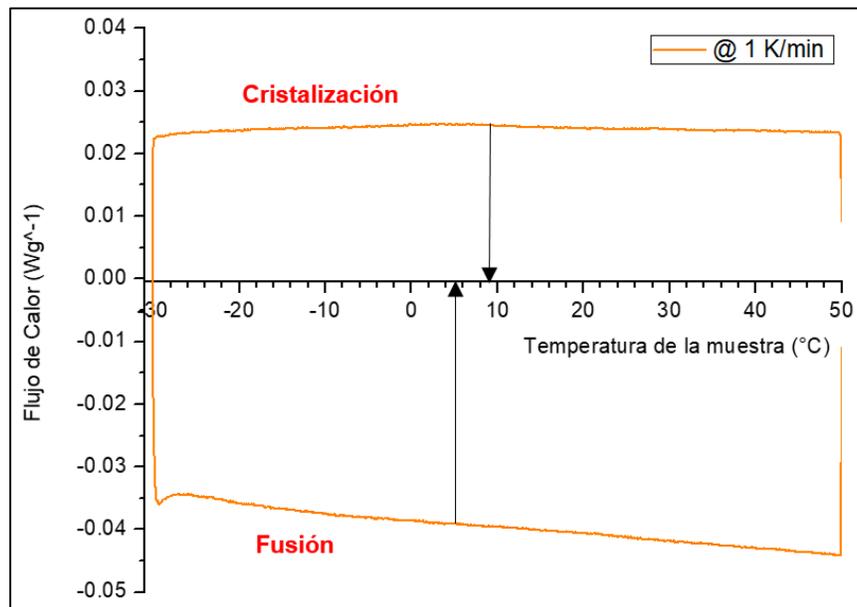


Figura C- 9. Resultados del estudio DSC de la dilución (99% - 1%) a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 1 K/min.

❖ **Dilución (95% - 5%)**

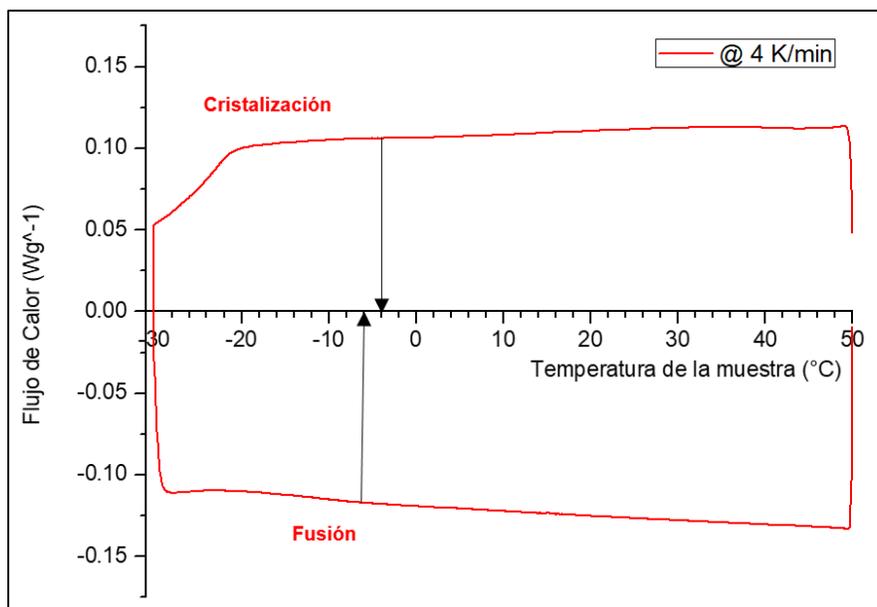


Figura C- 10. Resultados del estudio DSC de la dilución (95% - 5%) a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 4 K/min.

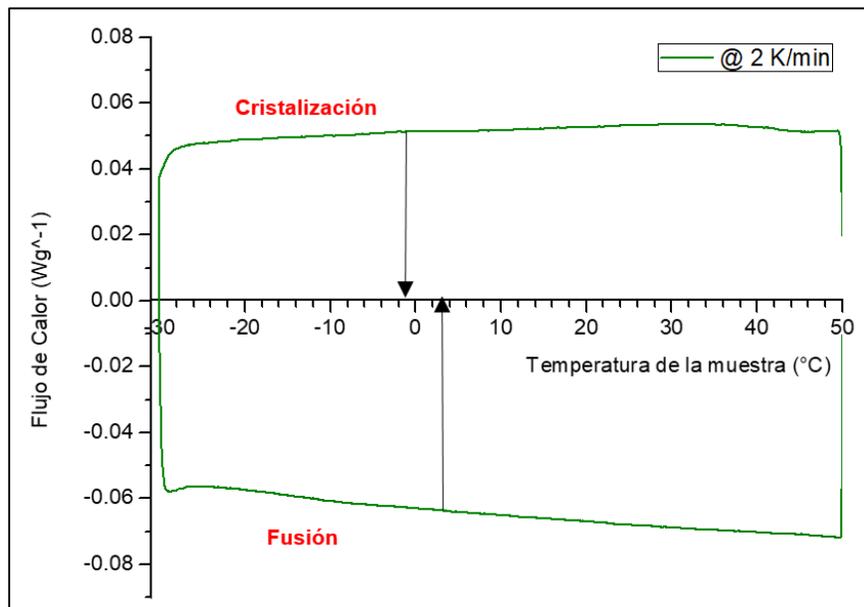


Figura C- 11. Resultados del estudio DSC de la dilución (95% - 5%) a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 2 K/min.

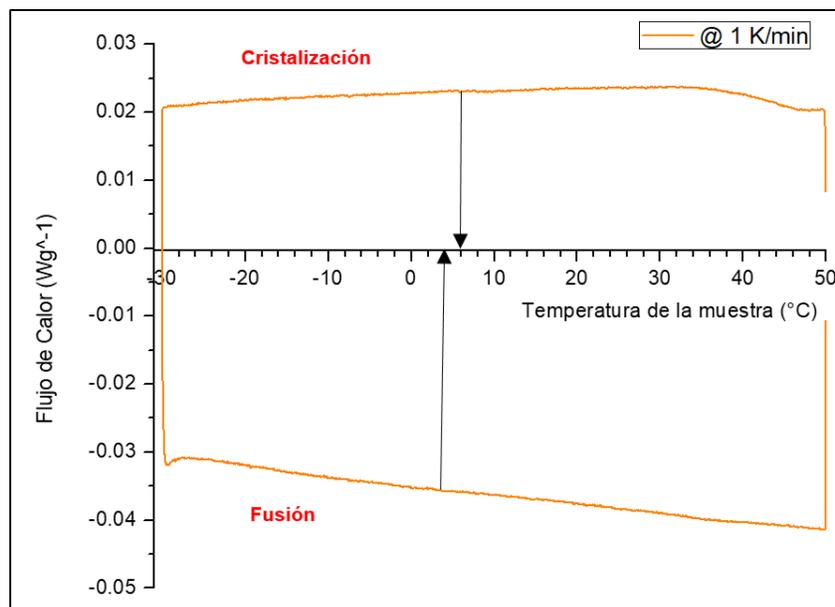


Figura C- 12. Resultados del estudio DSC de la dilución (95% - 5%) a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 1 K/min.

❖ **Dilución (90% - 10%)**

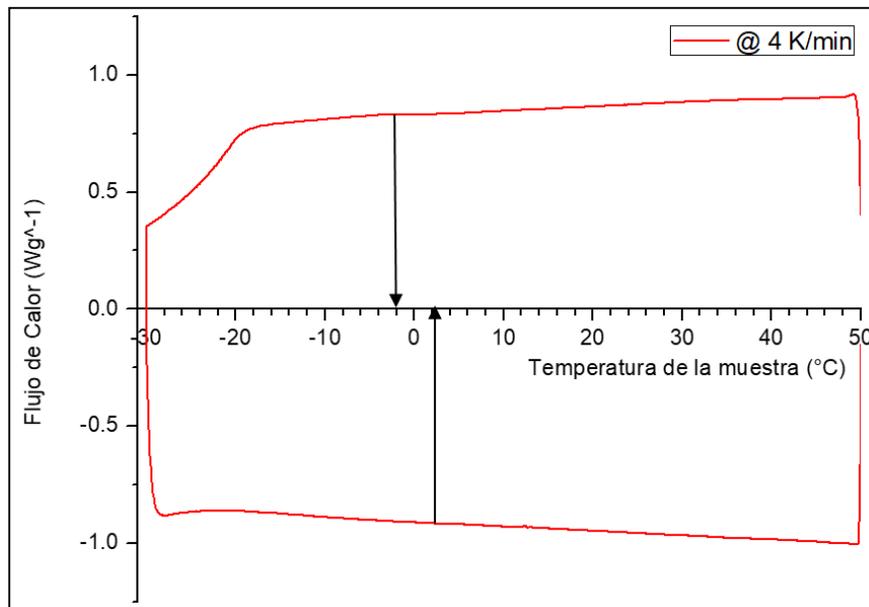


Figura C- 13. Resultados del estudio DSC de la dilución (90% - 10%) a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 4 K/min.

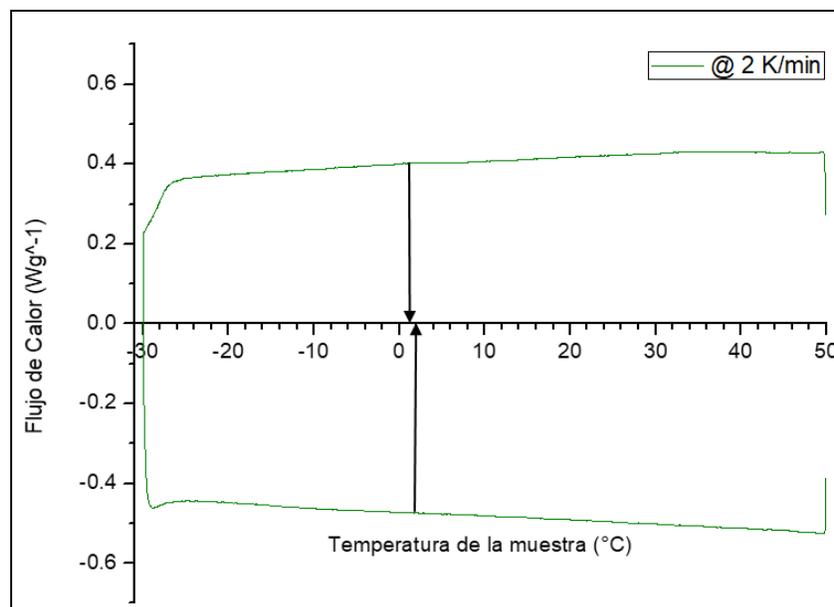


Figura C- 14. Resultados del estudio DSC de la dilución (90% - 10%) a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 2 K/min.

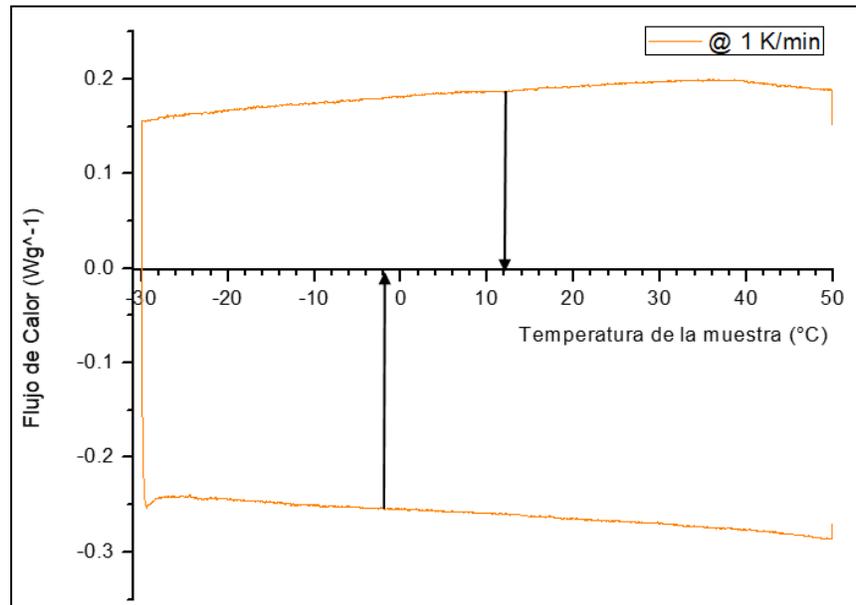


Figura C- 15. Resultados del estudio DSC de la dilución (90% - 10%) a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 1 K/min.

❖ **Dilución (85% - 15%)**

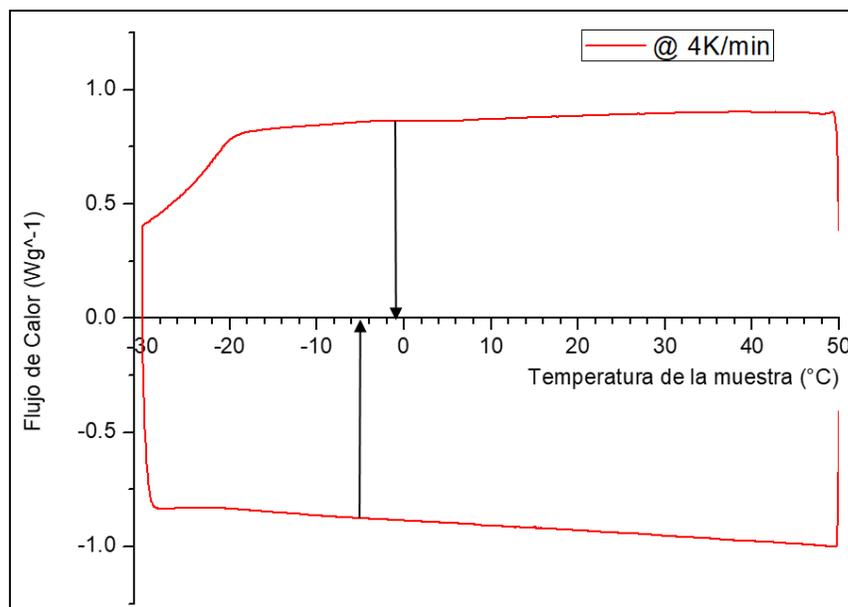


Figura C- 16. Resultados del estudio DSC de la dilución (85% - 15%) a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 4 K/min.

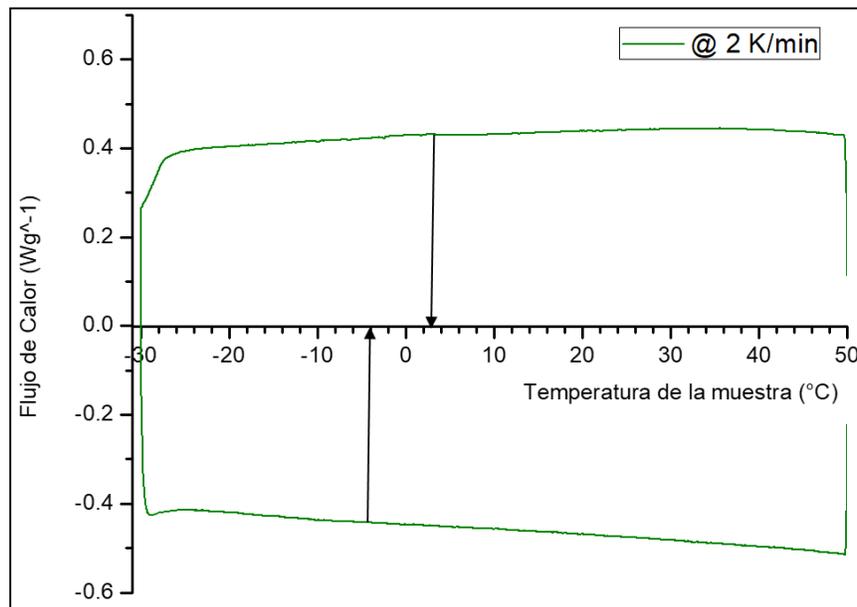


Figura C- 17. Resultados del estudio DSC de la dilución (85% - 15%) a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 2 K/min.

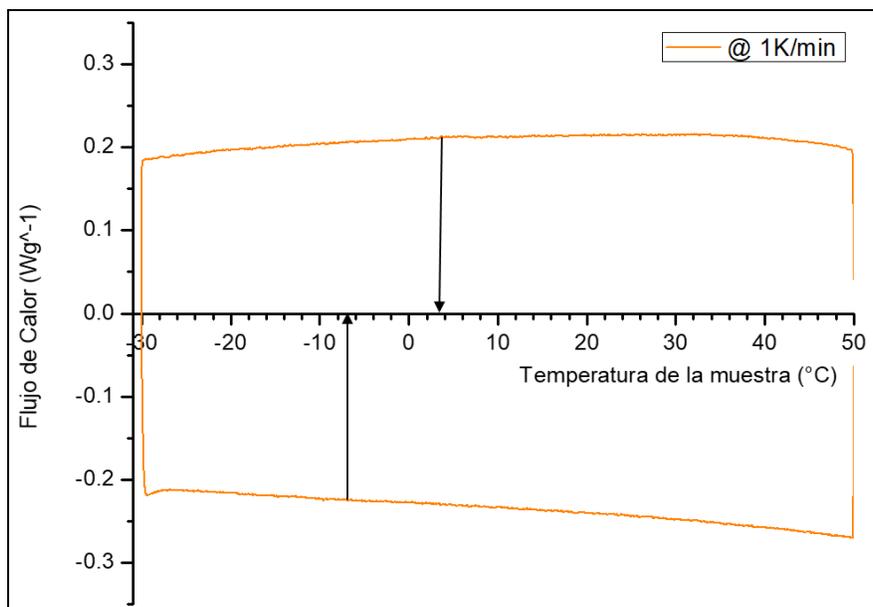


Figura C- 18. Resultados del estudio DSC de la dilución (85% - 15%) a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 1 K/min.

❖ **Dilución (80% - 20%)**

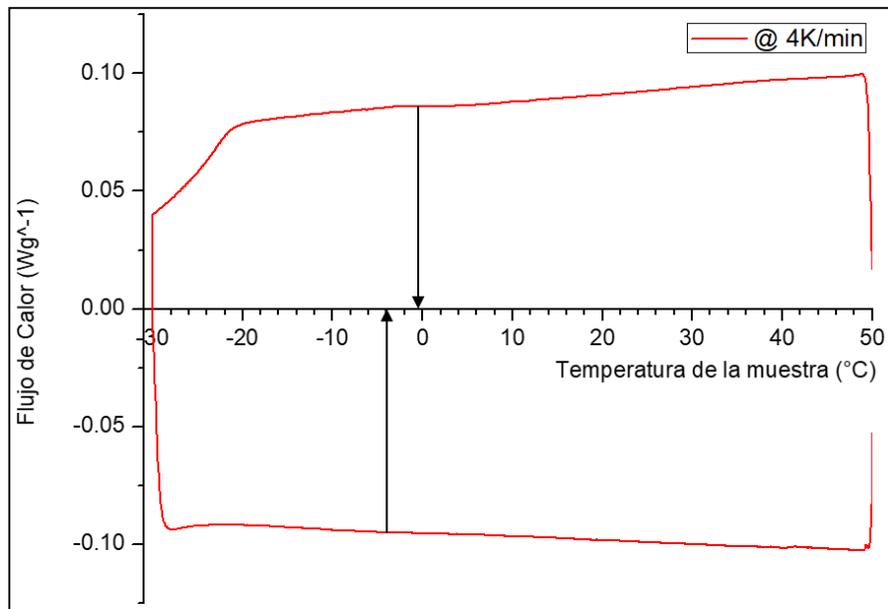


Figura C- 19. Resultados del estudio DSC de la dilución (80% - 20%) a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 4 K/min.

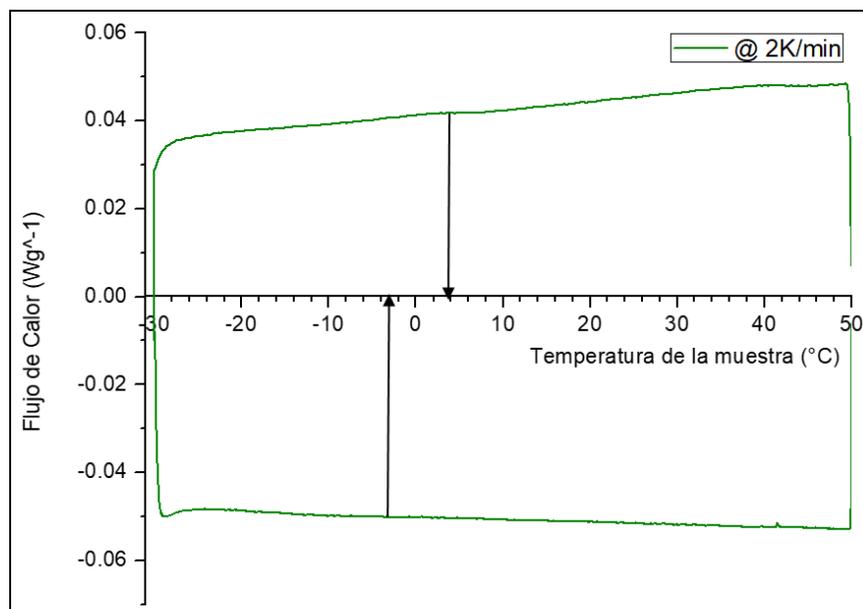


Figura C- 20. Resultados del estudio DSC de la dilución (80% - 20%) a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 2 K/min.

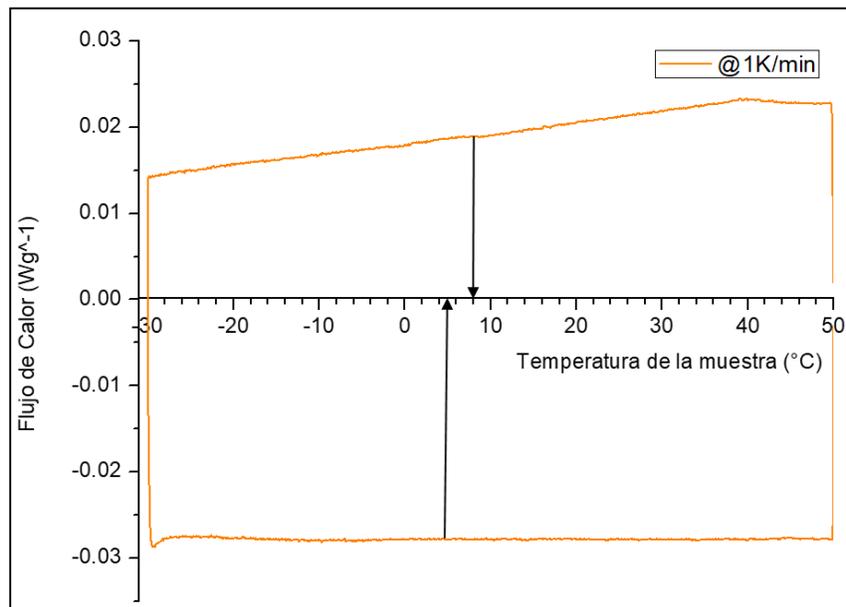


Figura C- 21. Resultados del estudio DSC de la dilución (80% - 20%) a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 1 K/min.

❖ **Dilución (75% - 25%)**

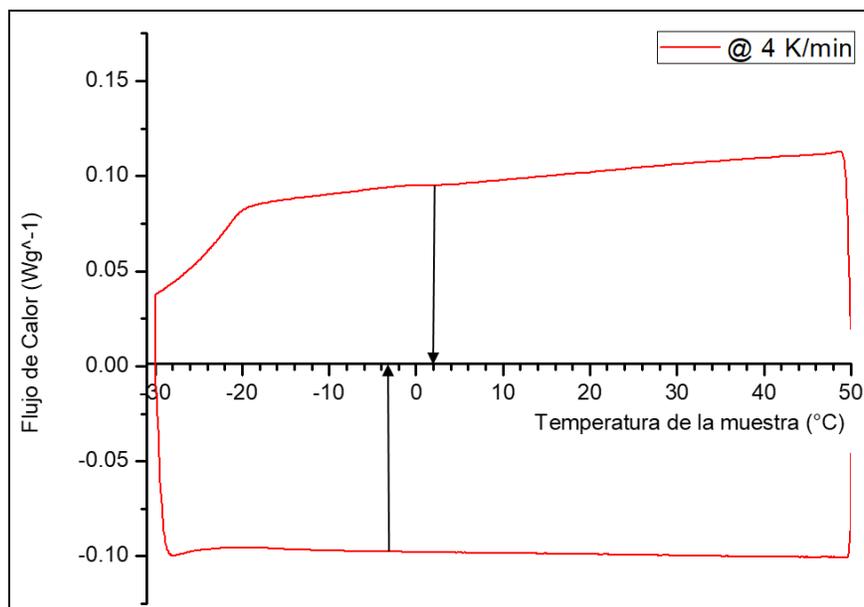


Figura C- 22. Resultados del estudio DSC de la dilución (75% - 25%) a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 4 K/min.

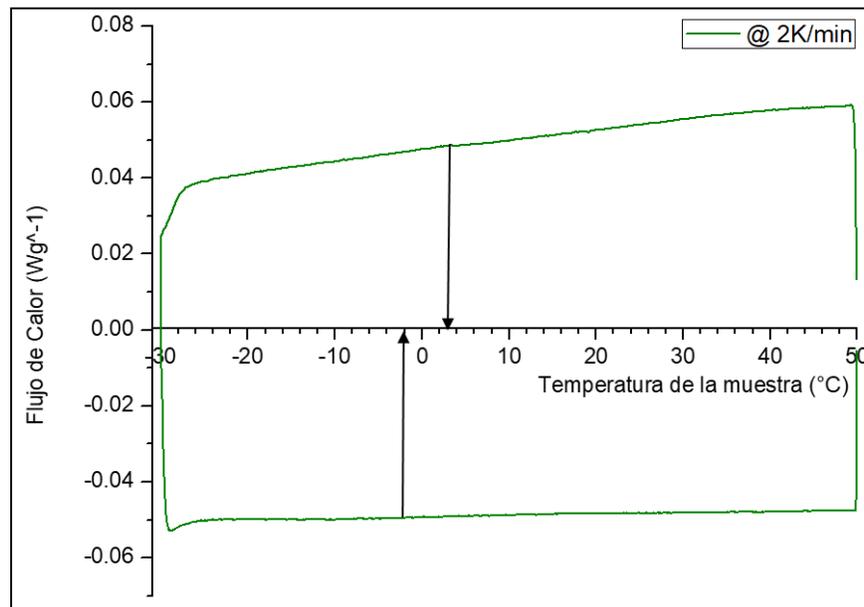


Figura C- 23. Resultados del estudio DSC de la dilución (75% - 25%) a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 2 K/min.

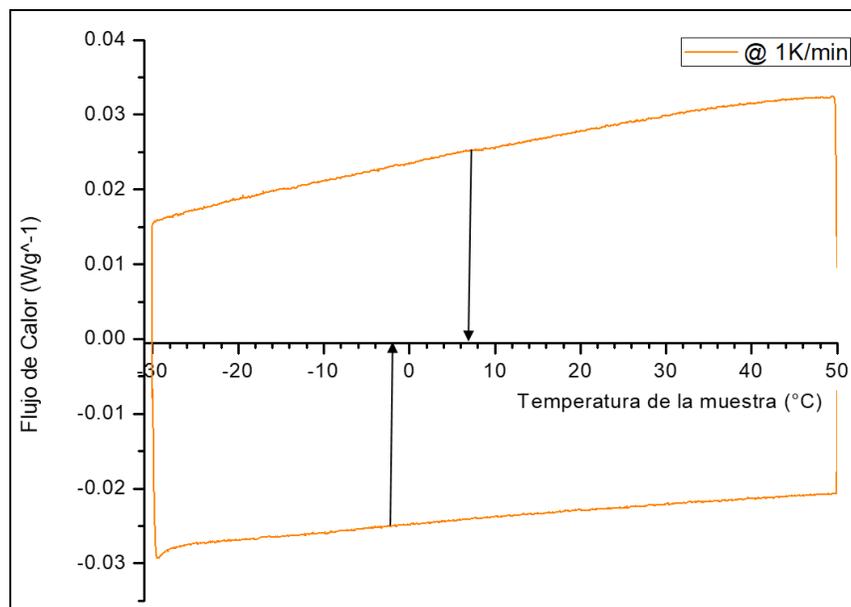


Figura C- 24. Resultados del estudio DSC de la dilución (75% - 25%) a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 1 K/min.

❖ **Dilución (70% - 30%)**

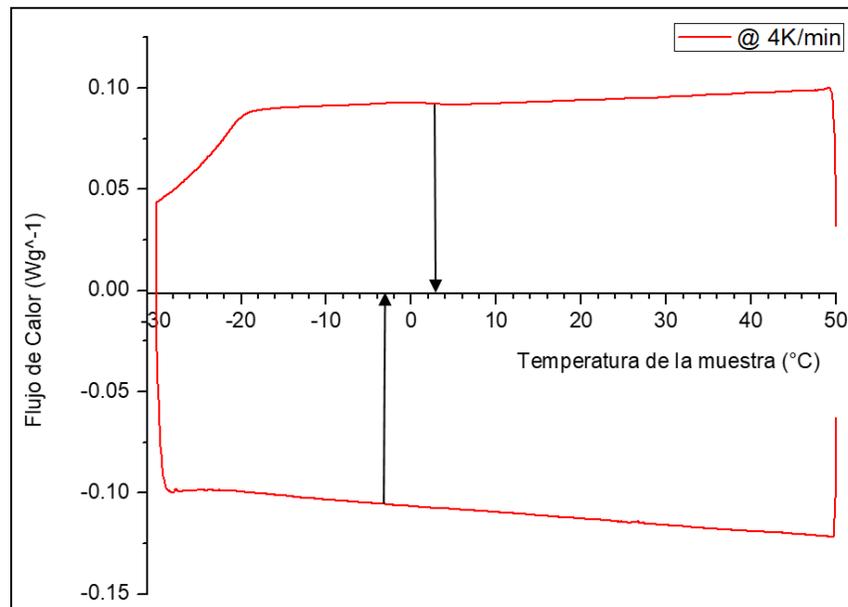


Figura C- 25. Resultados del estudio DSC de la dilución (70% - 30%) a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 4 K/min.

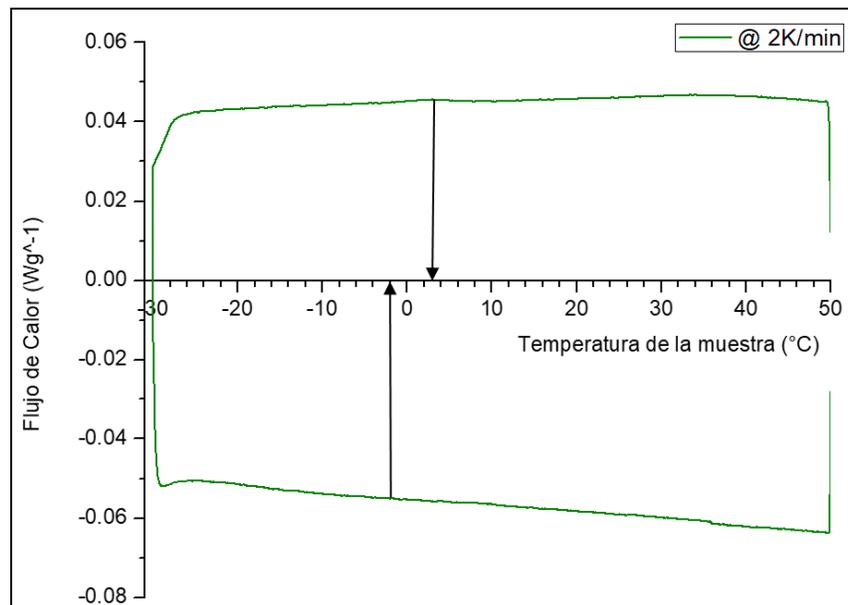


Figura C- 26. Resultados del estudio DSC de la dilución (70% - 30%) a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 2 K/min.

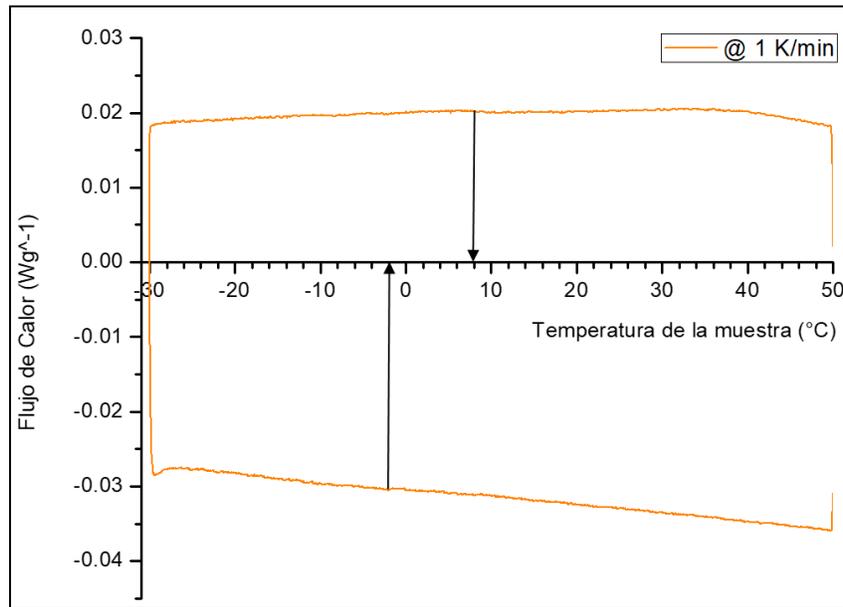


Figura C- 27. Resultados del estudio DSC de la dilución (70% - 30%) a una velocidad de calentamiento-enfriamiento de 1 K/min.

Anexo D. Análisis del margen de error asociado a las mediciones de densidad y viscosidad

El estudio de sensibilidad de las mediciones de viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y densidad consistió en determinar la magnitud real de estas propiedades realizando de 10 a 12 mediciones de cada propiedad para cada temperatura asignada, obteniéndose una serie de valores que se agruparon alrededor de un valor promedio, el cual fue el valor más probable de la medida. Estos valores promedio que se presentaron fueron la media aritmética de las mediciones realizadas, donde el valor asignado es el que se acerca más al valor real.

Los valores de la densidad para las mediciones del aceite Sigma al 100% representan un porcentaje de error sumamente bajo, lo cual refleja una mayor exactitud en las mediciones. En cuanto a los valores de viscosidad cinemática y dinámica, el porcentaje de error se encuentra menor al 5% lo cual indica una exactitud en las mediciones, el valor más alto de porcentaje de error se obtuvo al realizar la medición a una temperatura de 70°C y los valores con mayor exactitud se obtuvieron al realizar las mediciones a una temperatura de 95°C.

Los valores de la densidad para las mediciones del aceite Gamma al 100% también representan un porcentaje de error sumamente bajo. En este caso, los valores de viscosidad cinemática y dinámica mantienen un porcentaje de error menor al 2%, lo cual indica una mayor exactitud en las mediciones, el valor más alto de porcentaje de error se obtuvo al realizar la medición a una temperatura de 20°C y los valores con mayor exactitud se obtuvieron al realizar las mediciones a una temperatura de 70°C. En comparación con los valores obtenidos para el aceite Sigma al 100%, la medición del aceite Gamma al 100% tuvo una mayor exactitud.

| Precisión de la viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y de la densidad del Aceite Sigma al 100%. | | | |
|--|------------------------------------|---|----------------------------------|
| Temperatura (°C) | Viscosidad Cinemática mPa.s | Viscosidad Dinámica mm²/s | Densidad g/cm³ |
| 20 | | | +/- 0.000082 |
| 30 | | | +/- 0.000030 |
| 40 | | | +/- 0.000183 |
| 50 | +/- 3.15 | +/- 3.57 | +/- 0.000000 |
| 60 | +/- 3.34 | +/- 3.67 | +/- 0.000060 |
| 70 | +/- 3.75 | +/- 3.82 | +/- 0.000000 |
| 80 | +/- 1.81 | +/- 1.86 | +/- 0.000000 |
| 90 | +/- 2.08 | +/- 2.12 | +/- 0.000121 |
| 95 | +/- 1.23 | +/- 1.23 | +/- 0.000189 |
| 100 | +/- 1.63 | +/- 1.70 | +/- 0.000074 |
| Precisión de la viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y de la densidad del Aceite Gamma al 100% | | | |
| Temperatura (°C) | Viscosidad Cinemática mPa.s | Viscosidad Dinámica mm²/s | Densidad g/cm³ |
| 20 | +/- 0.114 | +/- 0.130 | +/- 0.000053 |
| 30 | +/- 0.056 | +/- 0.063 | +/- 0.000000 |
| 40 | +/- 0.022 | +/- 0.024 | +/- 0.000067 |
| 50 | +/- 0.013 | +/- 0.015 | +/- 0.000067 |
| 60 | +/- 0.005 | +/- 0.006 | +/- 0.000047 |
| 70 | +/- 0.003 | +/- 0.002 | +/- 0.000303 |
| 80 | +/- 0.008 | +/- 0.009 | +/- 0.000067 |
| 85 | +/- 0.007 | +/- 0.008 | +/- 0.000063 |

| Precisión de la viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y de la densidad de la dilución (99% - 1%). | | | |
|---|------------------------------------|---|----------------------------------|
| Temperatura (°C) | Viscosidad Cinemática mPa.s | Viscosidad Dinámica mm²/s | Densidad g/cm³ |
| 20 | | | +/- 0.000084 |
| 30 | | | +/- 0.000050 |
| 40 | | | +/- 0.000181 |
| 50 | +/- 2.359 | +/- 3.177 | +/- 0.000176 |
| 60 | +/- 4.586 | +/- 4.830 | +/- 0.000000 |
| 70 | +/- 3.117 | +/- 3.162 | +/- 0.000033 |
| 80 | +/- 4.310 | +/- 4.444 | +/- 0.000047 |
| 90 | +/- 0.876 | +/- 0.891 | +/- 0.000103 |
| 95 | +/- 2.200 | +/- 2.242 | +/- 0.000179 |
| 100 | +/- 1.101 | +/- 1.138 | +/- 0.000073 |
| Precisión de la viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y de la densidad de la dilución (95% - 5%). | | | |
| Temperatura (°C) | Viscosidad Cinemática mPa.s | Viscosidad Dinámica mm²/s | Densidad g/cm³ |
| 20 | | | +/- 0.000107 |
| 30 | | | +/- 0.000054 |
| 40 | | | +/- 0.000067 |
| 50 | +/- 4.929 | +/- 6.447 | +/- 0.000629 |
| 60 | +/- 1.713 | +/- 1.067 | +/- 0.000107 |
| 70 | +/- 4.997 | +/- 5.139 | +/- 0.000032 |
| 80 | +/- 2.177 | +/- 2.229 | +/- 0.000070 |
| 90 | +/- 1.729 | +/- 1.762 | +/- 0.000213 |

| 95 | +/- 1.163 | +/- 1.202 | +/- 0.000169 |
|--|------------------------------------|---|----------------------------------|
| 100 | +/- 0.741 | +/- 0.765 | +/- 0.000070 |
| Precisión de la viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y de la densidad de la dilución (90% - 10%). | | | |
| Temperatura (°C) | Viscosidad Cinemática mPa.s | Viscosidad Dinámica mm²/s | Densidad g/cm³ |
| 20 | | | +/- 0.000074 |
| 30 | | | +/- 0.000000 |
| 40 | | | +/- 0.000052 |
| 50 | +/- 6.124 | +/- 6.441 | +/- 0.000082 |
| 60 | +/- 3.768 | +/- 3.839 | +/- 0.000032 |
| 70 | +/- 0.610 | +/- 0.610 | +/- 0.000000 |
| 80 | +/- 0.546 | +/- 0.551 | +/- 0.000042 |
| 90 | +/- 0.238 | +/- 0.225 | +/- 0.000097 |
| 95 | +/- 0.808 | +/- 0.844 | +/- 0.000134 |
| 100 | +/- 0.238 | +/- 0.234 | +/- 0.000169 |
| Precisión de la viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y de la densidad de la dilución (85% - 15%). | | | |
| Temperatura (°C) | Viscosidad Cinemática mPa.s | Viscosidad Dinámica mm²/s | Densidad g/cm³ |
| 20 | | | +/- 0.000032 |
| 30 | | | +/- 0.000040 |
| 40 | | | +/- 0.000032 |
| 50 | +/- 2.333 | +/- 2.403 | +/- 0.000032 |
| 60 | +/- 0.763 | +/-0.773 | +/- 0.000042 |

| 70 | +/- 1.255 | +/- 1.304 | +/- 0.000000 |
|--|------------------------------------|---|----------------------------------|
| 80 | +/- 0.342 | +/- 0.355 | +/- 0.000000 |
| 90 | +/- 0.340 | +/- 0.349 | +/- 0.000070 |
| 95 | +/- 0.465 | +/- 0.463 | +/- 0.000251 |
| 100 | +/- 0.304 | +/- 0.309 | +/- 0.000145 |
| Precisión de la viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y de la densidad de la dilución (80% - 20%). | | | |
| Temperatura (°C) | Viscosidad Cinemática mPa.s | Viscosidad Dinámica mm²/s | Densidad g/cm³ |
| 20 | | | 0.00 |
| 30 | | | +/- 0.000032 |
| 40 | | | +/- 0.000032 |
| 50 | +/- 0.672 | +/- 0.683 | 0.00 |
| 60 | +/- 0.288 | +/- 0.314 | +/- 0.000052 |
| 70 | +/- 0.220 | +/- 0.295 | +/- 0.000303 |
| 80 | +/- 0.413 | +/- 0.433 | +/- 0.000032 |
| 90 | +/- 0.228 | +/- 0.226 | +/- 0.000169 |
| 95 | +/- 0.129 | +/- 0.136 | +/- 0.000052 |
| 100 | +/- 0.057 | +/- 0.059 | +/- 0.000048 |
| Precisión de la viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y de la densidad de la dilución (75% - 25%). | | | |
| Temperatura (°C) | Viscosidad Cinemática mPa.s | Viscosidad Dinámica mm²/s | Densidad g/cm³ |
| 20 | | | +/- 0.000053 |
| 30 | | | +/- 0.000048 |

| 40 | | | +/- 0.000099 |
|--|--|---|--------------------------------------|
| 50 | +/- 1.963 | +/- 2.039 | 0.00 |
| 60 | +/- 0.748 | +/- 0.722 | +/- 0.000250 |
| 70 | +/- 0.869 | +/- 0.928 | +/- 0.000187 |
| 80 | +/- 0.505 | +/- 0.530 | +/- 0.000129 |
| 90 | +/- 0.069 | +/- 0.077 | +/- 0.000206 |
| 95 | +/- 0.234 | +/- 0.249 | +/- 0.000032 |
| 100 | +/- 0.032 | +/- 0.175 | +/- 0.000021 |
| Precisión de la viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y de la densidad de la dilución (70% - 30%). | | | |
| Temperatura (°C) | Viscosidad Cinemática mPa.s | Viscosidad Dinámica mm²/s | Densidad g/cm³ |
| 20 | | | 0.00 |
| 30 | | | +/- 0.000067 |
| 40 | | | +/- 0.000208 |
| 50 | +/- 4.088 | +/- 4.282 | +/- 0.000052 |
| 60 | +/- 1.716 | +/- 1.817 | +/- 0.000088 |
| 70 | +/- 0.980 | +/- 1.036 | +/- 0.000129 |
| 80 | +/- 0.143 | +/- 0.150 | +/- 0.000158 |
| 90 | +/- 0.309 | +/- 0.330 | +/- 0.000233 |
| 95 | +/- 0.254 | +/- 0.274 | +/- 0.000103 |
| 100 | +/- 0.243 | +/- 0.245 | +/- 0.000353 |

Los valores de la densidad de la dilución (99% - 1%) representan un porcentaje de error bajo. Se mantiene un porcentaje de error menor al 5% en los valores de viscosidad

cinemática y dinámica. El valor más alto de porcentaje de error se obtuvo al realizar la medición a una temperatura de 60°C y los valores con mayor exactitud se obtuvieron al realizar las mediciones a una temperatura de 90°C.

En la dilución (95% - 5%) los valores de la densidad también representan un porcentaje de error extremadamente bajo, lo cual refleja una mayor exactitud en las mediciones. En cuanto a los valores de viscosidad cinemática y dinámica, el porcentaje de error también se encuentra menor al 5%. El valor más alto de porcentaje de error se encontró al realizar la medición a una temperatura de 70°C y los valores con mayor exactitud se obtuvieron al realizar las mediciones a una temperatura de 100°C.

Se puede observar que la precisión de los valores de densidad que se obtuvieron para la dilución (90% - 10%) son los valores más estables, ya que representan un porcentaje de error sumamente bajo. En cuanto a los valores de viscosidad cinemática y dinámica, el porcentaje de error se elevó ligeramente al realizar la medición a una temperatura de 50°C, pero al realizar la medición a la siguiente temperatura el porcentaje de error se mantuvo por debajo del 5%. Los valores con mayor exactitud se obtuvieron al realizar las mediciones a una temperatura de 90 y 100°C.

La precisión de los valores de densidad que se obtuvieron para las mediciones de la cuarta dilución, (85% - 15%) también representan un porcentaje de error extremadamente bajo. Para los valores de viscosidad cinemática y dinámica, el porcentaje de error se encuentra menor al 3% lo cual indica una mayor exactitud en las mediciones, en comparación con las diluciones anteriores, el valor más alto de porcentaje de error se encontró al realizar la medición a una temperatura de 50°C y a una temperatura de 70°C que se encontró dentro del orden del 1%, exceptuando los valores obtenidos a estas temperaturas, se mantuvo un porcentaje de error menor al 1%.

Los valores de la densidad obtenidos para la dilución (80% - 20%) a 20 y 50°C no presentaron error alguno en las mediciones. Los valores de viscosidad cinemática y dinámica presentaron un porcentaje menor al 1%, siendo esta dilución la más estable en cuanto a los valores obtenidos de las mediciones.

En el caso de los valores obtenidos de densidad para la dilución (75% - 25%), no se obtuvo error al realizar la medición a una temperatura de 50°C. Los valores de viscosidad

cinemática y dinámica presentaron un porcentaje de error cercano al 2%, esto indica una mayor exactitud en las mediciones, el valor más alto de porcentaje de error se encontró al realizar la medición a una temperatura de 50°C y los valores con mayor exactitud se obtuvieron al realizar las mediciones a una temperatura de 100°C.

Finalmente, la precisión de los valores de densidad que se obtuvieron para las mediciones de la dilución (70% - 30%) mantuvieron un porcentaje de error bajo, lo cual indica la exactitud de esta propiedad que se obtuvo durante todos los experimentos. Respecto a los valores de viscosidad cinemática y dinámica, el porcentaje de error se encontró menor al 4%, garantizando una exactitud en las mediciones, el valor más alto de porcentaje de error se encontró al realizar la medición a una temperatura de 50°C y al realizar las mediciones a una temperatura de 60°C se obtuvo un porcentaje de error del 1%, para las temperaturas siguientes se mantuvo un porcentaje de error menor al 1%, indicando una mayor precisión en los valores obtenidos de estas propiedades.

Anexo E. Análisis del margen de error asociado a las mediciones con el equipo de Termogravimetría, DSC-TGA

El estudio de sensibilidad consistió en realizar las mediciones de termogravimetría de 8 muestras de un aceite conocido para comprobar la precisión del experimento. En la **Figura E- 1** se muestran las curvas que se obtuvieron del experimento. Se realizaron 8 muestras con una masa entre 5 y 5.09 mg. El experimento se realizó a una sola tasa de calentamiento, de 10 K/min a condiciones de presión atmosférica, con una temperatura inicial de 25 °C y a una temperatura final de 600 °C, como las diluciones que se sometieron a este estudio.

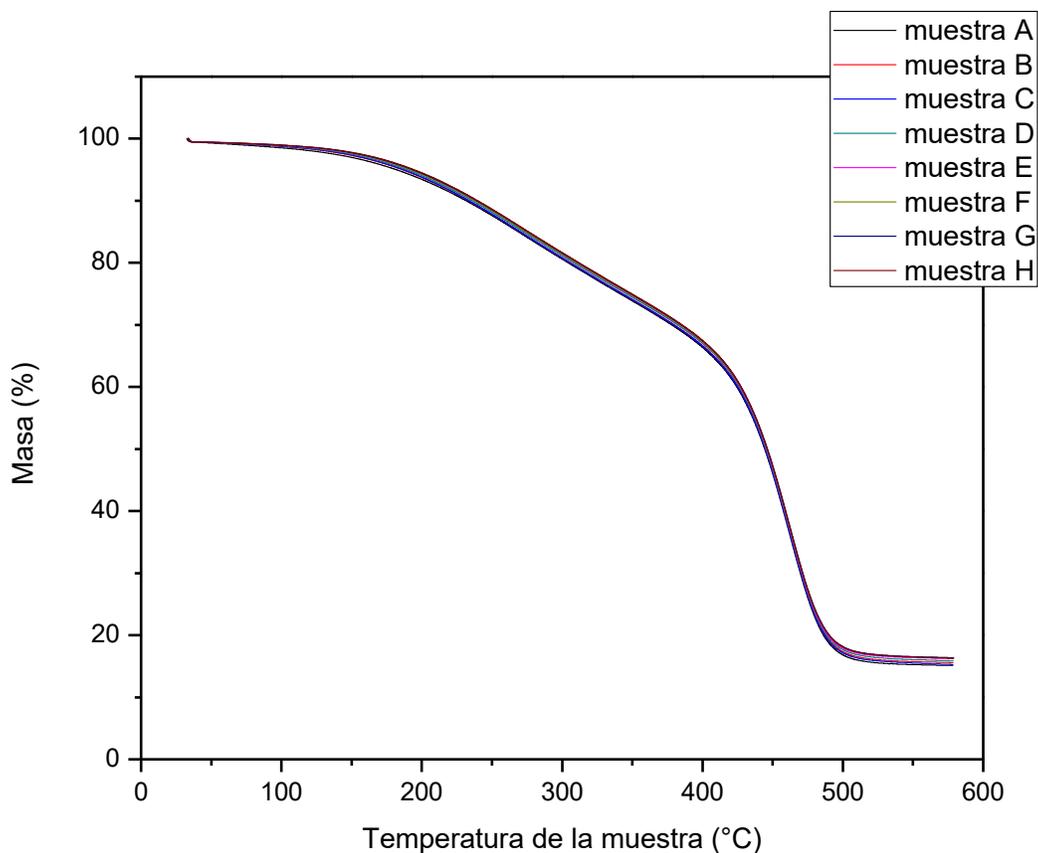


Figura E- 1. Resultados del análisis Termogravimétrico, TGA para el análisis de sensibilidad del experimento.

Se puede observar que las 8 muestras presentan una tendencia similar desde el inicio, cuando se pierde al rededor del 95% de la masa, las curvas comienzan a separarse ligeramente, pero cuando se pierde cerca del 60% de la masa, las curvas vuelven a comportarse de manera uniforme y solamente al final, se vuelven a separar levemente. Estos cambios se deben a la ligera diferencia entre las masas de las muestras.

Fue necesario realizar un análisis en todos los datos experimentales para conocer la validez de los datos que se obtuvieron con el equipo de termogravimetría. Aunque

La precisión del equipo indica la desviación de la lectura desde un dato de entrada y también, su capacidad para reproducir una lectura determinada con una precisión dada. En la **Tabla E- 1** se muestra la precisión de la temperatura del equipo de Termogravimetría, DSC-TGA para realizar los experimentos correspondientes.

Tabla E- 1. Precisión de la medición de temperatura.

| Variables en la precisión del equipo DSC – TGA 3+ | |
|--|------------------|
| Sensibilidad de la temperatura | +/- 0.3 K |
| Precisión de la temperatura | +/- 0.2 K |
| Tasa de calentamiento | 0.02 a 250 K/min |
| Precisión del % de masa pérdida | +/- 0.921 |