

**METODOLOGÍA PARA LA DETERMINACIÓN DE PROPIEDADES
DE CRUDOS LIVIANOS, IMPLEMENTANDO ANÁLISIS
REOLÓGICOS COMO ALTERNATIVAS A LAS NORMAS ASTM Y
DSC.**

**CAMILO ANDRÉS SÁNCHEZ LEMUS
OMAR ISNARDO VESGA BUENAHORA**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIALDE SANTANDER
FACULTAD DE FISICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍAQUÍMICA
BUCARAMANGA**

2015

**METODOLOGIA PARA LA DETERMINACIÓN DE PROPIEDADES DE
CRUDOS LIVIANOS, IMPLEMENTANDO ANALISIS REOLOGICOS
COMO ALTERNATIVAS A LAS NORMAS ASTM Y DSC.**

CAMILO ANDRÉS SÁNCHEZ LEMUS

OMAR ISNARDO VESGA BUENAHORA

**Trabajo de grado presentado como requisito para optar por el título de
ingeniero químico.**

DIRECTORES:

ARLEX CHAVES GUERRERO. ING. QUÍMICO, Ph.D.

EMILIANO ARIZA LEÓN. ING. DE PETROLEOS, M.Sc.

UNIVERSIDAD INDUSTRIALDE SANTANDER

FACULTAD DE FISICOQUÍMICAS

ESCUELA DE INGENIERÍAQUÍMICA

BUCARAMANGA

TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	16
1. MARCO TEÓRICO Y ESTADO DEL ARTE	18
2. METODOLOGÍA	21
2.1 SELECCIÓN DEL ESPACIO ENTRE PLATOS (GAP)	22
2.2 PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS DE PRUEBA.	23
2.2.1. TEMPERATURA DE CRISTALIZACIÓN.	24
2.2.2. PUNTO DE GEL.	25
2.2.3. PUNTO DE FLUIDEZ.	25
3. RESULTADOS y ANÁLISIS	29
3.1 TEMPERATURA DE CRISTALIZACIÓN.	29
3.2 PUNTO DE GEL.	31
3.3 PUNTO DE FLUIDEZ.	32
3.4 EFECTO EN LAS PROPIEDADES POR REUTILIZACIÓN DE LAS MUESTRAS.	34
3.5 CUADRO COMPARATIVO CON LAS NORMAS ESTANDARIZADAS.	37
4. CONCLUSIONES.	38
5. RECOMENDACIONES.	39
BIBLIOGRAFÍA	40
ANEXOS	¡Error! Marcador no definido.

LISTA DE FIGURAS.

- Figura 1.** Metodología del estudio. ¡Error! Marcador no definido.
- Figura 2.** Viscosidad en función de la temperatura a diferentes valores de GAP. ¡Error! Marcador no definido.
- Figura 3.** Obtención del yield stress a una temperatura de 0°C. ¡Error! Marcador no definido.
- Figura 4.** Línea de tendencia del yield stress en función de la temperatura. ¡Error! Marcador no definido.
- Figura 5.** Yield stress obtenido mediante a metodología 2 a 14°C. ¡Error! Marcador no definido.
- Figura 6.** Línea de tendencia de Yield stress en función de la temperatura. ¡Error! Marcador no definido.
- Figura 7.** Puntos de cristalización obtenidos con ensayos reológicos. ¡Error! Marcador no definido.
- Figura 8.** Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 59. ¡Error! Marcador no definido.
- Figura 9.** Reutilización de las muestras para el cálculo de la T. de cristalización. ¡Error! Marcador no definido.
- Figura 10.** Reutilización de la muestra para el cálculo de la T. de gel. ¡Error! Marcador no definido.

LISTA DE TABLAS.

Tabla 1. Condiciones de operación para determinar punto de cristalización.	24
Tabla 2. Temperatura de cristalización obtenida por pruebas reológicas.	30
Tabla 3. Comparación de resultados mediante el reómetro con los arrojados por DSC.	30
Tabla 4. Resultados obtenidos para el punto de gel.	32
Tabla 5. Comparación de los resultados obtenidos por las dos metodologías con las dadas por ASTM.	33
Tabla 6. Temperatura de cristalización con reutilización de las muestras.	34
Tabla 7. Temperatura de cristalización reutilizando las muestras comparada con la determinada por DSC.	35
Tabla 8. Temperatura de gel calculada reutilizando la muestra.	35
Tabla 9. Comparación de la temperatura de gel con y sin reutilizar la muestra.	36
Tabla 10. Cuadro comparativo.	37

LISTA DE ANEXOS

ANEXO A. Gráficas para el cálculo de temperatura de cristalización	41
Figura A 1. Rampa de enfriamiento para el colorado 25 prueba 1.	42
Figura A 2. Rampa de enfriamiento para el colorado 25 prueba 2	42
Figura A 3. Rampa de enfriamiento para el colorado 25 prueba 3.	43
Figura A 4. Rampa de enfriamiento para el colorado 25 prueba 4	43
Figura A 5 Rampa de enfriamiento para el colorado 55 prueba 1.	44
Figura A 6. Rampa de enfriamiento para el colorado 55 prueba 2	44
Figura A 7. Rampa de enfriamiento para el colorado 55 prueba 3.	45
Figura A 8. Rampa de enfriamiento para el colorado 55 prueba 4.	45
Figura A 9. Rampa de enfriamiento para el colorado 59 prueba 1.	46
Figura A 10. Rampa de enfriamiento para el colorado 59 prueba 2.	46
Figura A 11 Rampa de enfriamiento para el colorado 59 prueba 3.	47
Figura A 12. Rampa de enfriamiento para el colorado 59 prueba 4.	47
Figura A 13. Rampa de enfriamiento para el colorado 76 prueba 1.	48
Figura A 14. Rampa de enfriamiento para el colorado 76 prueba 2.	48
Figura A 15. Rampa de enfriamiento para el colorado 76 prueba 3.	49
Figura A 16. Rampa de enfriamiento para el colorado 76 prueba 4.	49
ANEXO B. Gráficas para el cálculo del punto de gel.	49

Figura B 1. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 25 prueba 1.	50
Figura B 2. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 25 prueba 2.	50
Figura B 3. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 25 prueba 3.	51
Figura B 4. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 25 prueba 3.	51
Figura B 5. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 55 prueba1.	52
Figura B 6. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 55 prueba2.	52
Figura B 7. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 55 prueba 3.	53
Figura B 8. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 55 prueba 4.	53
Figura B 9. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 59 prueba1.	54
Figura B 10. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 59 prueba 2.	54
Figura B 11. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 59 prueba 3.	55

Figura B 12. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 59 prueba 4.	55
Figura B 13. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 76 prueba 1.	56
Figura B 14. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 76 prueba 2.	56
Figura B 15. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 76 prueba 3.	57
Figura B 16. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 76 prueba 4	57

ANEXO C. Gráficas para el cálculo del punto de fluidez metodología 1.

Figura C 1. Yield stress para T -4 °C	58
Figura C 2. Yield stress para T -9°C	58
Figura C 3. Yield stress para T -14°C	58
Figura C 4. Línea de tenencia del yield stress en función de la temperatura.	59
Figura C 5. Yield stress para una temperatura de 35°C.	59
Figura C 6. Yield stress para una temperatura de 30°C.	59
Figura C 7. Yield stress para una temperatura de 20°C.	60
Figura C 8. Línea de tendencia del yield stress en función de la temperatura.	60
Figura C 9. Yield stress para una temperatura de 15°C.	60
Figura C 10. Yield stress para una temperatura de 5°C.	61

Figura C 11. Yield stress para una temperatura de 0°C.	61
Figura C 12. Línea de tendencia del yield stress en función de la temperatura.	61
Figura C 13. Yield stress para una temperatura de 10°C.	62
Figura C 14. Yield stress para una temperatura de 5°C.	62
Figura C 15. Yield stress obtenido una temperatura de 0°C.	62
Figura C 16. Línea de tendencia del yied stress en función de la temperatura.	63

ANEXO D. Gráficas para el cálculo del punto de fluidez mediante la metodología 2.

Figura D 1. Yield stress obtenido a una temperatura de -4°C.	63
Figura D 2. Yield stress obtenido a una temperatura de -9°C.	64
Figura D 3. Yield stress obtenido a una temperatura de -14°C.	64
Figura D 4. Línea de tendencia del yield stress en función de la temperatura.	65
Figura D 5. Yield stress obtenido a una temperatura de 20°C.	65
Figura D 6. Yield stress obtenido a una temperatura de 15°C.	66
Figura D 7. Yield stress obtenido a una temperatura de 10°C.	66
Figura D 8. Línea de tendencia del yield stress en función de la temperatura.	67
Figura D 9. Yield stress obtenido para una temperatura de 15°C.	67
Figura D 10. Yield stress obtenido para una temperatura de 12°C.	68
Figura D 11. Yield stress obtenido para una temperatura de 8°C.	68
Figura D 12. Línea de tendencia del yield stress en función de la temperatura.	69

Figura D 13. Yield stress obtenido para una temperatura de 12°C.	69
Figura D 14. Yield stress obtenido para una temperatura de 9°C.	70
Figura D 15. Yield stress obtenido para una temperatura de 6°C.	70
Figura D 16. Línea de tendencia del yield stress en función de la temperatura.	71

RESUMEN

TÍTULO: METODOLOGÍA PARA LA DETERMINACIÓN DE PROPIEDADES DE CRUDOS LIVIANOS, IMPLEMENTANDO ANÁLISIS REOLÓGICOS COMO ALTERNATIVAS A LAS NORMAS ASTM Y DSC.

AUTORES: CAMILO ANDRÉS SÁNCHEZ LEMUS.

OMAR ISNARDO VESGA BUENAHORA.

PALABRAS CLAVE: Temperatura de cristalización, punto de gel, punto de fluidez, parafinas, crudos livianos.

CONTENIDO:

Desde el inicio de la industria petrolera se ha reportado que en el transporte y extracción de crudos, a menudo se presentan problemas de obstrucción de tuberías a causa de la precipitación de ceras o parafinas, debido a la constante modificación en las condiciones de presión y temperatura durante el proceso de extracción; este hecho disminuye el flujo e incluso, en situaciones extremas, puede generar la interrupción de la producción por el taponamiento de la tubería, generando grandes pérdidas económicas para las empresas. Entre las posibles soluciones, para dicha problemática, se encuentran los tratamientos químicos, magnéticos y térmicos, entre otros, que a su vez incrementan de manera significativa los costos de extracción. Teniendo en cuenta el problema antes mencionado, se hace necesario entonces conocer y controlar las condiciones para el flujo óptimo en las tuberías, para evitar así la precipitación de estos compuestos; esto se logra mediante la determinación y el monitoreo de algunas propiedades del crudo, consideradas como indicadores del potencial de precipitación de parafinas, tales como: la temperatura de cristalización, el punto de fluidez y el punto de gelificación. Este trabajo tuvo como objetivo el estudio de la determinación de estas propiedades mediante la implementación de pruebas reológicas como una alternativa a las pruebas ya estandarizadas, como lo son las dadas por las normas ASTM y la técnica DSC; de esta manera se pudo concluir que es viable la aplicación de análisis reológicos para medir propiedades físicas de los crudos, especialmente la temperatura de cristalización.

¹ Trabajo de grado

² Facultad de Ingenierías Físico Químicas. Escuela de Ingeniería Química. Director Arlex Chaves Guerrero, Emiliano Ariza

ABSTRACT

TITLE: METHODOLOGY FOR DETERMINATION OF LIGHT CRUDE PROPERTIES, IMPLEMENTING RHEOLOGICAL ANALYSIS AS ALTERNATIVE STANDARDS ASTM AND DSC.

AUTHORS: CAMILO ANDRÉS SÁNCHEZ LEMUS.

OMAR ISNARDO VESGA BUENAHORA.

KEYWORDS: crystallization temperature, gel point, pour point, paraffin, light crude.

CONTENT:

Since the beginning of the oil industry, it has been reported in the transport and extraction of crude, often clogging problems in pipes occur due to the precipitation of waxes or paraffins, due to the constant change in the conditions of pressure and temperature during the extraction process; This lessens the flow and even, in extreme situations, can generate the interruption of production by clogging the pipe, causing major financial losses for companies. Possible solutions to this problem, include chemical, magnetic and thermal treatments, among others, which in turn significantly increase the costs of extraction. Considering the above problem, then it is necessary to know and control the optimum flow conditions in the pipes in order to avoid precipitation of these compounds; this is achieved by determining and monitoring some crude properties, considered as indicators of potential precipitation of paraffins, such as: the crystallization temperature, the pour point and gelation point. This work aimed to study the determination of these properties through the implementation of rheological tests as an alternative to the already standardized tests, such as those issued by the ASTM and the DSC technical standards; thus it was concluded that it is feasible the application of rheological analysis to measure physical properties of crude oils, especially the crystallization temperature.

³ Degree work

⁴ Faculty of Physical Chemical Engineering. Chemical Engineering School. Directors Arlex Chaves Guerrero, Emiliano Ariza.

INTRODUCCIÓN

En el transporte y extracción de crudos parafínicos regularmente se presentan problemas de obstrucción de tuberías por precipitación de parafinas de alto peso molecular, debido a la modificación en las condiciones de presión y temperatura, lo que genera un cambio en su límite de solubilidad. Este proceso de precipitación disminuye el flujo e incluso en situaciones extremas puede generar la interrupción de la producción por el taponamiento de la tubería, generando pérdidas económicas a las empresas. Un ejemplo de este problema es el campo petrolero Lasmó en el Reino Unido, el cual tuvo que ser abandonado debido a problemas de taponamiento de parafina recurrentes con un costo de más de 100 millones de dólares [14]. A nivel nacional, se ha presentado una situación similar en el Campo Colorado, ubicado en la cuenca del Magdalena Medio, lo que ha generado la necesidad de recurrir a costosos tratamientos y en casos extremos al abandono de pozos [5].

Esta problemática ha sido tratada a través del uso de diferentes tipos de tratamiento para prevenir la precipitación de parafinas como son los químicos, térmicos, magnéticos y eléctricos los cuales presentan sus respectivas ventajas y desventajas. La efectividad de estos es determinada de manera indirecta a través del monitoreo del cambio en propiedades del crudo consideradas como indicadoras del potencial de precipitación de parafinas tales como: el punto de cristalización, el punto de fluidez y el punto de gelificación. Las dos primeras pruebas han sido estandarizadas por la “*American Society for Testing Materials*” en sus normas ASTM D2500 y ASTM-97 [9]; mientras la tercera está siendo usada de manera más reciente en la comunidad del petróleo como una medida más conveniente de la precipitación de parafinas bajo condiciones dinámicas (de flujo) por lo que aún no se encuentra estandarizada. Este tipo de pruebas, especialmente la del punto de fluidez, resulta muy apreciativa y su nivel de exactitud depende de la objetividad del personal que la realice.

Dada la importancia de estas propiedades se hace necesario garantizar la confiabilidad en los resultados, por tal razón, este trabajo tuvo como objetivo estudiar la viabilidad de determinar estas propiedades a través de pruebas reológicas; como una alternativa a las pruebas estandarizadas de temperatura de cristalización, punto de gel y punto de fluidez, en crudos livianos. Para alcanzar este objetivo, se evaluó el efecto de la preparación de las muestras, de las rampas de enfriamiento, espaciamiento entre platos y el valor de las propiedades al reutilizar las muestras. Por último, con el fin de evaluar la repetibilidad y precisión de la metodología aquí planteada, los resultados de temperatura de cristalización y punto de fluidez obtenidos mediante las pruebas reológicas se compararon con los datos determinadas bajo normas ASTM y la técnica DSC facilitados por el Ingeniero *Emiliano Ariza León*, los cuales fueron obtenidos dentro de su investigación sobre *el problema de precipitación de parafinas del Campo Colorado*.

1. MARCO TEÓRICO Y ESTADO DEL ARTE

El petróleo es una mezcla compleja de hidrocarburos que contienen diferentes grupos funcionales tales como parafinas, compuestos aromáticos, naftenos, resinas y asfáltenos. Entre estos grupos, de alto peso molecular, las parafinas (ceras) y asfáltenos, son los principales responsables de los diversos problemas encontrados durante el transporte y el procesamiento de estos fluidos. Dependiendo de la fracción relativa de dichos compuestos, un crudo se puede clasificar como parafínico, aromático o asfáltico. Generalmente a temperaturas de depósito entre 70-150°C, la solubilidad de estos compuestos es suficientemente alta para mantener las ceras totalmente disueltas en la mezcla, por lo que el crudo se comporta como un fluido newtoniano con una viscosidad relativamente baja. Una vez que el petróleo asciende desde el yacimiento su temperatura comienza a caer hasta una temperatura aproximada a la del ambiente causando que la solubilidad de las parafinas disminuya. Por lo tanto, los cristales de cera depositados empiezan a formar redes de cristales estables a bajas temperaturas [12]. La temperatura a la cual se evidencian los primeros cristales de cera se conoce como punto de cristalización y puede ser identificada por un aumento en la viscosidad del crudo y por el cambio en el comportamiento reológico del fluido que pasa a un comportamiento no newtoniano [10].

La cristalización de parafinas conduce a la formación de geles con una morfología muy compleja, lo que ocasiona un fenómeno denominado gelificación del crudo, el cual es ocasionado por la interacción de los cristales de parafina que se entrelazan formando redes cristalinas que encapsulan el líquido e imparten propiedades mecánicas de sólido al fluido, dando como resultado un cambio gradual de comportamiento de fluido newtoniano a comportamiento viscoelástico [10]. Algunos investigadores describen este proceso en tres etapas: precipitación de la cera, gelificación y deposición de cera. El gel es definido como un sistema homogéneo en el cual el líquido no se puede distinguir de los sólidos disueltos en este [1]. En

algunos estudios sobre combustibles destilados muestran que sólo se requiere el 2% de parafina precipitada para gelificar el crudo [12]. La caracterización de fluidos viscoelásticos, como crudos con ceras suspendidas, puede ser realizada mediante pruebas reológicas clasificadas como oscilatorias; estas consisten en someter el fluido a un esfuerzo de cizalla oscilatorio, en el cual se presenta una respuesta en fase y otra fuera de fase en la velocidad de deformación del fluido, las cuales son representadas mediante el módulo de pérdida (G''); y el módulo de almacenamiento (G').

El módulo de pérdida indica la capacidad del material para la disipación de la energía suministrada mecánicamente al sistema, es decir, caracteriza el comportamiento del fluido como líquido. El módulo de almacenamiento, indica la capacidad del material para restablecer la energía suministrada mecánicamente al sistema, en otras palabras, la rigidez del material, determinando la tendencia al comportamiento elástico del fluido [13]. Como se mencionó anteriormente, a temperaturas por encima del punto de cristalización, el crudo es totalmente líquido y presenta un comportamiento newtoniano con viscosidades relativamente bajas, por lo cual, a estas temperaturas, G'' presenta valores mucho mayores que el G' . Por el contrario, al descender la temperatura a valores por debajo del punto de cristalización, se favorece la precipitación de parafinas, causando un aumento en el valor del módulo de almacenamiento, hasta sobrepasar los valores del módulo de pérdida ($G' > G''$), lo que indica que el comportamiento elástico del fluido empieza a predominar [7].

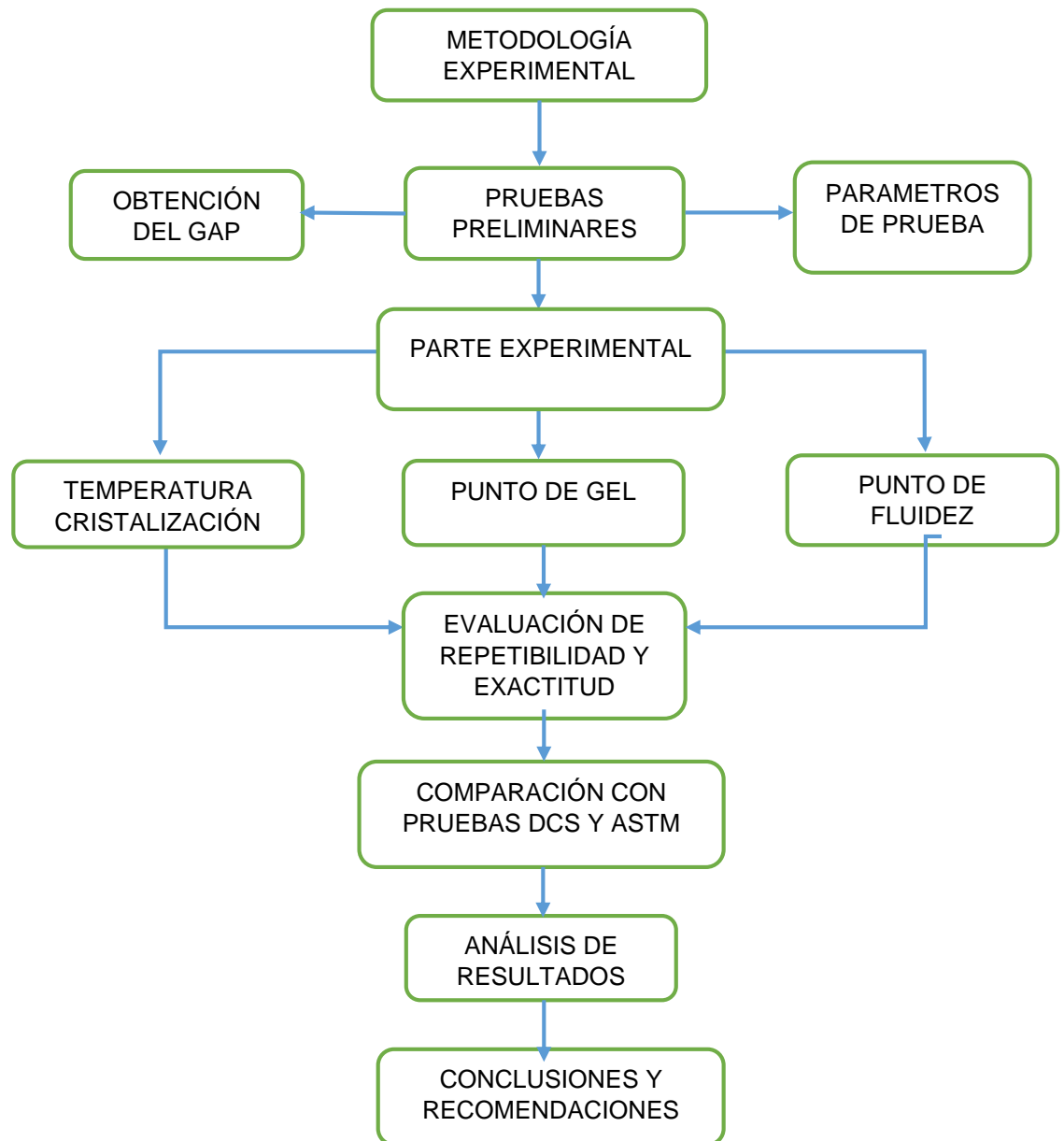
Debido a las variaciones en los valores de los módulos, existe un punto en el cual los módulos se interceptan ($G' = G''$), el cual se conoce como punto de gel y puede ser visualizado y determinado al realizar una gráfica de los módulos en función de la temperatura [11]. A temperaturas por debajo del punto de gel, el comportamiento del fluido complejo se empieza a asemejar más al de un sólido que al de un líquido, debido al aumento en la precipitación de parafinas, requiriendo un esfuerzo mucho mayor para que el crudo fluya [15]. La temperatura a la cual bajo condiciones

estáticas éste deja de fluir se conoce como punto de fluidez y corresponde a una fase de transición en la que el crudo pasa de ser un fluido en dispersión a un crudo-cera-gel [10], se puede estimar reológicamente como la temperatura a la cual el esfuerzo de cedencia o *yield stress*, esfuerzo mínimo necesario para producir un flujo de cizallamiento [3], es cero [9]. Poder caracterizar y entender este punto se hace necesario, ya que facilita el cálculo de las condiciones de bombeo y dimensionamiento, ayudando a generar opciones de prevención y mejora en los procesos [4].

2. METODOLOGÍA

En la Figura 1, se muestra un diagrama de flujo que esquematiza la metodología del estudio realizado:

Figura 1. Metodología del estudio.



A partir de la revisión del estado del arte se determinaron los posibles ensayos reológicos necesarios para evaluar: temperatura de cristalización, punto de gel y punto de fluidez, así como el procedimiento para la preparación de las muestras. Los ensayos se realizaron a cuatro crudos parafínicos, provenientes de los pozos Col-25, Col-55, Col-59, Col-76 del Campo Escuela Colorado.

A estos crudos se les realizó un pretratamiento el cual consistió en calentar la muestra a 50°C durante 3 horas y luego a 60°C durante una hora; esto se hace con el fin de obtener estabilidad en la composición química de la muestra y garantizar la repetibilidad de las pruebas: la muestra puede contener compuestos volátiles que interfieren en los resultados de las mediciones [6].

Una vez se realizó la preparación de las muestras, a partir de la literatura se definieron los ensayos reológicos requeridos como curvas de flujo, ensayos oscilatorios o rotacionales. El equipo usado en la realización de este estudio fue un reómetro Anton Paar modelo MCR-302, utilizando una geometría de platos paralelos de 50 mm de diámetro, el cual cuenta con un control de temperatura tipo Peltier, así como un software Rheoplus® que permite la programación de secuencias de ensayos reológicos que implican métodos oscilatorios o rotacionales a diferentes rampas de calentamiento y enfriamiento.

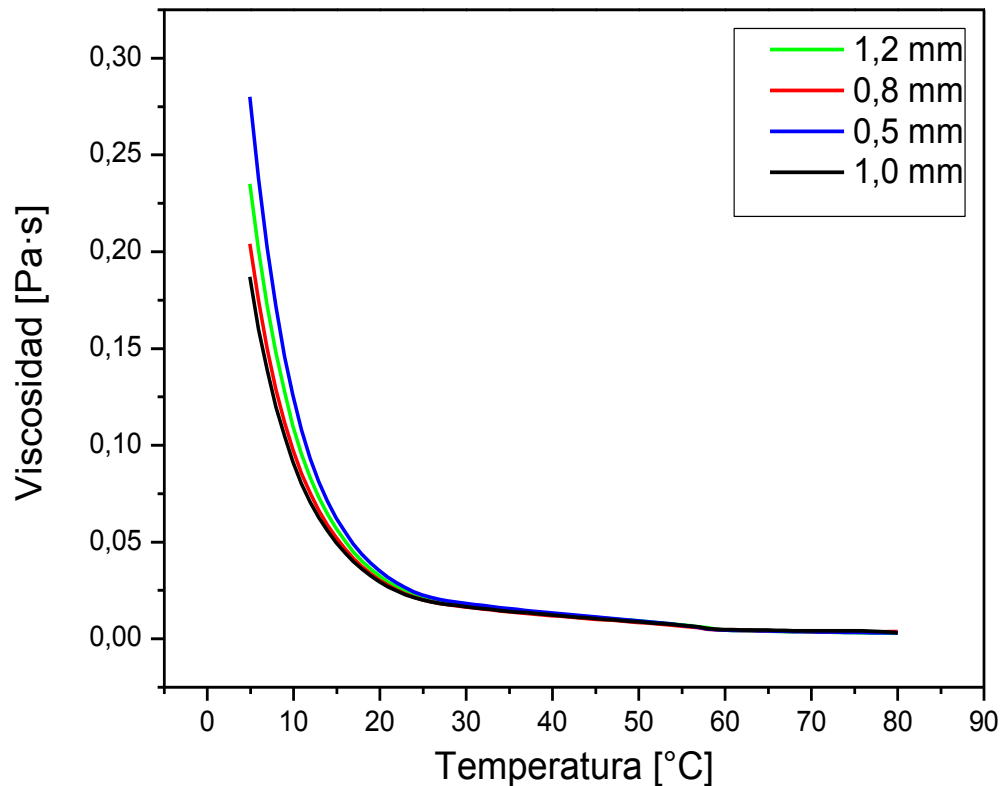
Se determinó la repetibilidad de las pruebas por ensayos reológicos, mediante el cálculo de la desviación estándar, y posteriormente se compararon con los valores obtenidos para punto de fluidez con la norma ASTM D97-12 y para la temperatura de cristalización por la ASTM D4419-90(2010) realizando el cálculo del porcentaje de error.

2.1 SELECCIÓN DEL ESPACIO ENTRE PLATOS (GAP)

La distancia entre las placas (GAP) del sistema de medición, debe ser por lo menos 10 veces mayor que el tamaño de los cristales de cera que se forman en el crudo [6]. Debido a que no se conoce el tamaño de los cristales formados, se realizaron rampas de enfriamiento en curvas de viscosidad contra temperatura variando el

GAP entre 0,5 y 1,2 mm. Como se puede observar de la Figura 2, las curvas de viscosidad versus temperatura se superponen para valores del Gap mayores 0,8 mm. Esto indica que valores inferiores de este parámetro afectarían estas curvas, por lo cual se seleccionó el valor de 1 mm para llevar a cabo las pruebas en este estudio. Esto indica que el tamaño de los cristales que se precipitan en estos crudos teniendo en cuenta lo reportado en la literatura por *Marchesini* [6] es de aproximadamente de 0,1mm.

Figura 2. Viscosidad en función de la temperatura a diferentes valores de GAP.



2.2 PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS DE PRUEBA.

Se fijó una temperatura de 30°C en el peltier para precalentar el plato inferior del reómetro donde se colocaron las muestras, posteriormente, a fin de garantizar que

las parafinas estuvieran disueltas, se incrementó a una temperatura de 70°C para los crudos colorado 25, 59 y 76 y de 80°C para el crudo Col 55, ya que en una prueba anterior este presentó cambios alrededor de los 60°C los cuales no se evidenciaron claramente cuando la temperatura de inicio de la rampa fue de 70°C. Una vez se alcanzó esta temperatura, se mantuvo durante 20 minutos para garantizar una estabilidad térmica de la muestra. Las condiciones de prueba se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1. Condiciones de operación para determinar punto de cristalización.

CRUDO	TEMPERATURA INICIAL [°C]	VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN [s ⁻¹]	VELOCIDAD DE ENFRIAMIENTO [°C/min]
COL-25; COL-59 COL-76	70	50	1
COL-55	80	50	1

2.2.1. TEMPERATURA DE CRISTALIZACIÓN: Para determinar el valor de temperatura del punto de cristalización de los crudos estudiados, se realizaron pruebas rotacionales en las cuales se obtienen curvas de viscosidad contra temperatura (η vs T) mediante las cuales se puede evaluar el comportamiento reológico del fluido [6] [14]. Para esto se utilizó una secuencia incluida en el software Rheoplus® llamada “*temperature ramp: constant shear: cloud and pour-point*”. Este consiste en realizar graficas de viscosidad versus temperatura a una razón de deformación constante, permitiendo obtener el punto de cristalización como la temperatura a la cual se observa un incremento pronunciado en la pendiente de la curva. Esto ocurre debido a la formación de cristales de cera en el crudo, lo que ocasiona un aumento en la viscosidad del fluido [10] [6].

2.2.2. PUNTO DE GEL: Para determinar la temperatura del punto de gel se realizaron pruebas oscilatorias mediante las cuales se midió la variación de los módulos de almacenamiento y pérdida, con el fin de encontrar el punto de intercepción de estos. Para esto se utilizó la secuencia “*temperature ramp: crystallization and Melting of paraffin wax (PP50)*” del software Rheoplus®. Esta mide y grafica las variaciones en los módulos de almacenamiento y pérdida al aplicar una rampa de enfriamiento y realizar movimientos oscilatorios manteniendo una baja frecuencia y amplitud ($f = 0,1 \text{ Hz}$ $\tau = 0,1 \text{ Pa}$), con el fin de evitar el rompimiento de los cristales de cera formados [1].

3.2.3. PUNTO DE FLUIDEZ: Para la obtención del punto de fluidez fue necesario determinar el límite elástico (*yield stress*) de los crudos. Para esto, se implementaron dos metodologías descritas en la literatura, con el fin de realizar una comparación de los resultados obtenidos.

Metodología 1 para la determinación del “punto de fluidez”

Inicialmente se elevó la temperatura del crudo hasta 70°C y luego se implementó una rampa de enfriamiento de 1°C/min, hasta una temperatura ligeramente por debajo del punto de gel; temperatura a la cual el crudo permaneció constante por diez minutos para lograr una estabilidad térmica. Luego se aplicó una rampa de esfuerzos de 0.1-10,000 Pa, con una frecuencia de 0,1 Hz. El punto en el cual el módulo de almacenamiento muestra un cambio drástico en la pendiente de la curva es lo que se conoce como límite elástico [13].

Este procedimiento se realizó para cuatro temperaturas eligiendo cada vez, temperaturas diferentes por debajo del punto de gel y se encontró el *yield stress* para cada una de ellas, como se observa en la Figura 3. Luego se realizaron gráficas de *yield stress* en función de las temperaturas a las cuales se obtuvieron con el fin de obtener una tendencia, como se observa en la Figura 4, mediante la cual fuera

posible determinar la temperatura a la cual el *yield stress* se hace cero, que será el punto de fluidez [9].

Figura 3. Obtención del *yield stress* a una temperatura de 0°C.

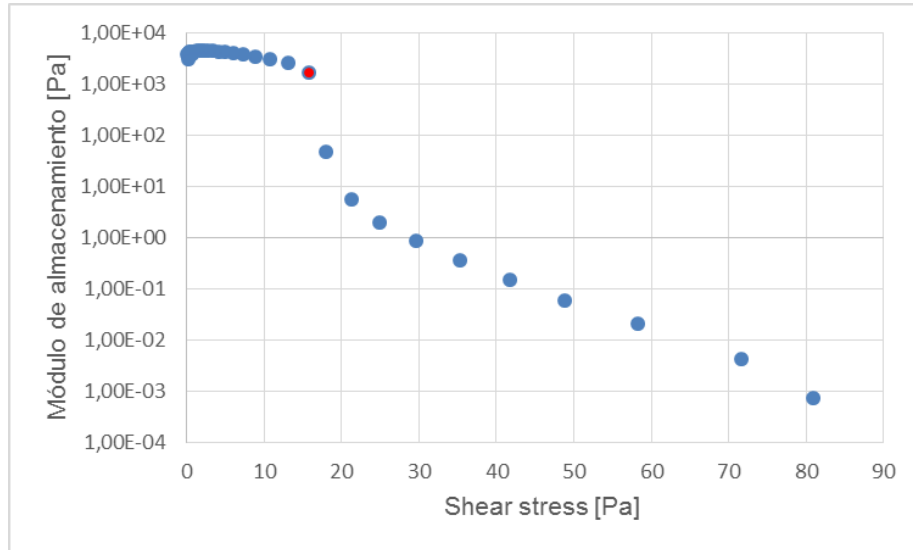
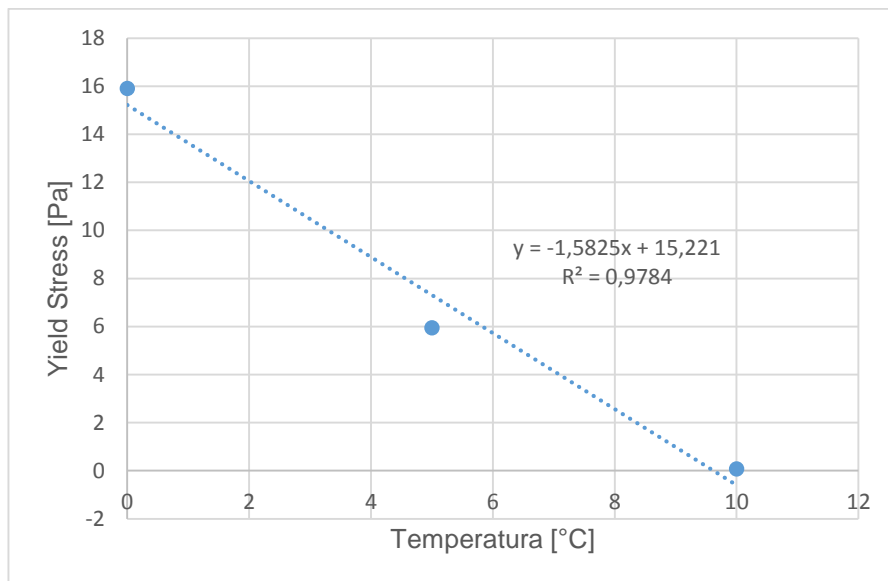


Figura 4. Línea de tendencia del *yield stress* en función de la temperatura.



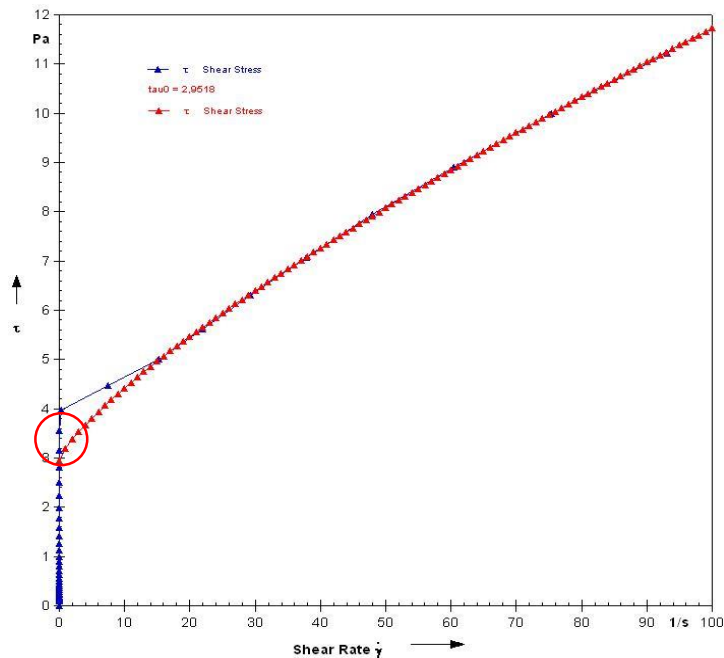
Metodología 2 para determinación el punto de fluidez

Adicionalmente se calculó el *yield stress* mediante una curva de flujo, la cual consiste en realizar una gráfica de esfuerzos versus velocidad de deformación, aplicando una rampa de esfuerzos de 0,01-10000 Pa, en la cual el software Rheoplus® calcula el valor del *yield stress* realizando un ajuste de los datos al modelo matemático de *Herschel-Bulkley*, descrito en la ecuación 1, en esta el τ_0 es el valor del *yield stress*. [8] Como se observa en la Figura 5.

Ecuación 1. Modelo reológico de *Herschel-Bulkley*

$$\tau = \tau_0 + \mu \dot{\gamma}^n.$$

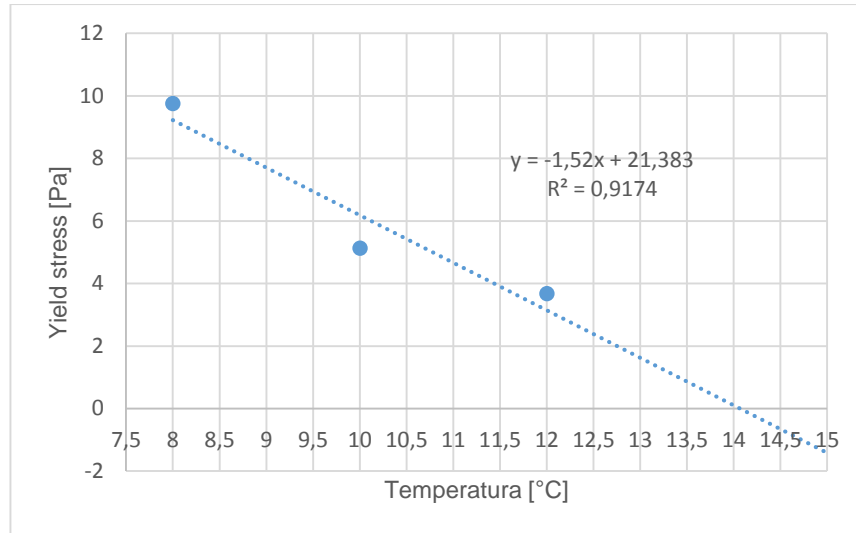
Figura 5. Yield stress obtenido mediante a metodología 2 a 14°C.



Este procedimiento se realizó eligiendo varias temperaturas por debajo del punto de gel a las cuales se obtuvo el valor del *yield stress*. Luego con estos datos, se realizó una curva de *yield stress* en función de la temperatura, la cual a partir de un ajuste

estadístico permite por extrapolación estimar la temperatura a la cual este parámetro se hace cero. Este valor correspondería a la temperatura a la cual el crudo deja de fluir bajo condiciones estáticas o en otras palabras es el punto de fluidez. Este procedimiento es ilustrado en la Figura 6.

Figura 6. Línea de tendencia de Yield stress en función de la temperatura.

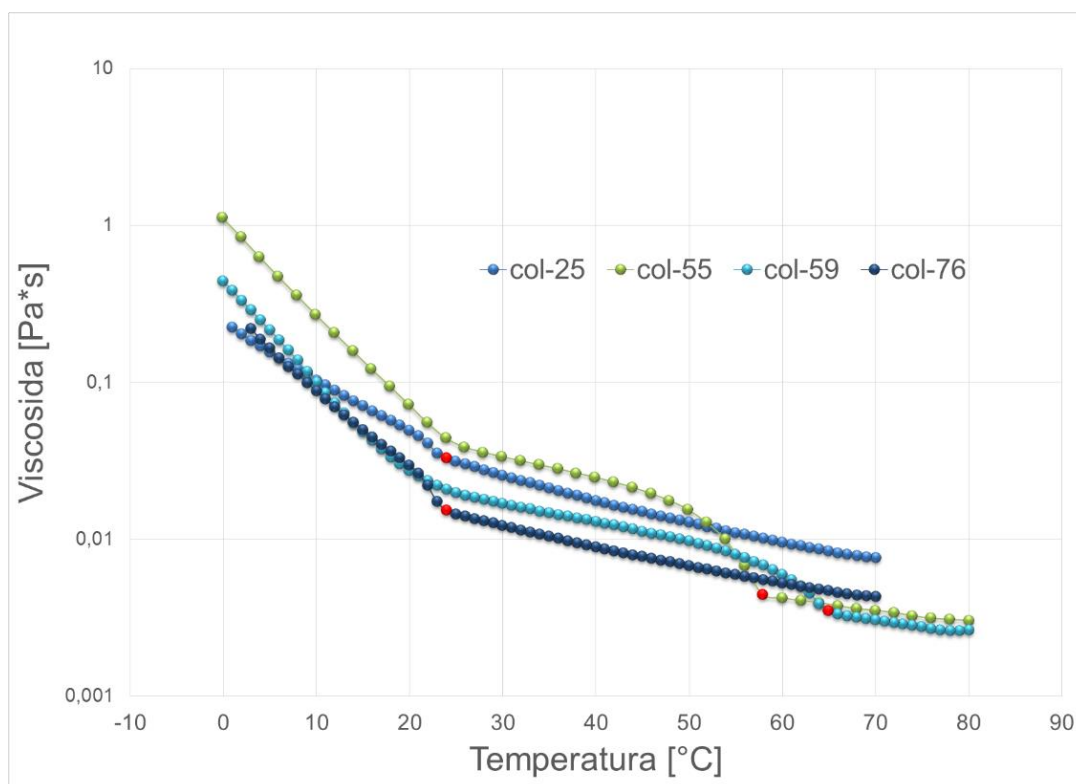


3. RESULTADOS y ANÁLISIS

3.1 TEMPERATURA DE CRISTALIZACIÓN.

Los resultados de las pruebas de viscosidad versus temperatura para los cuatro crudos estudiados se muestran en la Figura 7. Como se mencionó antes el punto de cristalización se tomó como el primer cambio marcado de la pendiente en la curva de viscosidad, los cuales son marcados en la figura con puntos rojos.

Figura 7. Puntos de cristalización obtenidos con ensayos reológicos.



Este procedimiento fue realizado cuatro veces para cada crudo con el fin de determinar la repetibilidad en la medida, de las cuales se calculó la temperatura promedio como el punto de cristalización. Estos resultados se muestran en la tabla 2

Tabla 2. Temperatura de cristalización obtenida mediante las pruebas reológicas.

CRUDO	TEMPERATURA DE CRISTALIZACIÓN [°C]					
	PRUEBA 1	PRUEBA 2	PRUEBA 3	PRUEBA 4	PROMEDIO	DESVIACIÓN
Col-25	23,9	23,8	23,9	23,5	23,8	0,2
Col-55	57,8	57,8	57,8	59,9	58,3	1,1
Col-59	64,9	64,8	64,8	64,8	64,8	0,1
Col-76	23,9	23,9	23,8	23,8	23,9	0,1

Al observar que en las pruebas realizadas con el reómetro se obtiene un máximo de 1°C de desviación, se puede inferir que en las medidas realizadas mediante el uso del reómetro se puede garantizar una alta repetibilidad. La temperatura de cristalización calculada mediante este procedimiento se comparó con la evaluada mediante DSC como se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3. Comparación de resultados mediante el reómetro con los arrojados por DSC.

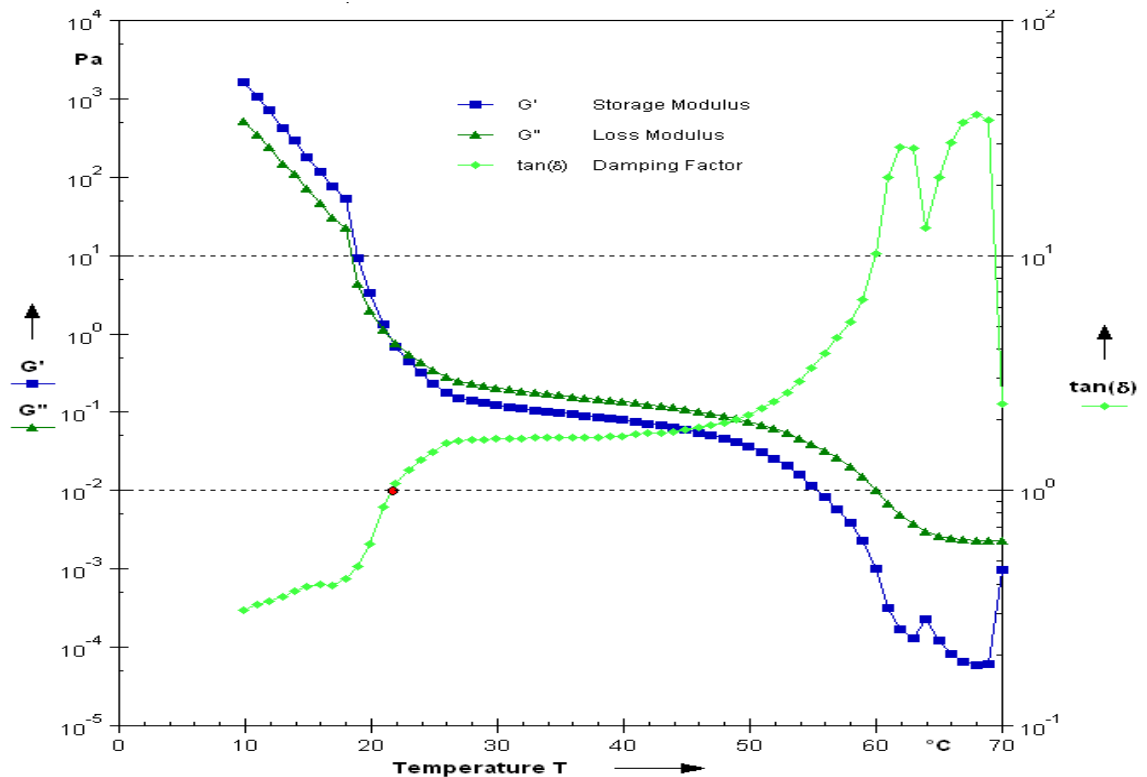
CRUDO	T. cristalización [°C]	T.C. DSC [°C]	DIFERENCIA [°C]	%ERROR
Col-25	23,8	21,0	2,8	13,2
Col-55	58,3	57,0	1,3	2,3
Col-59	64,8	62,0	2,8	4,6
Col-76	23,9	28,0	4,2	14,8

Al comparar los resultados obtenidos por pruebas reológicas con los arrojados por DSC los cuales se tomaron como los valores teóricos para realizar los cálculos correspondientes a porcentaje de error, se hace notorio que los porcentajes de precisión en las pruebas se encuentran por encima del 85%. Teniendo en cuenta que para el caso más desfavorable el error corresponde a 4,15°C (14,8%), se puede asegurar que el método planteado en este trabajo tiene un alto nivel de fiabilidad.

3.2 PUNTO DE GEL.

En el caso del punto de gel, se llevó a cabo el procedimiento especificado anteriormente en la metodología y se obtuvieron las respectivas gráficas para cada uno de los crudos usados. En la Figura 8 se muestra las curvas de los módulos de almacenamiento y pérdida y de tangente pérdida para el crudo Col-59. Las demás figuras pueden ser observadas en el Anexo B.

Figura 8. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 59.



Como se definió anteriormente el punto de gel es aquel en el cual los módulos de almacenamiento y pérdida toman el mismo valor [11]; en la gráfica anteriormente mostrada es posible observar que el módulo de almacenamiento aumenta a medida que desciende la temperatura, hasta tomar valores por encima del módulo de pérdida. Se observa también la tangente de pérdida la cual se define como la

relación entre módulos $\left(\tan\delta = \frac{G''}{G'}\right)$, facilitando la lectura de los resultados obtenidos, ya que el punto de gel será aquel en el cual la tangente de pérdida sea igual a uno. Los resultados obtenidos para cada uno de los crudos se muestran a continuación en la tabla 4:

Tabla 4. Resultados obtenidos para el punto de gel.

CRUDO	PUNTO DE GEL [°C]					
	PRUEBA 1	PRUEBA 2	PRUEBA 3	PRUEBA 4	PROMEDIO	DESVIACIÓN
Col-25	-5,2	-1,3	-3,7	-3,0	-3,3	1,6
Col-55	51,4	49,7	47,4	46,6	48,8	2,2
Col-59	25,7	21,5	18,8	19,3	21,3	3,1
Col-76	18,5	17,8	17,1	17,1	17,6	0,7

Los resultados obtenidos con la metodología planteada en este estudio para el punto de gel, presentan una alta precisión, ya que como es posible observar el dato más alejado presenta una desviación de 3°C, lo cual indica una alta repetibilidad en las medidas realizadas por este método. Para el caso del col-25 se presentan una mayor variación entre los resultados obtenidos, debido probablemente al contenido de cera presente en este y la interacción entre los cristales de formados.

3.3 PUNTO DE FLUIDEZ.

Luego de realizar las dos metodologías planteadas en este estudio para el cálculo del punto de fluidez, se obtuvieron los siguientes resultados, mostrados en la Tabla 5. Las figuras de *yield stress* en función de la temperatura de donde se obtuvieron los resultados de punto de fluidez por las dos metodologías se presenta en el Anexo C.

Tabla 5. Comparación de los resultados obtenidos por las dos metodologías con las dadas por ASTM.

CRUDOS	PUNTO DE FLUIDEZ [°C]			DIFERENCIA [°C]	
	METODOLOGÍA 1	METODOLOGÍA 2	ASTM	METODOLOGÍA 1	METODOLOGÍA 2
COL-25	-1,4	-4,1	9	10,4	13,1
COL-55	32,1	19	9	23,1	10
COL-59	15,2	14,1	15	0,2	0,9
COL-76	10,6	11,9	9	1,6	2,9

Al comparar los resultados obtenidos con los presentados por las normas ASTM, se evidencia que solo se obtienen valores acertados para dos de los crudos, el colorado 59 y 76; ya que, según la norma ASTM-D97 es válido un rango de tolerancia de $\pm 6^{\circ}\text{C}$, lo que permite afirmar que los valores para estos crudos se consideran aceptables con ambas metodologías. Sin embargo para los otros dos crudos (col 25 y 55) los resultados exceden en más del doble el valor de tolerancia aceptado.

En general, los resultados del punto de fluidez determinados, usando el parámetro *yield stress*, no concuerdan con los obtenidos mediante la norma ASTM-D97, debido probablemente a que dicho parámetro es función de varios factores tales como el contenido de ceras parafínicas, del número de carbonos de estas, del tamaño y forma de los cristales formados y de la interacción entre ellos. Los factores que afectan el *yield stress* fueron estudiados por *Bai y Zhang* [2], quienes determinaron que al aumentar el contenido de cera en el crudo mayor es el valor del *yield stress* y a su vez mayor es el esfuerzo necesario para lograr el flujo de este. Por otra parte, en el estudio realizado por *Kyeongseok Oh and Milind Deo* [9], se destaca que adicionalmente el parámetro es sensible a cambios con la historia térmica y de cizalla del crudo. Adicionalmente, es necesario resaltar que en la norma ASTM el punto de fluidez se obtiene bajo condiciones estáticas, en las cuales la muestra se solidifica sin la aplicación de ningún esfuerzo, caso contrario a lo que ocurre en las dos metodologías usadas en este estudio, en las cuales las pruebas se realizan bajo condiciones dinámicas, es decir la muestra es sometida a esfuerzo de corte durante

el enfriamiento.

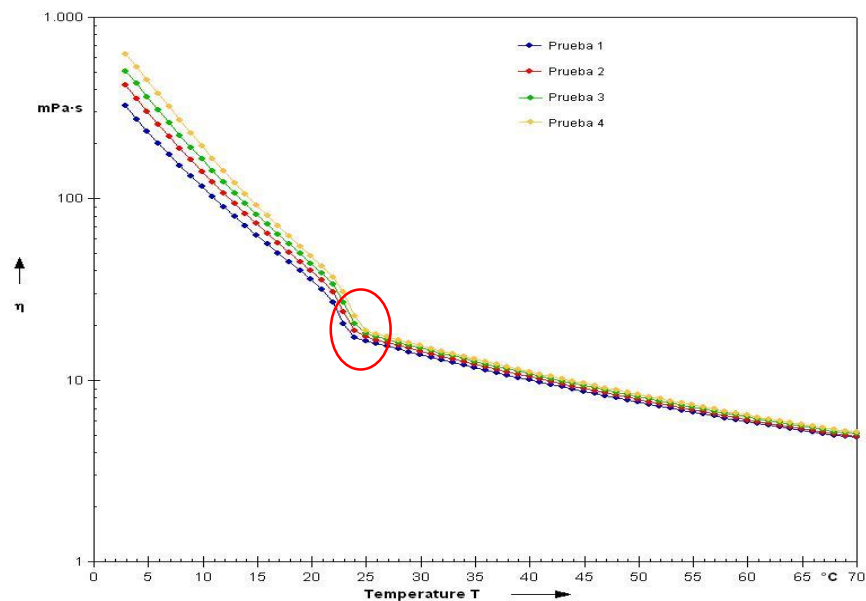
3.4 EFECTO EN LAS PROPIEDADES POR REUTILIZACIÓN DE LAS MUESTRAS.

En uno de los objetivos planteados en este estudio, se propuso analizar el efecto del reúso de las muestras de los crudos sobre las propiedades de punto de cristalización y el punto de gel. Este análisis se realizó en los crudos col-55 y col-76, cuyos resultados son reportados en la Tablas 6 y 7:

Tabla 6. Temperatura de cristalización con reutilización de las muestras.

CRUDO	TEMPERATURA DE CRISTALIZACIÓN REUTILIZANDO LA MUESTRA [°C]					
	PRUEBA 1	PRUEBA 2	PRUEBA 3	PRUEBA 4	PROMEDIO	DESVIACIÓN
Col-55	59,9	59,9	60,9	61,9	60,7	1,0
Col-76	23,9	24,9	24,9	24,9	24,7	0,5

Figura 9. Reutilización de las muestras para el cálculo de la T. de cristalización.



El valor de la temperatura de cristalización, utilizando la misma muestra, fue tomado como la temperatura promedio entre las cuatro pruebas; también se calculó la desviación estándar, mediante la cual es posible observar que la repetibilidad obtenida es buena ya que las medidas difieren en menos de 1°C. Sin embargo se observa un leve aumento en el valor de la temperatura de cristalización, lo cual puede ser debido a que los cristales formados no se disuelven totalmente al calentar de nuevo la muestra o porque se pierden alcanos livianos durante el proceso. La temperatura hallada con estas pruebas se comparó con los resultados de las pruebas ASTM y del método planteado en este estudio, con el fin de evaluar la precisión al reutilizar las muestras, esto se muestra en la tabla 7.

Tabla 7. Temperatura de cristalización reutilizando las muestras comparada con la determinada por DSC.

CRUDO	T. DE CRISTALIZACIÓN [°C]		%ERROR
	REUTILIACIÓN	DSC	
Col-55	60,7	57,0	6,5
Col-76	24,7	28,0	11,9

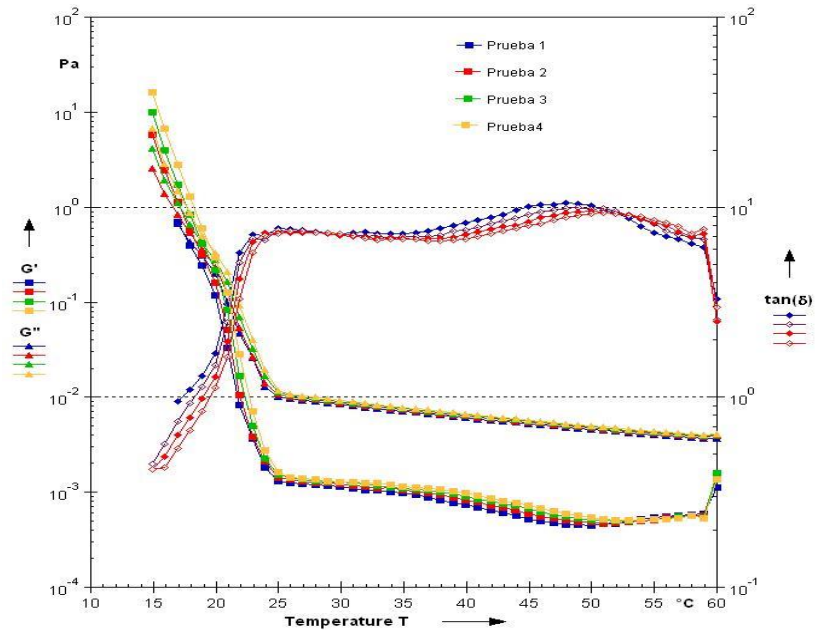
En este caso se obtuvo una precisión del 88,1%, lo que indica que al reutilizar las muestras se obtienen valores aceptables del punto de cristalización, sin embargo se recomienda reutilizar las muestras solo en el caso de no contar con suficiente muestra, pero no reutilizarla más de 3 veces, ya que a partir de la tercera vez que se realiza la prueba hay un ligero aumento en el valor obtenido.

También se calculó la temperatura de gel para los crudos col-55 y col-76, reutilizando las muestras, los resultados se muestran en la Tablas 8 y 9:

Tabla 8. Temperatura de gel calculada reutilizando la muestra.

CRUDO	TEMPERATURA DE GEL REUTILIZANDO LA MUESTRA [°C]					
	PRUEBA 1	PRUEBA 2	PRUEBA 3	PRUEBA 4	PROMEDIO	DESVIACIÓN
col-55	49,7	49,9	52,5	54,1	51,6	2,1
col-76	17,3	18,3	19,0	19,5	18,5	1,0

Figura 10. Reutilización de la muestra para el cálculo de la T. de gel.



Se calculó el promedio de los resultados obtenidos y se consideró como la temperatura de gel, adicionalmente al calcular la desviación de las medidas realizadas solo se obtiene una variación de $\pm 2^{\circ}\text{C}$, lo que indica una alta repetibilidad en las pruebas realizadas.

Debido a que no se cuenta con un parámetro de comparación para la temperatura de gel se decidió comparar estos resultados con los calculados por medio de la metodología planteada inicialmente en este estudio, los resultados se muestran en la tabla 10:

Tabla 9. Comparación de la temperatura de gel con y sin reutilizar la muestra.

CRUDO	TEMPERATURA DE GEL [$^{\circ}\text{C}$]		%ERROR
	REUTILIZACIÓN	PROMEDIO DEL ESTUDIO	
Col-55	51,6	48,8	5,7
Col-76	18,5	17,6	4,9

Tomando el valor de la temperatura de gel calculado sin reuso como referencia, se

logra un 94% de precisión en la medida al reutilizar las muestras, lo cual indica que es aceptable el reúso de estas para calcular esta temperatura, pero utilizarlas no más de tres veces como se sugirió para la temperatura de cristalización.

3.5 CUADRO COMPARATIVO CON LAS NORMAS ESTANDARIZADAS.

En la Tabla 10 se muestran ventajas y desventajas de la metodología planteada en este estudio y las normas estandarizadas, con el fin de tener un mejor entendimiento de los métodos y saber cuáles están más cercanos a la realidad.

Tabla 10. Cuadro comparativo.

METODOLOGÍA	VENTAJAS	DESVENTAJAS
Estudio	El escenario dinámico en el que se realizan las pruebas está más acorde a las condiciones reales de extracción de los crudos.	Debido a la sensibilidad del equipo, se requiere una caracterización más amplia de los crudos, para poder dar una interpretación más adecuada.
	Las mediciones son más exactas ya que el equipo esta calibrado para medir propiedades reológicas.	Es poco el conocimiento que se tiene sobre la implementación.
Normas estandarizadas	Son normas estandarizadas, válidas para la aplicación en cualquier fluido.	Las pruebas se realizan en condiciones estáticas, lo que no permite un punto de comparación de las condiciones reales de flujo del crudo.
	Son protocolos fáciles de aplicar.	Depende de factores intrínsecos como la objetividad de quien realiza la prueba

4. CONCLUSIONES.

- Tras el desarrollo de este estudio y la comparación de los resultados obtenidos con los parámetros dados por las normas ASTM y DSC, es posible afirmar, para el caso de temperatura de cristalización, que la metodología, basada en ensayos reológicos, aquí planteada es confiable, ya que se obtuvieron valores de alrededor de 3°C de desviación en las medidas y un error máximo de 14%, lo cual indica un grado de repetibilidad de las pruebas.
- Para el caso de punto de fluidez no es posible afirmar cuál de las metodologías planteadas es confiable o acertada, dado que los resultados obtenidos se pueden considerar válidos solo para dos de los cuatro crudos estudiados, en los cuales se obtuvieron errores del 17,8% y 1,2% para la metodología 1.
- A pesar de que no se cuenta con un parámetro de referencia con el cual comparar los valores del punto de gel obtenidos, los resultados se pueden considerar confiables debido a que mostraron una desviación máxima de 3°C, indicando así un alto valor de repetibilidad; adicionalmente los resultados obtenidos son coherentes con los fundamentos y otros estudios realizados en crudos parafínicos.
- Cuando se tengan limitaciones de cantidad de muestra, es aceptable su reutilización para la determinación de las propiedades reológicas, con base en que se obtuvo una precisión de hasta el 94%.

5. RECOMENDACIONES.

- En el desarrollo de posteriores estudios, se recomienda aplicar las metodologías aquí planteadas a otros crudos, cuyas condiciones de extracción y características sean diferentes a las de los crudos tratados, a fin de poder generalizar su aplicación.
- Para obtener un mejor resultado en el caso del punto de fluidez, que permita comparar y determinar los factores que afectan las mediciones se recomienda realizar una completa caracterización previa de los crudos y sus parafinas mediante técnicas tales como cromatografía, RMN, DRX, microscopía óptica y otras, que permitan determinar el contenido de ceras, tipo de parafinas y su distribución, tamaño y propiedades de los cristales.
- Con el fin de ampliar el conocimiento sobre el comportamiento reológico de sustancias como los crudos, se recomienda plantear nuevas metodologías donde se cambien las condiciones de operación del reómetro y la geometría de la celda utilizada.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] A. Japper-Jaafar, P. Bhaskoro, L. Sean, M. Sariman y H. Nugroho, «Yield stress measurement of gelled waxy crude oil: Gap size requirement,» *Elsevier*, p. 71–82, 2015.
- [2] C. Bai y J. Zhang, «Effect of Carbon Number Distribution of Wax on the Yield Stress of Waxy Oil Gels,» *Industrial & Engineering Chemistry Research*, vol. 52, p. 2732–2739, 2013.
- [3] C. Chang, D. V. Boger y Q. D. Nguyen, «The Yielding of Waxy Crude Oils,» *Ind. Eng. Chem. Res.*, vol. 37, pp. 1551-1559, 1998.
- [4] C. M. S. Sad, V. Lacerda Jr., P. R. Filgueiras, V. S. Rigoni, J. F. P. Bassane, E. V. R. Castro, K. S. Pereira y M. F. P. Santos, «Limitations of the Pour Point Measurement and the Influence of the Oil Composition on Its Detection Using Principal Component Analysis,» *Energy & Fuels*, p. 1686–1691, 2014.
- [5] E. Ariza L, *Determinación del umbral decristalización de las parafinas en el crudo de Campo Colorado.*, Bucaramanga, 2008.
- [6] F. H. Marchesini, A. A. Alicke, P. R. de Souza Mendes y C. M. Ziglio, «Rheological Characterization of Waxy Crude Oils: Sample Preparation,» *Energy & Fuels*, p. 2566–2577, 2012.
- [7] F. Yang, C. Li, C. Li y D. Wang, «Scaling of Structural Characteristics of Gelled Model Waxy Oils,» *Energy & Fuels*, p. 3718–3724, 2013.
- [8] J. F. Tinsley, J. P. Jahnke, H. D. Dettman y R. K. Prud'home, «Waxy Gels with Asphaltenes 1: Characterization of Precipitation, Gelation, Yield Stress, and Morphology,» *Energy & Fuels.*, vol. 23, p. 2056–2064, 2009.
- [9] K. Oh y M. Deo, «Characteristics of Wax Gel Formation in the Presence of Asphaltenes,» *Energy & Fuels*, p. 1289–1293, 2009.
- [10] L. A. Alcazar, J. A. Garcia y E. Buenrostro, «Effect of asphaltenes on equilibrium and rheological properties of waxy model systems.,» *ELSEVIER, Fuel*, pp. 200 - 212, 2012.
- [11] M. Kane, M. Djabourova y J.-L. Volleb, «Rheology and structure of waxy crude oils in quiescent and under shearing conditions,» *Elsevier*, pp. 1591-1605, (2004).
- [12] P. Singh, H. S. Fogler y N. Nagarajan, «Prediction of the wax content of the incipient wax-oil gel in a pipeline: An application of the controlled-stress rheometer,» *Journal of Rheology*, p. 1437, 1999.

- [13] R. Venkatesan, J.-A. Östlund, H. Chawla, P. Wattana, M. Nydén y H. S. Fogler, «The Effect of Asphaltenes on the Gelation of Waxy Oils,» *American Chemical Society, Energy & Fuels*, pp. 1630-1640, 2003.
- [14] R. Venkatesan, P. Singh y H. S. Fogler, «Delineating the Pour Point and Gelation Temperature of Waxy Crude Oils,» *SPE Journal*, vol. 7, 2002.
- [15] S. Sharma, V. Mahto y V. P. Sharma, «Effect of Flow Improvers on Rheological and Microscopic Properties of Indian Waxy Crude Oil,» *Industrial & Engineering Chemistry Research*, p. 4525–4533, 2014.

ANEXOS

ANEXO A. Gráficas para el cálculo de la temperatura de cristalización.

A.1 Colorado 25.

Figura A 1. Rampa de enfriamiento para el colorado 25 prueba 1.

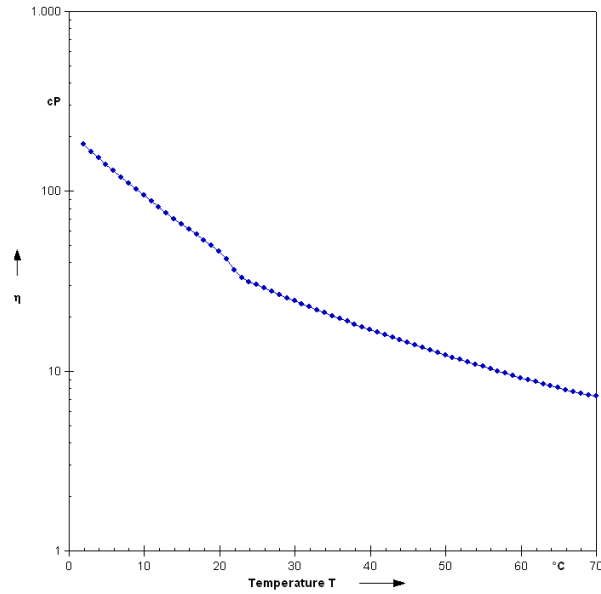


Figura A 2. Rampa de enfriamiento para el colorado 25 prueba 2

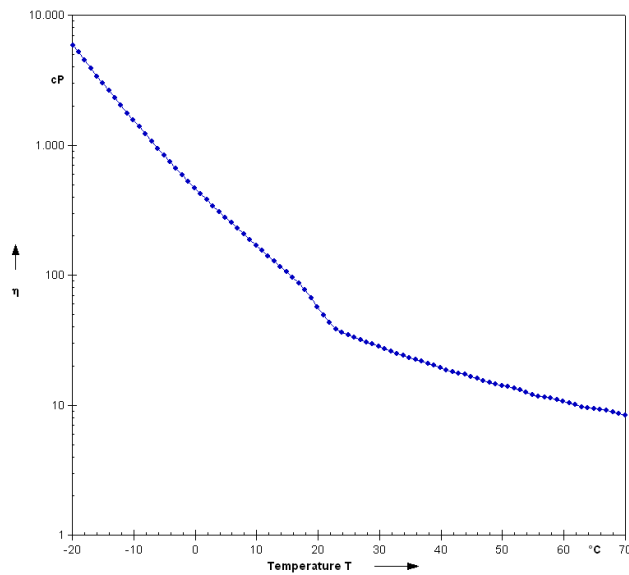


Figura A 3. Rampa de enfriamiento para el colorado 25 prueba 3.

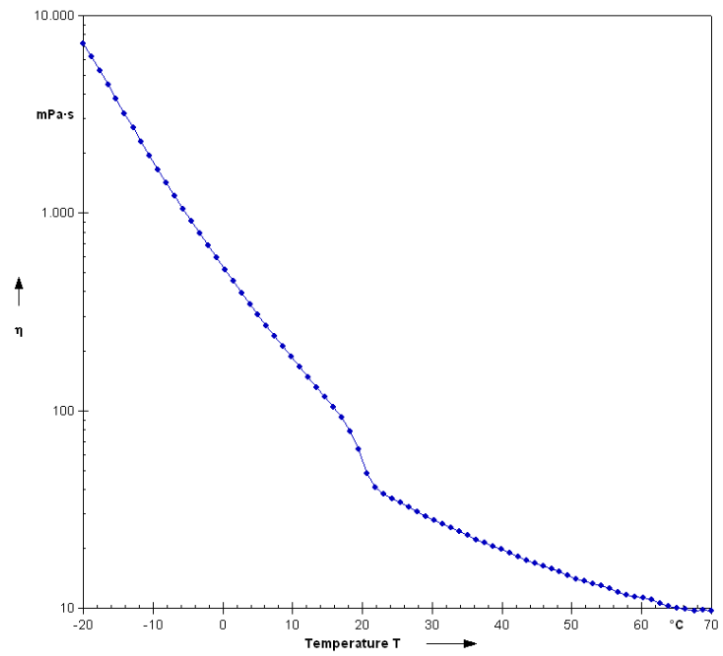
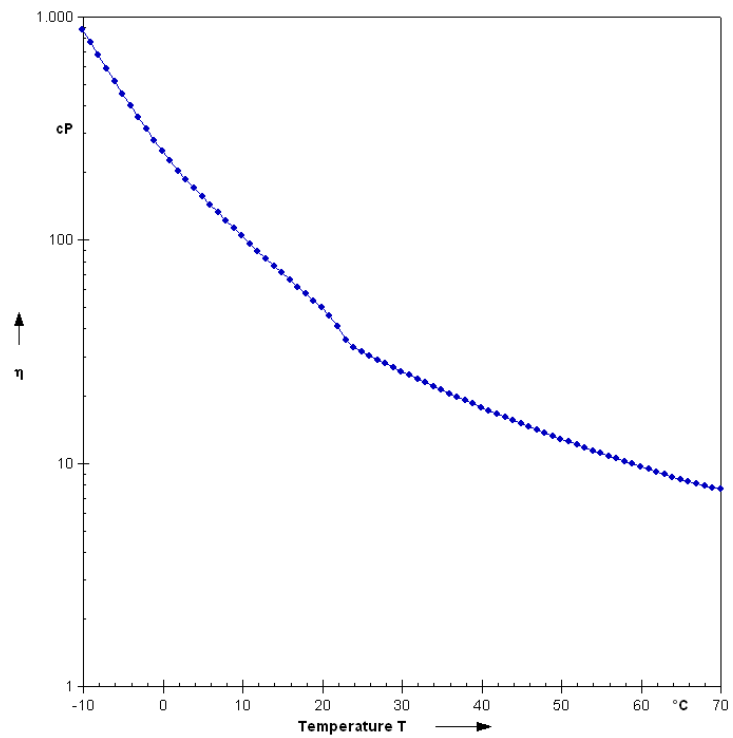


Figura A 4. Rampa de enfriamiento para el colorado 25 prueba 4



A.2 Colorado 55

Figura A 5 Rampa de enfriamiento para el colorado 55 prueba 1.

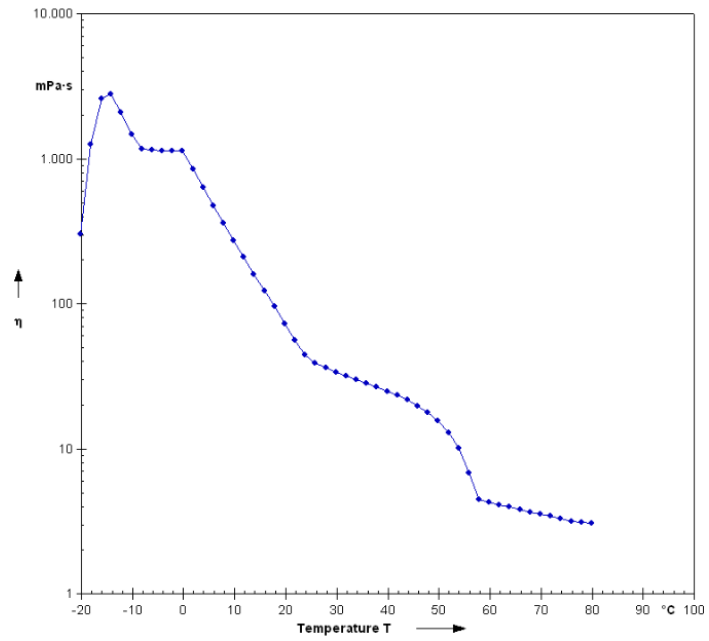


Figura A 6. Rampa de enfriamiento para el colorado 55 prueba 2

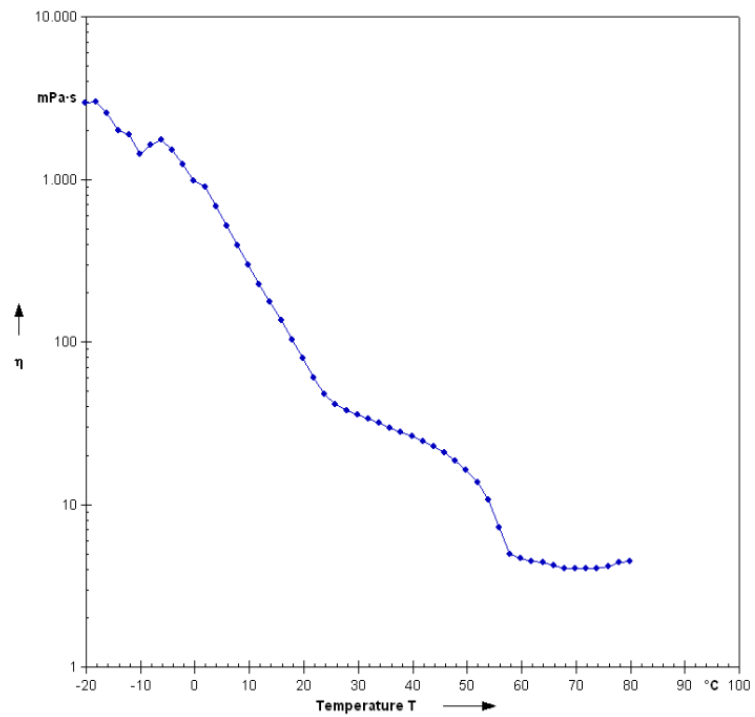


Figura A 7. Rampa de enfriamiento para el colorado 55 prueba 3.

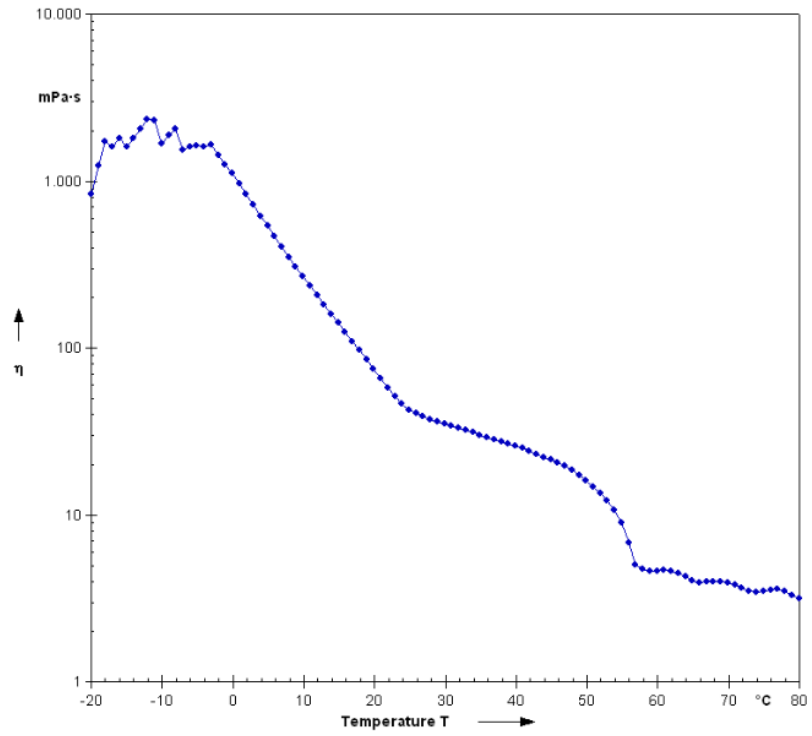
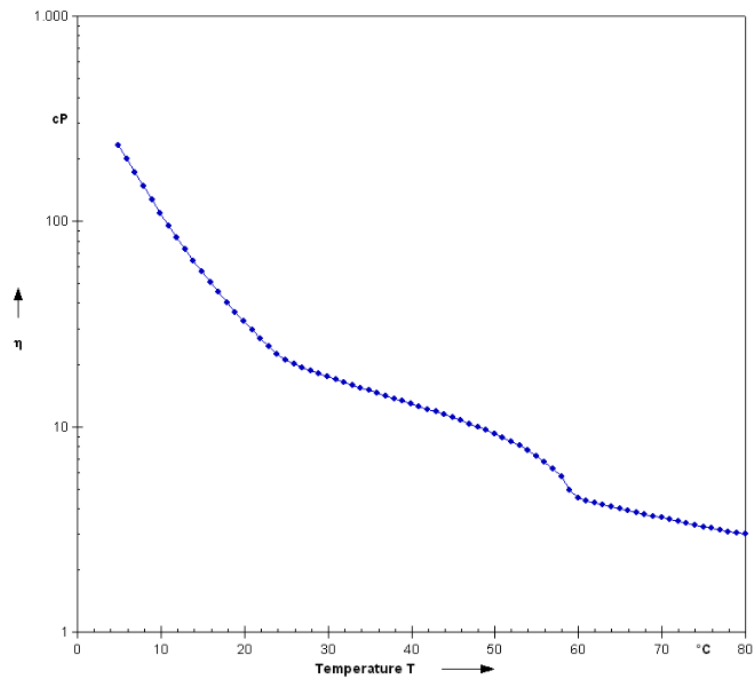


Figura A 8. Rampa de enfriamiento para el colorado 55 prueba 4.



A.3 Colorado 59.

Figura A 9. Rampa de enfriamiento para el colorado 59 prueba 1.

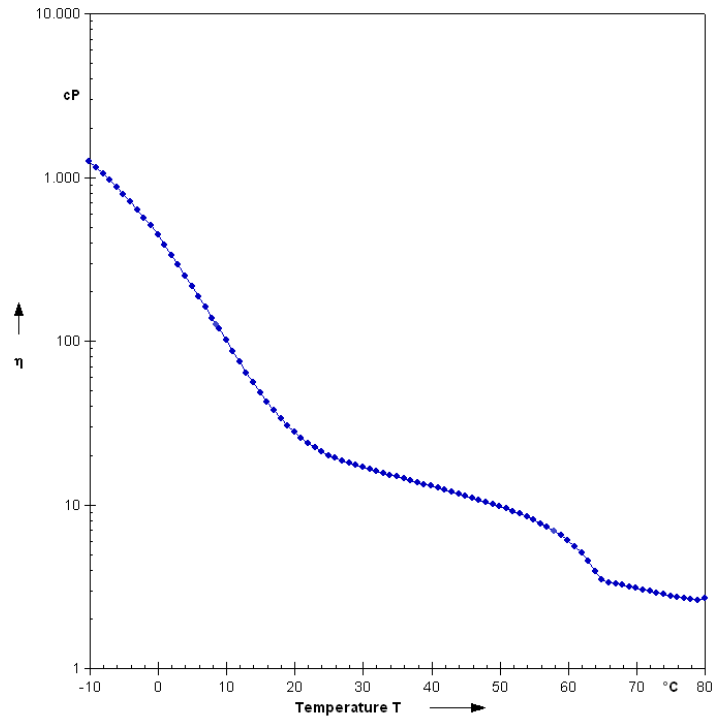


Figura A 10. Rampa de enfriamiento para el colorado 59 prueba 2.

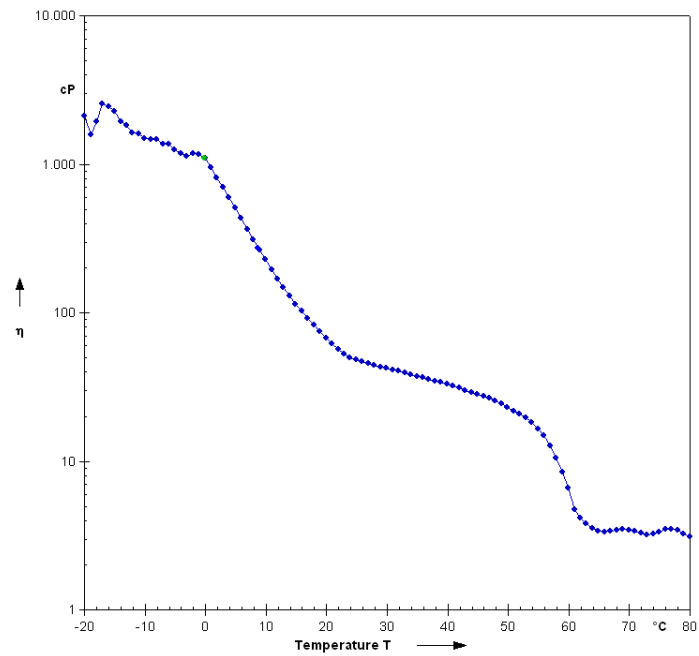


Figura A 11 Rampa de enfriamiento para el colorado 59 prueba 3.

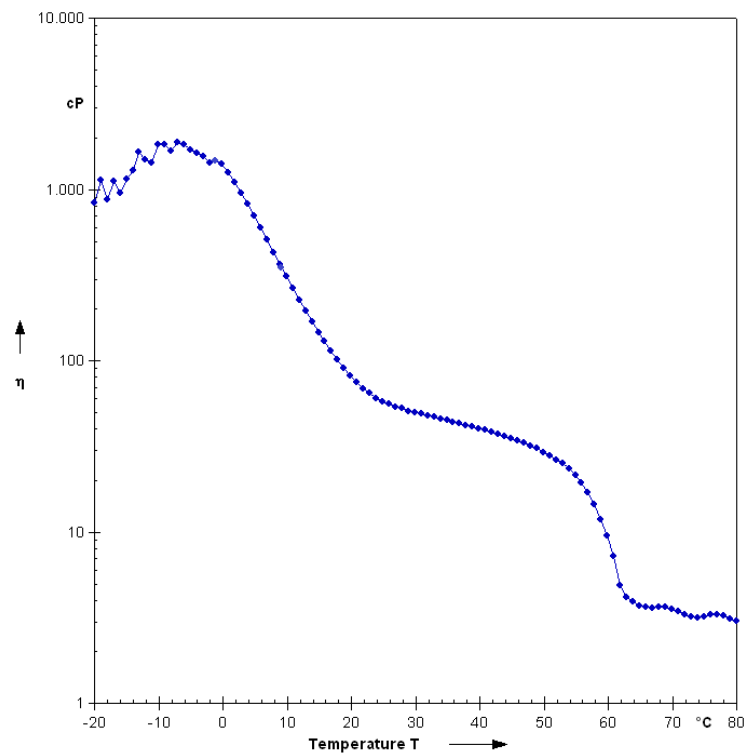
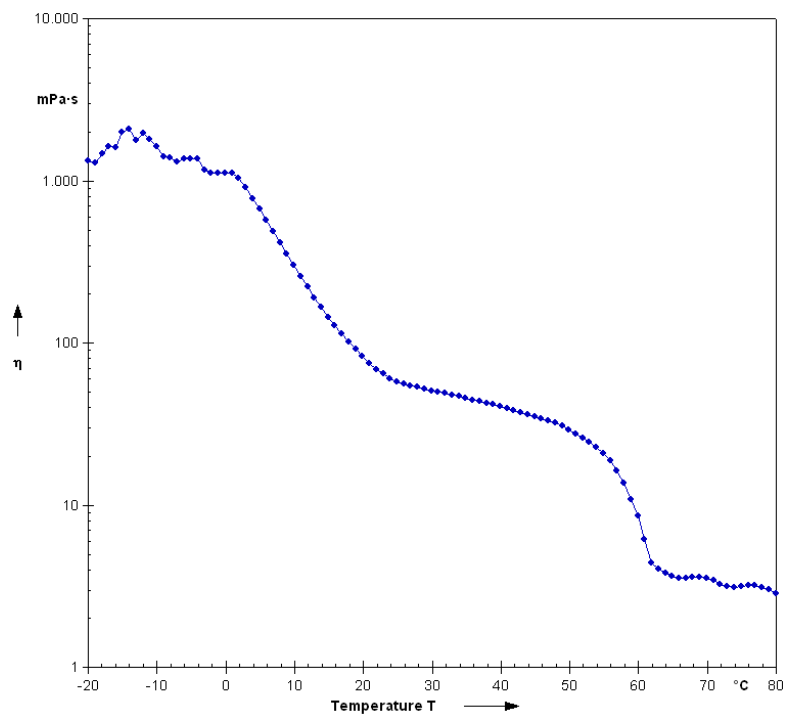


Figura A 12. Rampa de enfriamiento para el colorado 59 prueba 4.



A.4 Colorado 76

Figura A 13. Rampa de enfriamiento para el colorado 76 prueba 1.

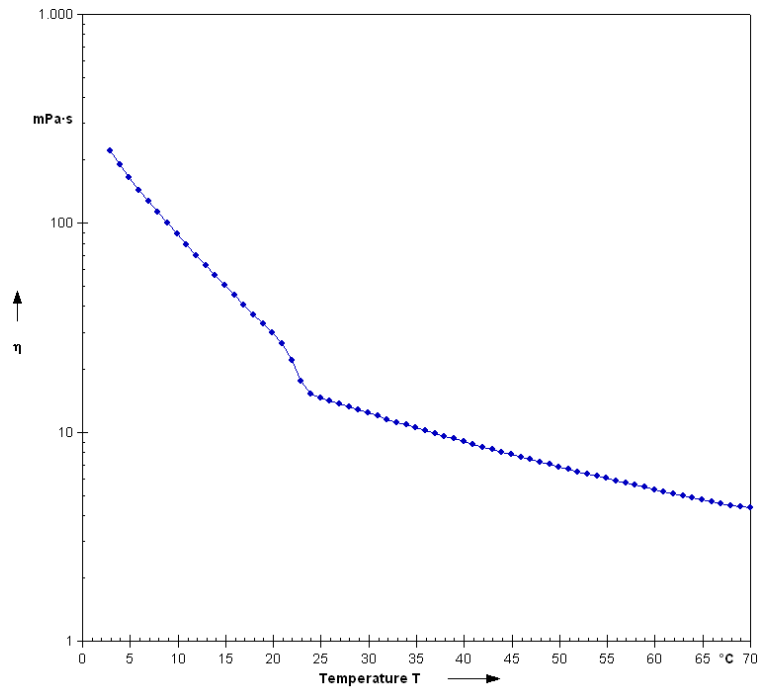


Figura A 14. Rampa de enfriamiento para el colorado 76 prueba 2.

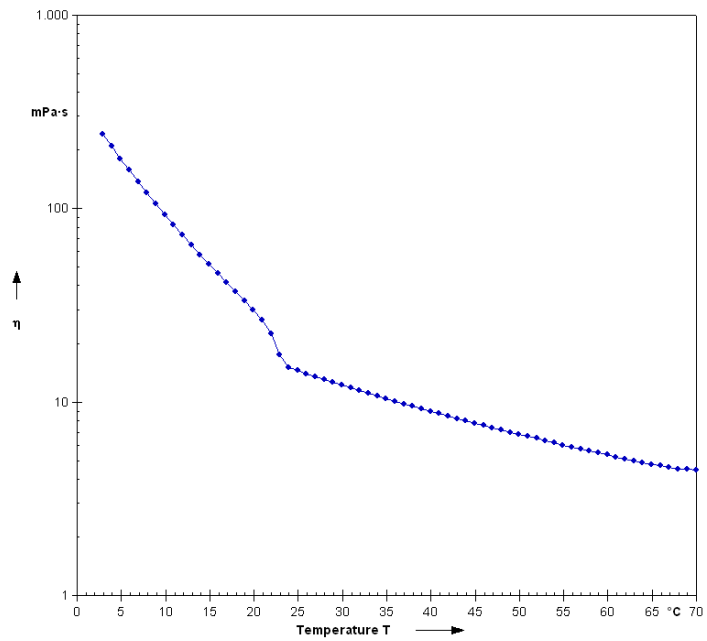


Figura A 15. Rampa de enfriamiento para el colorado 76 prueba 3.

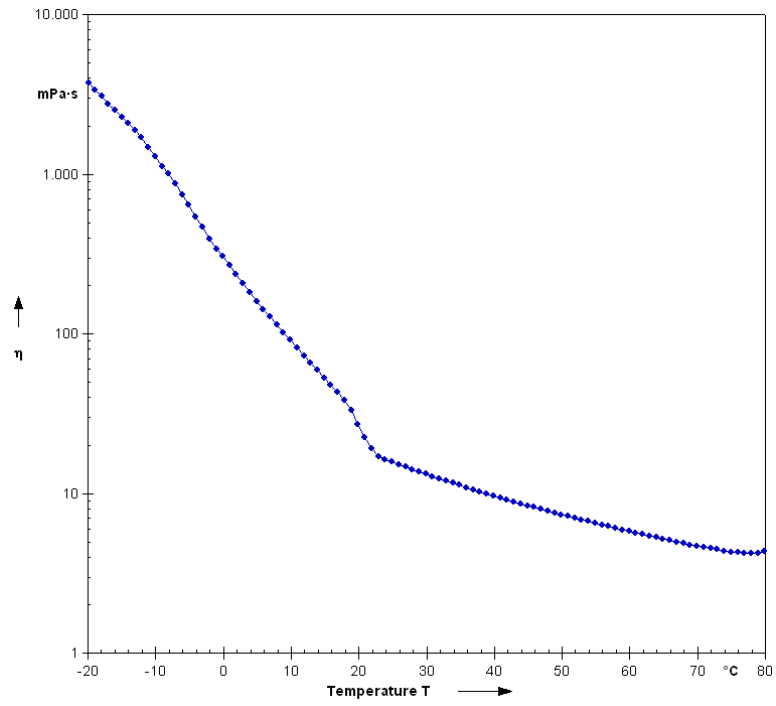
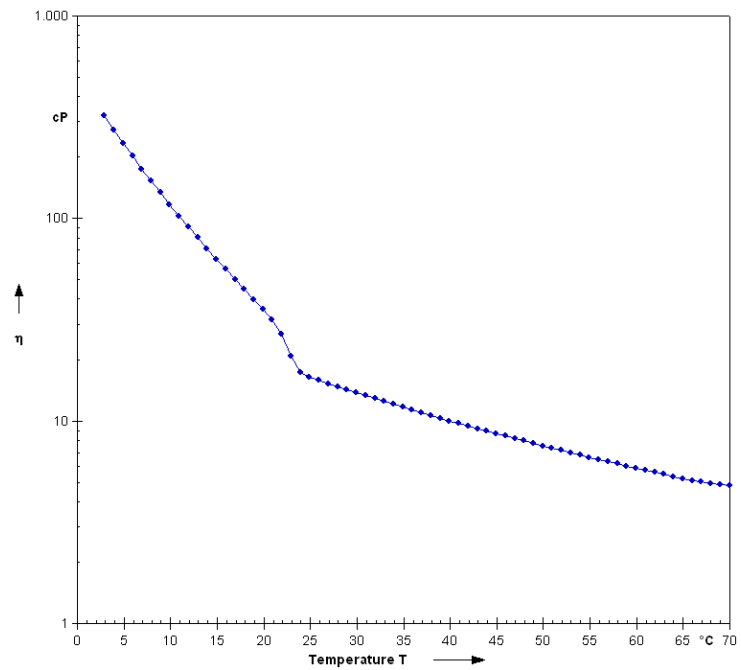


Figura A 16. Rampa de enfriamiento para el colorado 76 prueba 4.



ANEXO B. Gráficas para el cálculo del punto de gel.

B.1. Colorado 25.

Figura B 1. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 25 prueba 1.

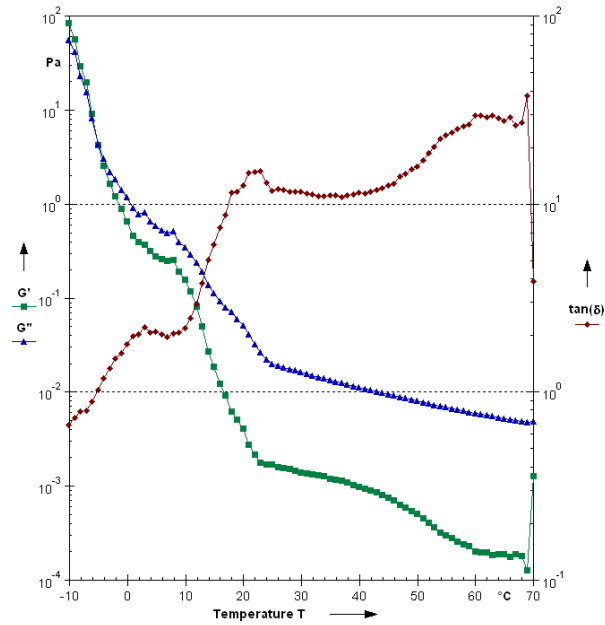


Figura B 2. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 25 prueba 2.

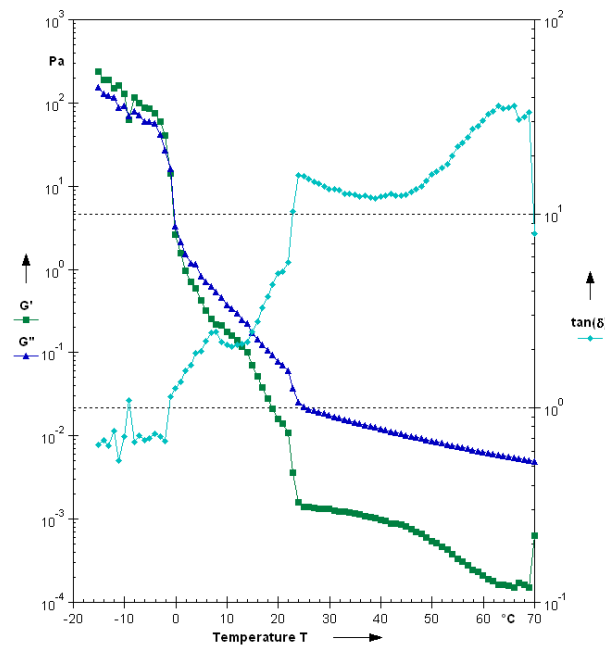


Figura B 3. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 25 prueba 3.

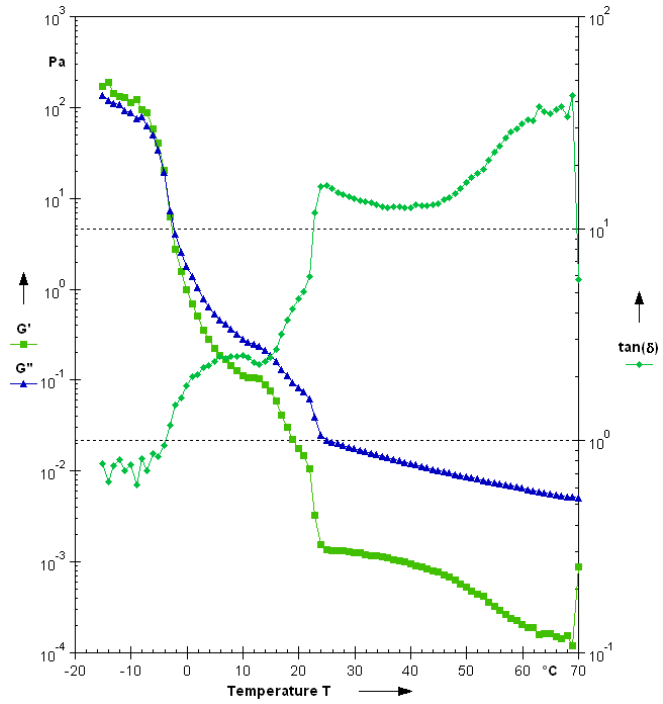
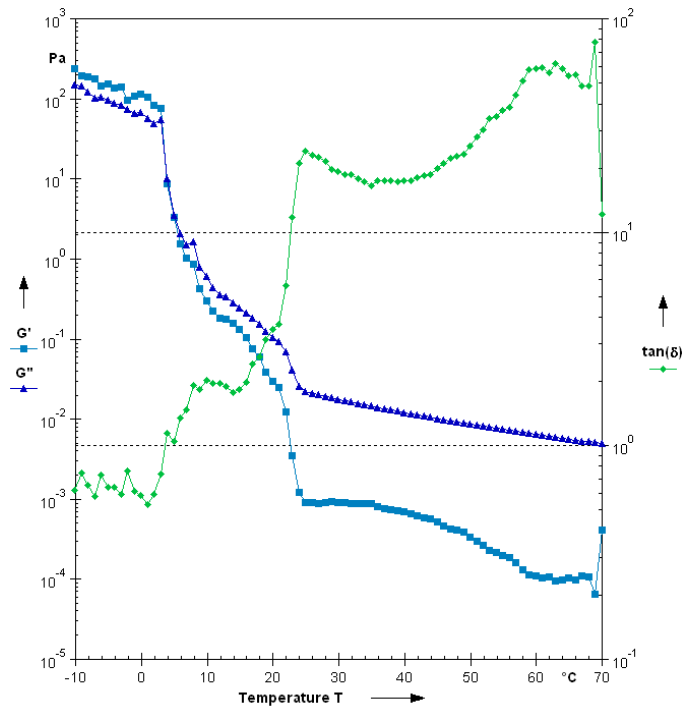


Figura B 4. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 25 prueba 3.



B.2. Colorado 55.

Figura B 5. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 55 prueba1.

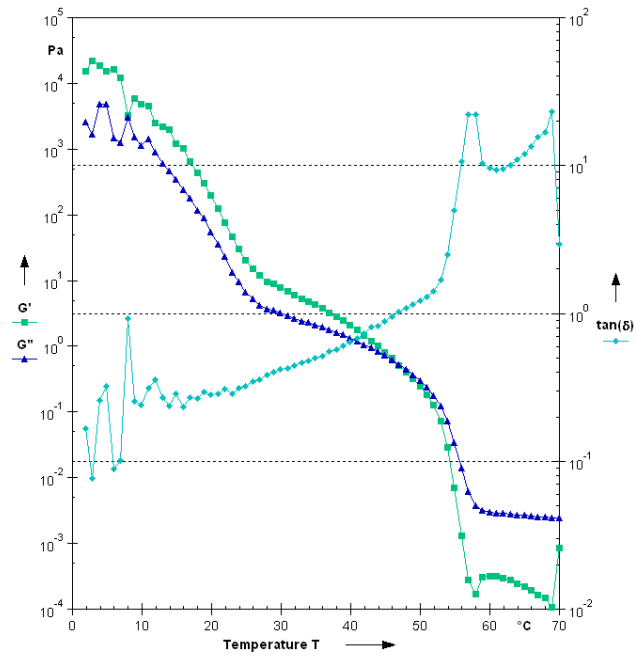


Figura B 6. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 55 prueba2.

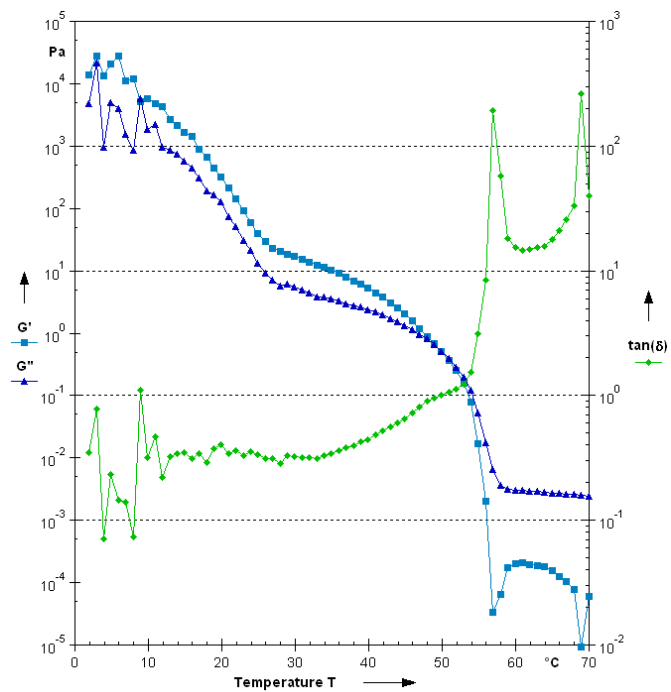


Figura B 7. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 55 prueba 3.

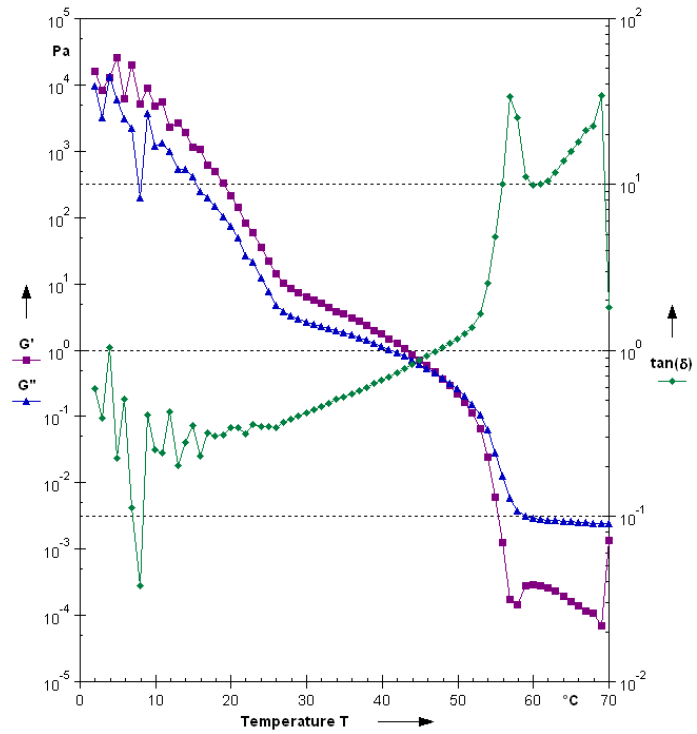
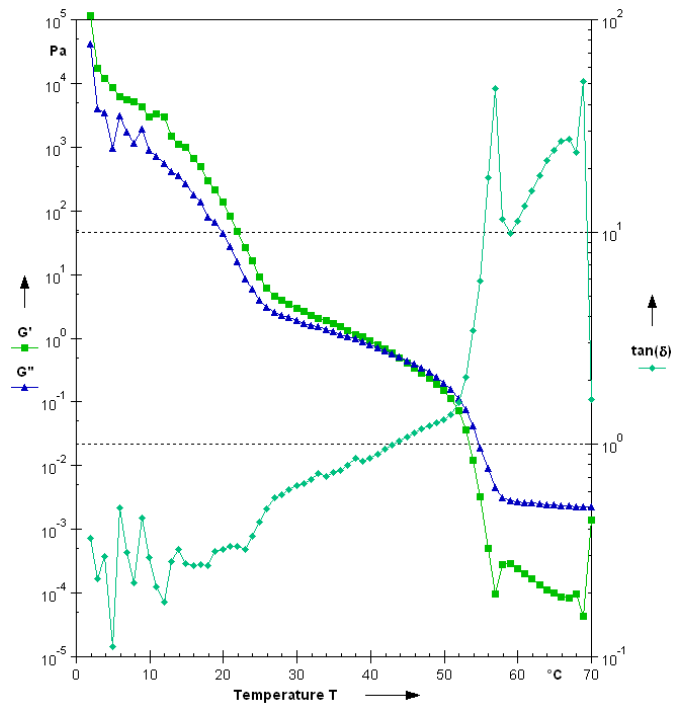


Figura B 8. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 55 prueba 4.



B.3. Colorado 59.

Figura B 9. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 59 prueba 1.

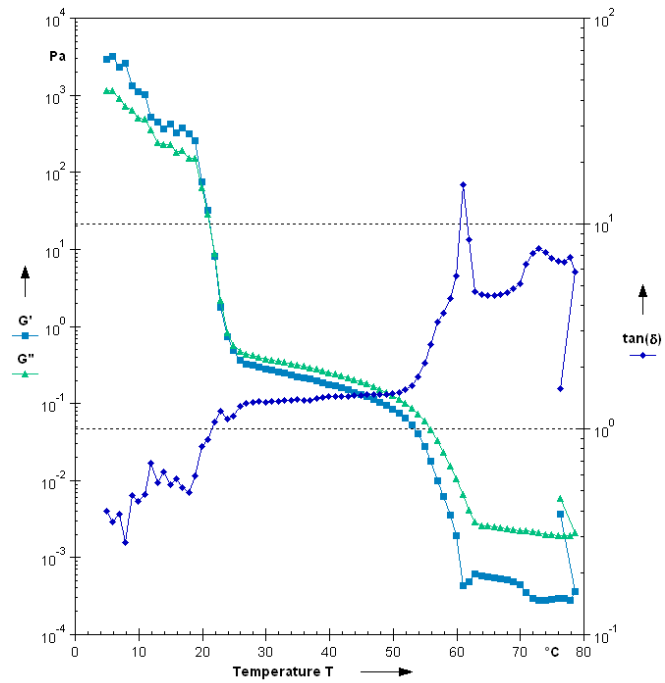


Figura B 10. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 59 prueba 2.

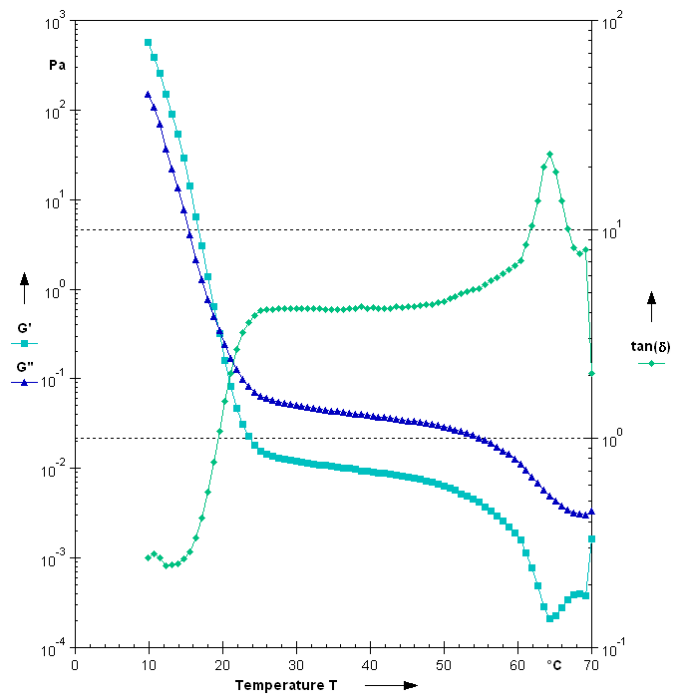


Figura B 11. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 59 prueba 3.

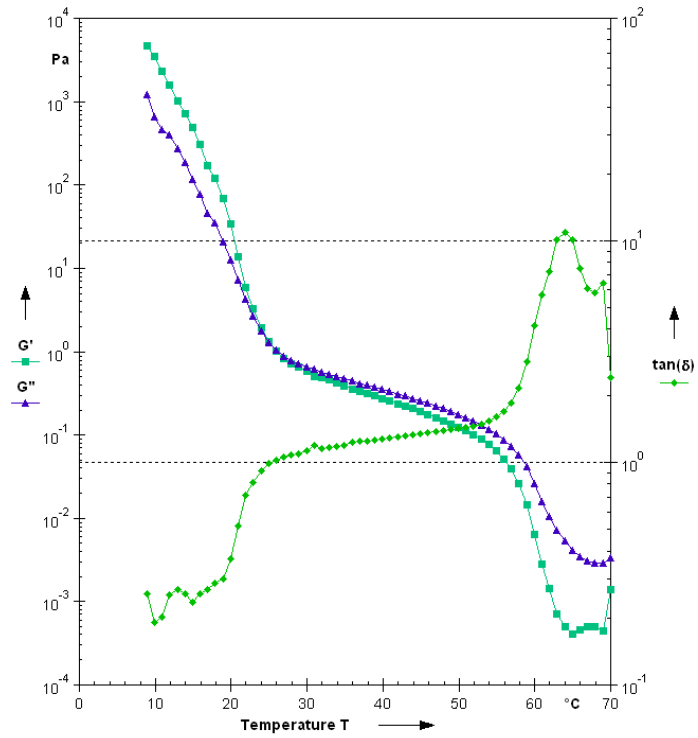
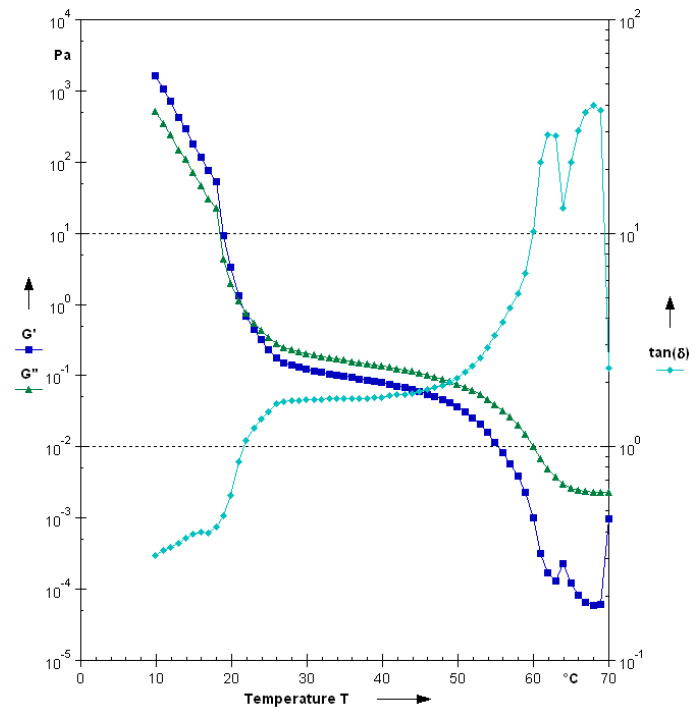


Figura B 12. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 59 prueba 4.



B.4. Colorado 76.

Figura B 13. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 76 prueba 1.

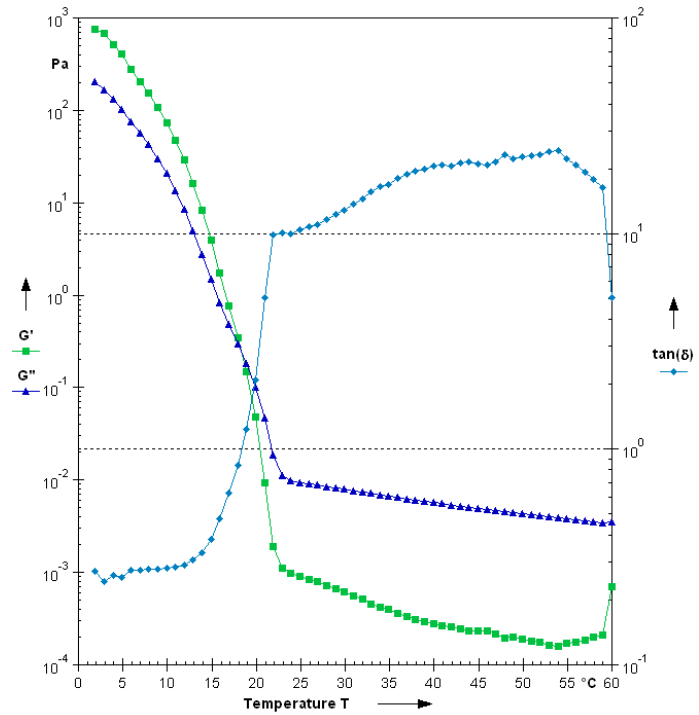


Figura B 14. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 76 prueba 2.

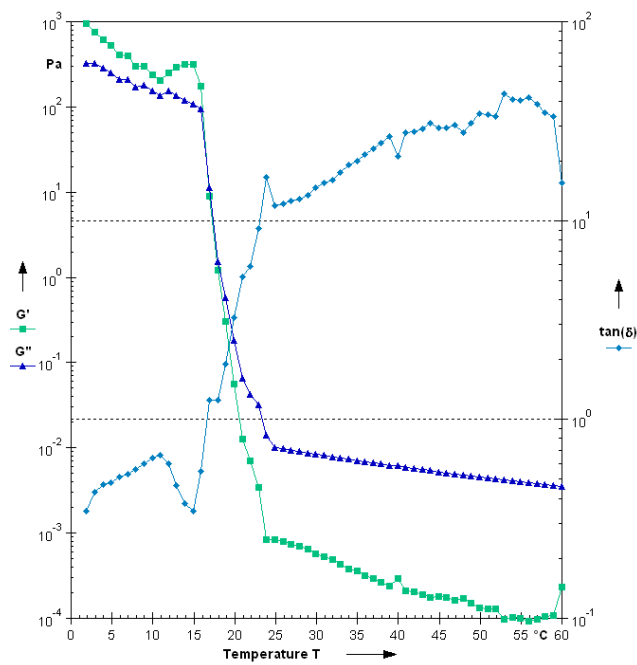


Figura B 15. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 76 prueba 3.

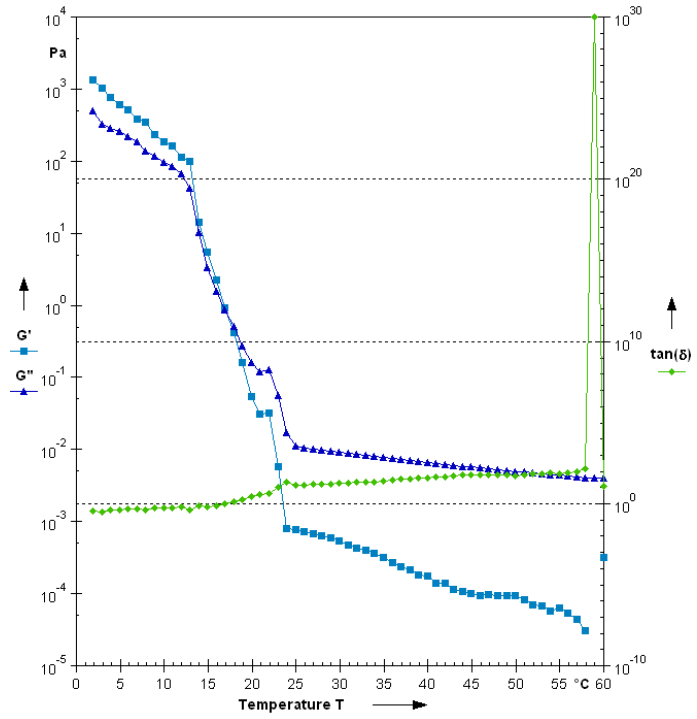
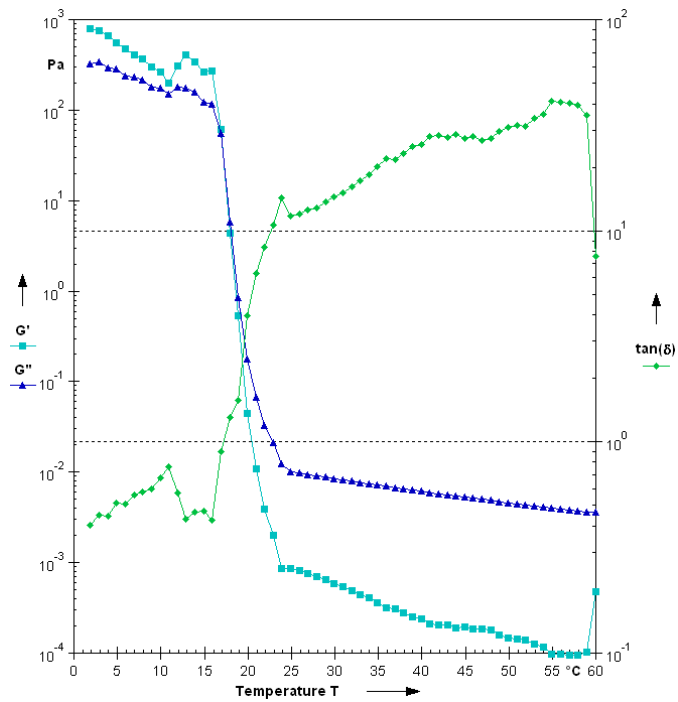


Figura B 16. Comportamiento de los módulos en función de la temperatura colorado 76 prueba 4



ANEXO C. Gráficas para el cálculo del punto de fluidez Metodología 1.

C.1. Colorado 25.

Figura C 1. Yield stress para $T = -4^{\circ}\text{C}$

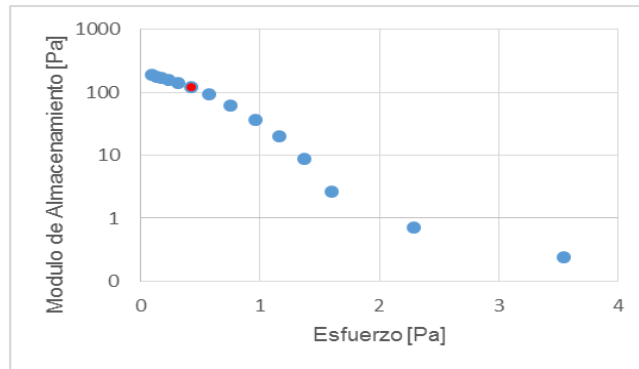


Figura C 2. Yield stress para $T = -9^{\circ}\text{C}$

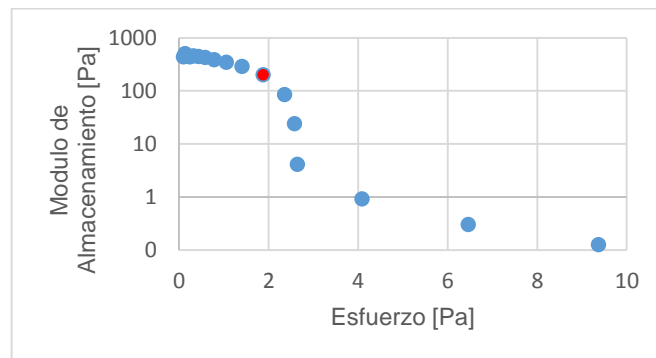


Figura C 3. Yield stress para $T = -14^{\circ}\text{C}$

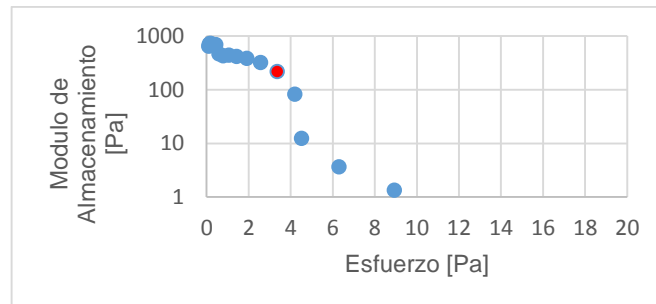
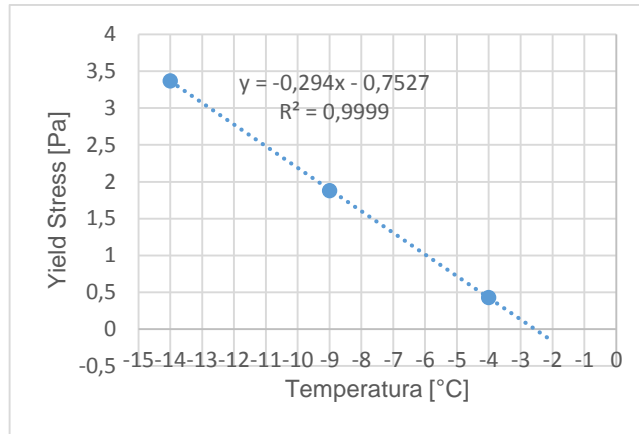


Figura C 4. Línea de tenencia del yield stress en función de la temperatura.



C.2. Colorado 55.

Figura C 5. Yield stress para una temperatura de 35°C.

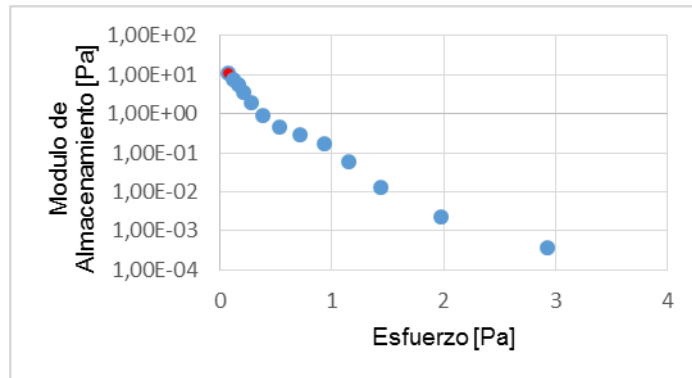


Figura C 6. Yield stress para una temperatura de 30°C.

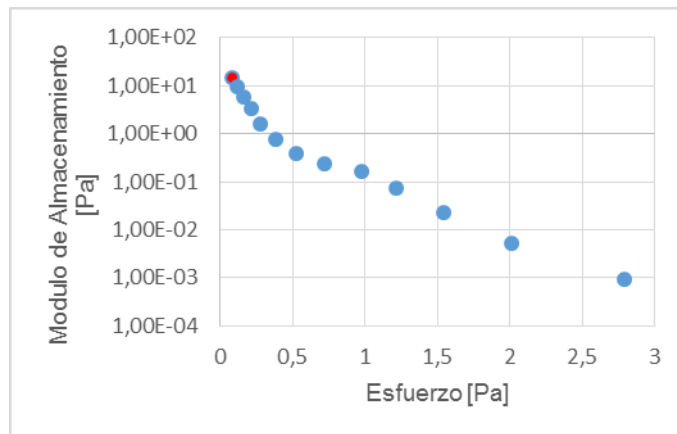


Figura C 7. Yield stress para una temperatura de 20°C.

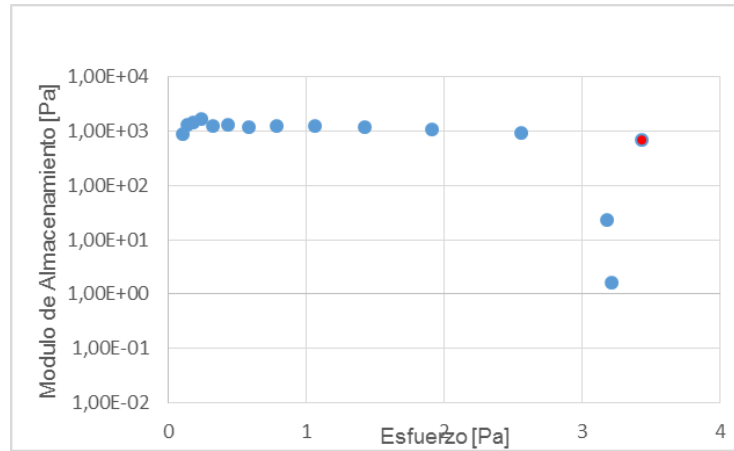
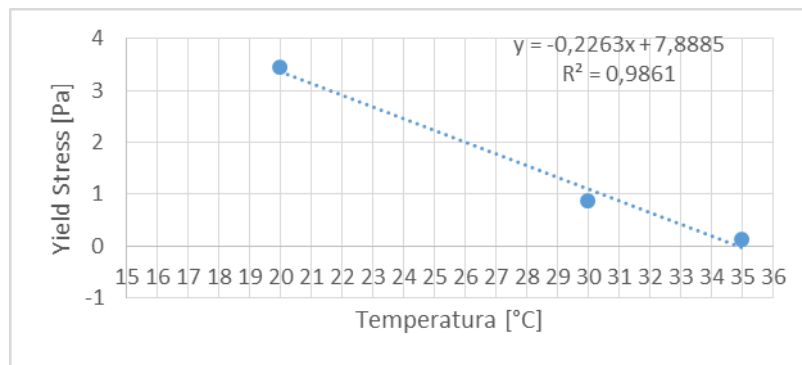


Figura C 8. Línea de tendencia del yield stress en función de la temperatura.



C.3. Colorado 59.

Figura C 9. Yield stress para una temperatura de 15°C.

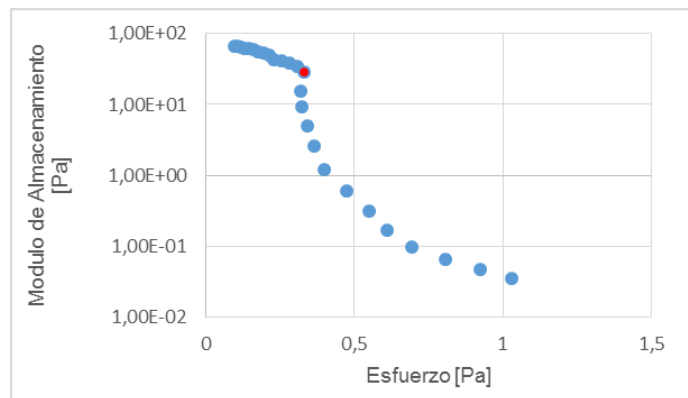


Figura C 10. Yield stress para una temperatura de 5°C.

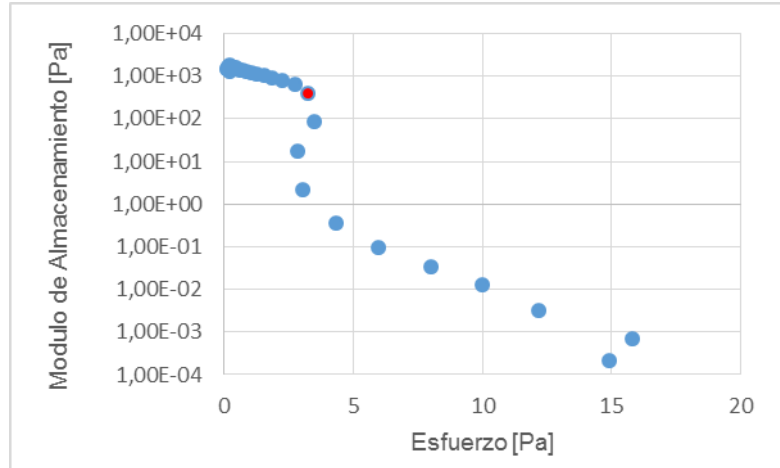


Figura C 11. Yield stress para una temperatura de 0°C.

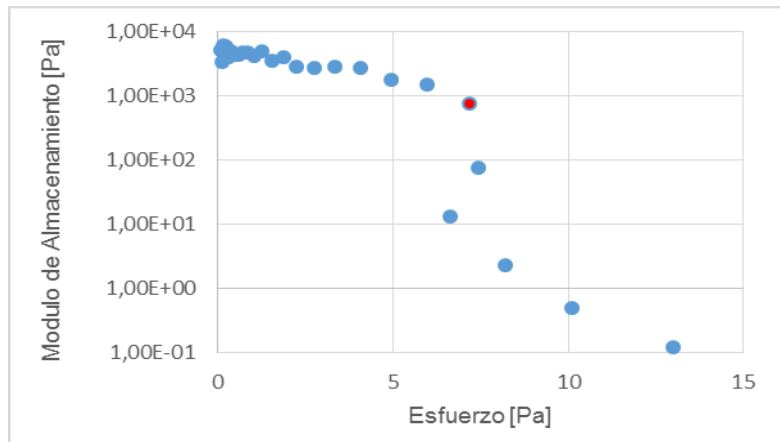
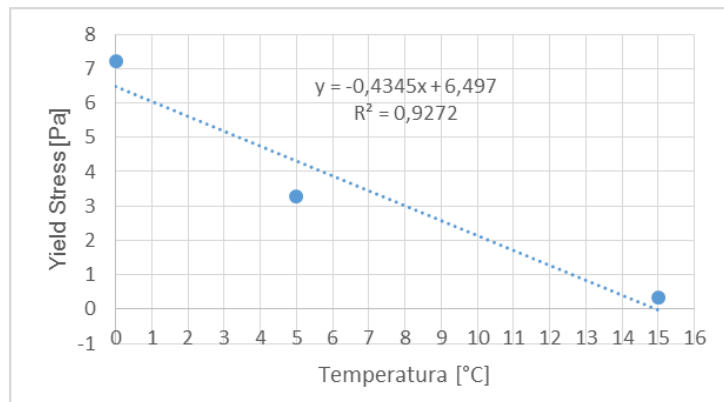


Figura C 12. Línea de tendencia del yield stress en función de la temperatura.



C.4. Colorado 76.

Figura C 13. Yield stress para una temperatura de 10°C.

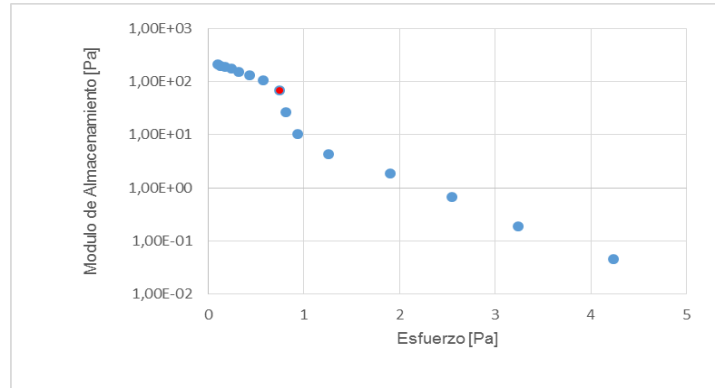


Figura C 14. Yield stress para una temperatura de 5°C.

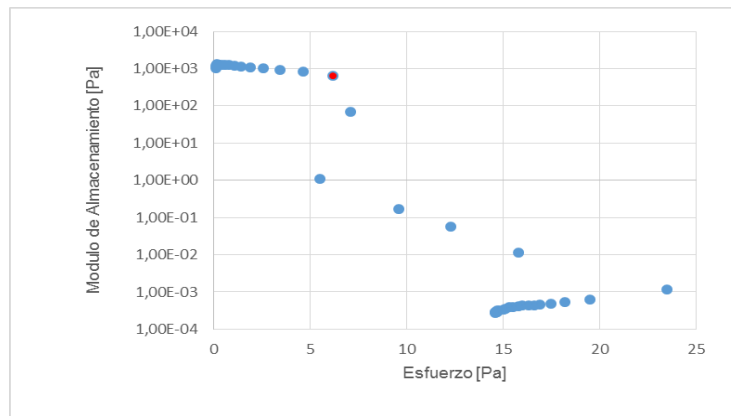


Figura C 15. Yield stress obtenido una temperatura de 0°C.

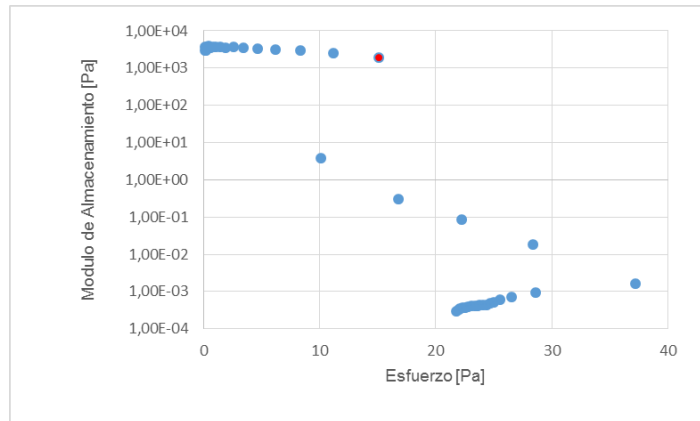
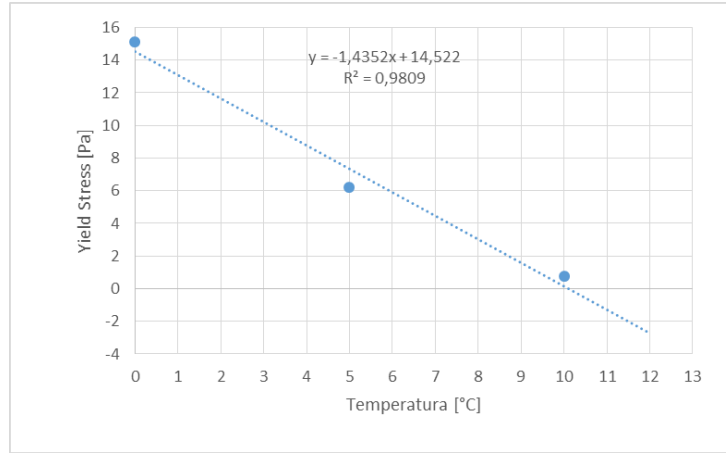


Figura C 16. Línea de tendencia del yied stress en función de la temperatura.



ANEXO D. Gráficas para el cálculo del punto de fluidez mediante la metodología 2.

D.1. Colorado 25.

Figura D 1. Yield stress obtenido a una temperatura de -4°C.

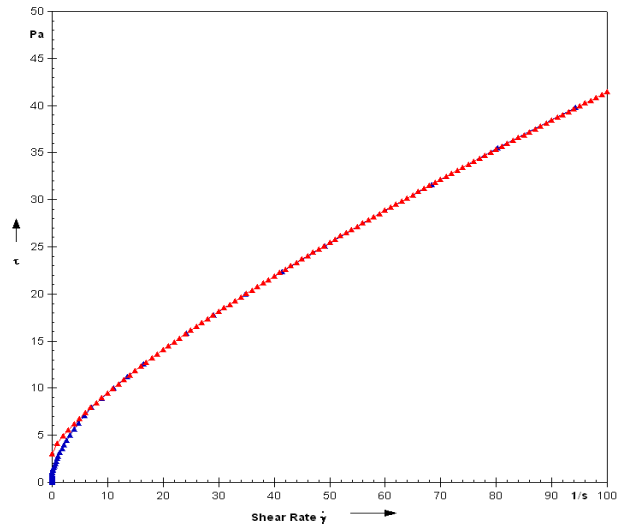


Figura D 2. Yield stress obtenido a una temperatura de -9°C .

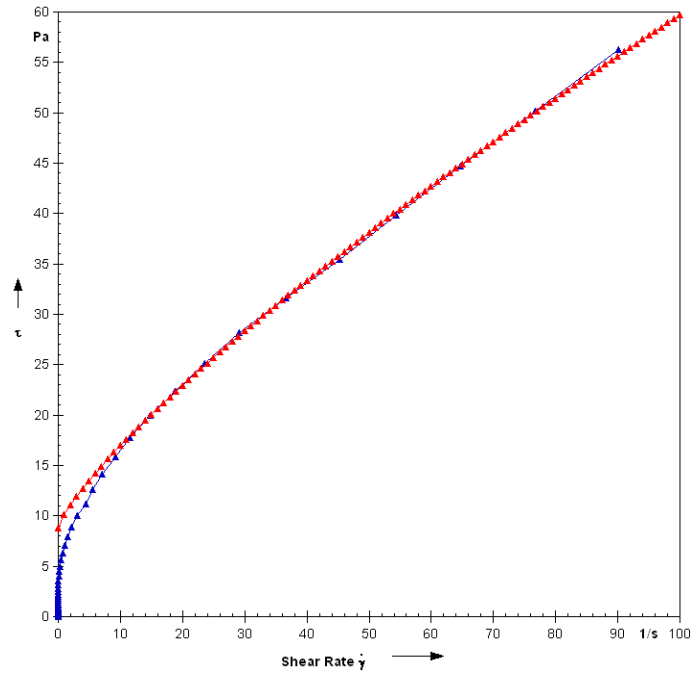


Figura D 3. Yield stress obtenido a una temperatura de -14°C .

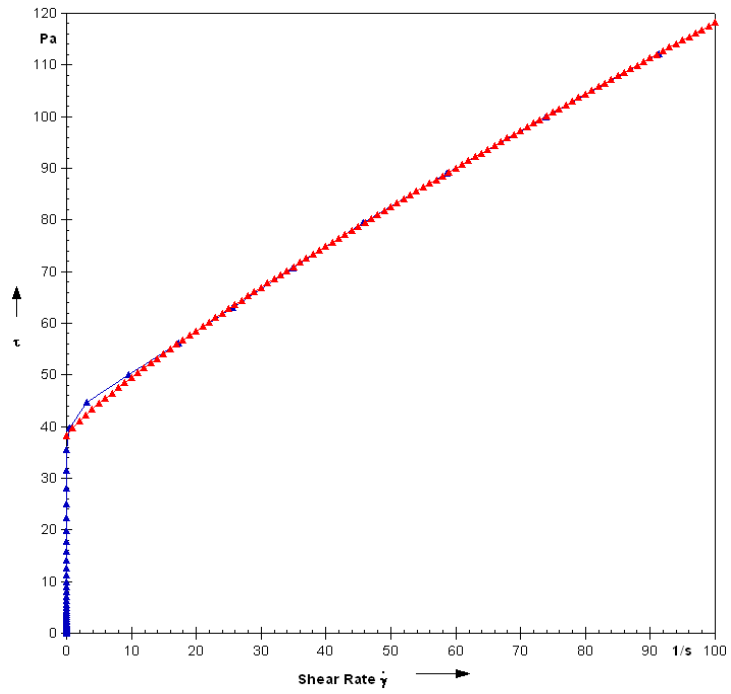
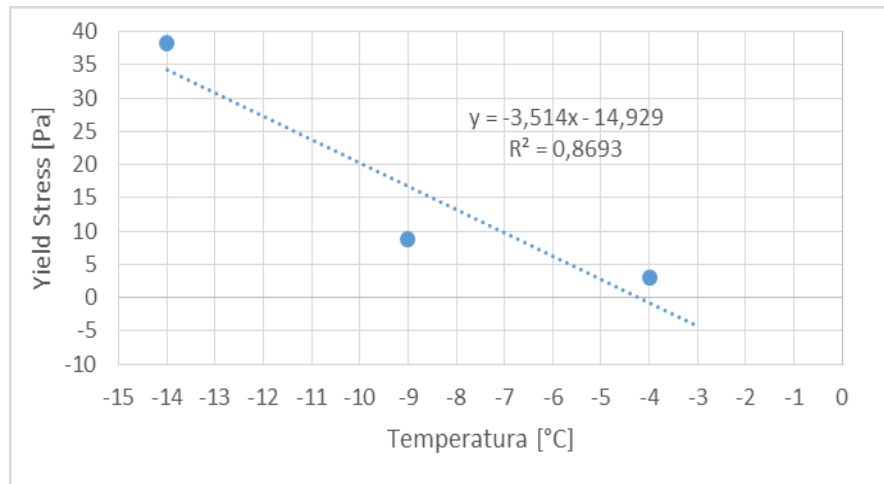


Figura D 4. Línea de tendencia del yield stress en función de la temperatura.



D.2. Colorado 55.

Figura D 5. Yield stress obtenido a una temperatura de 20°C.

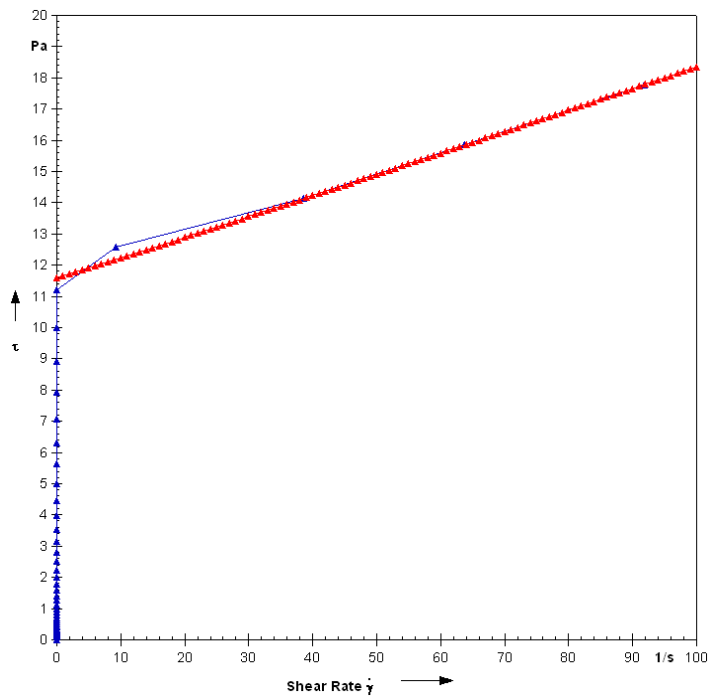


Figura D 6. Yield stress obtenido a una temperatura de 15°C.

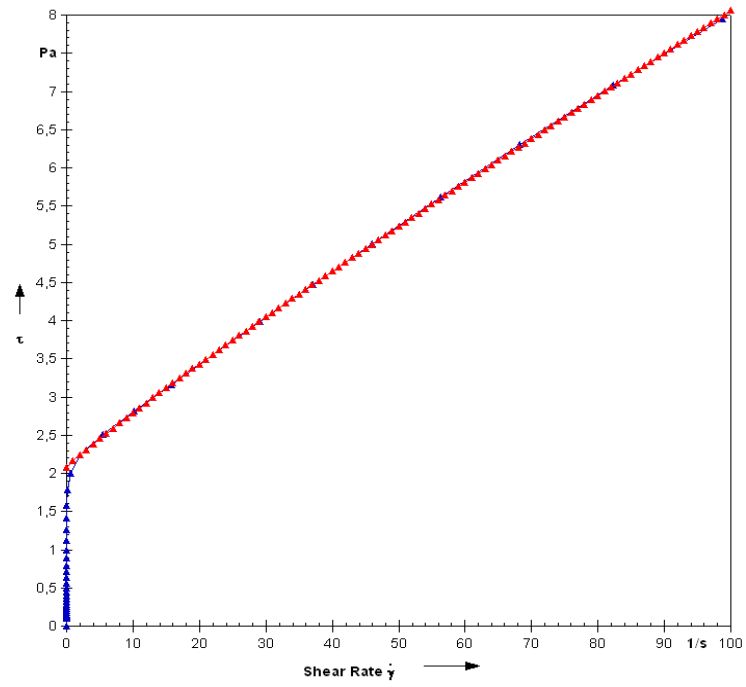


Figura D 7. Yield stress obtenido a una temperatura de 10°C.

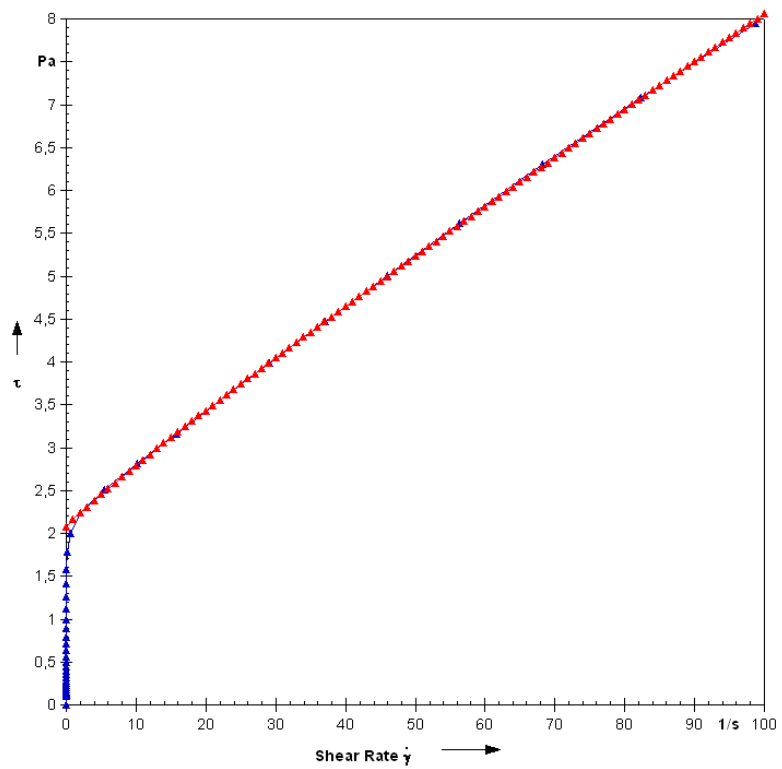
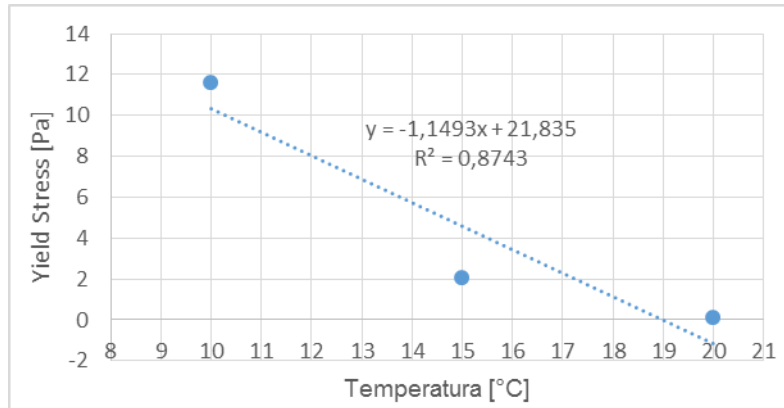


Figura D 8. Línea de tendencia del yield stress en función de la temperatura.



D.3.Colorado 59.

Figura D 9. Yield stress obtenido para una temperatura de 15°C.

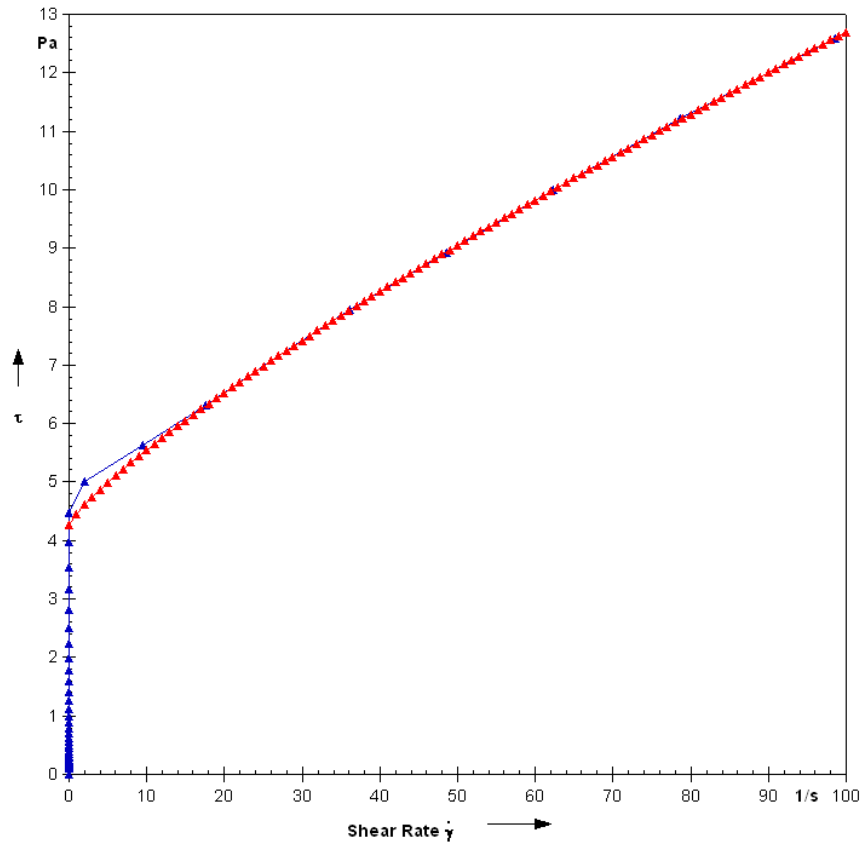


Figura D 10. Yield stress obtenido para una temperatura de 12°C.

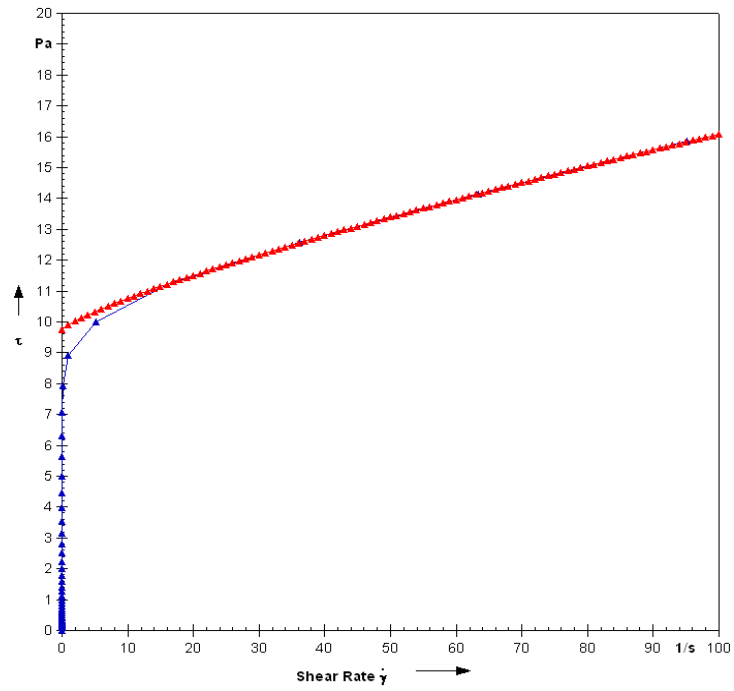


Figura D 11. Yield stress obtenido para una temperatura de 8°C.

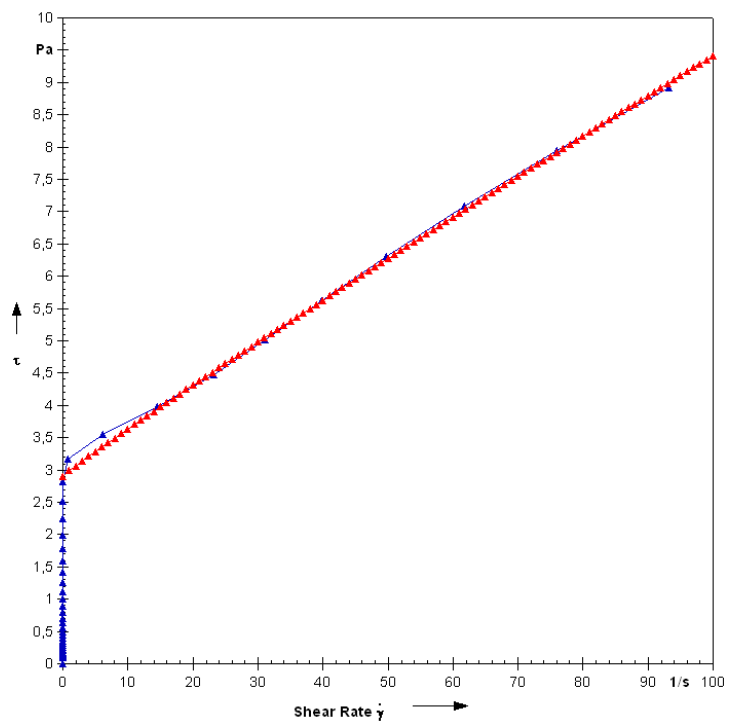
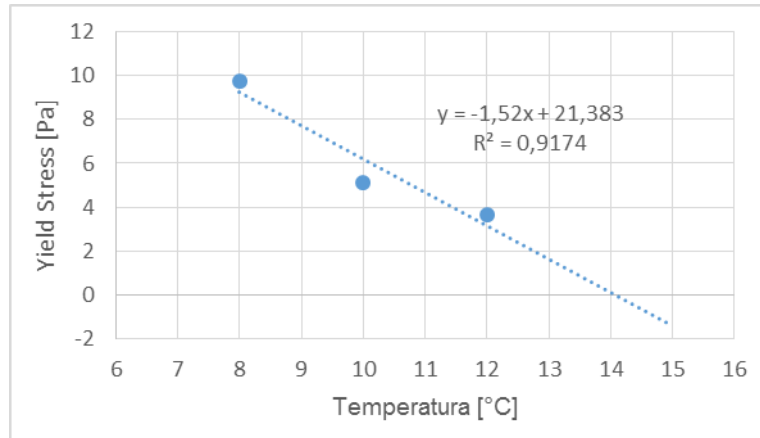


Figura D 12. Línea de tendencia del yield stress en función de la temperatura.



D.4. Colorado 76.

Figura D 13. Yield stress obtenido para una temperatura de 12°C.

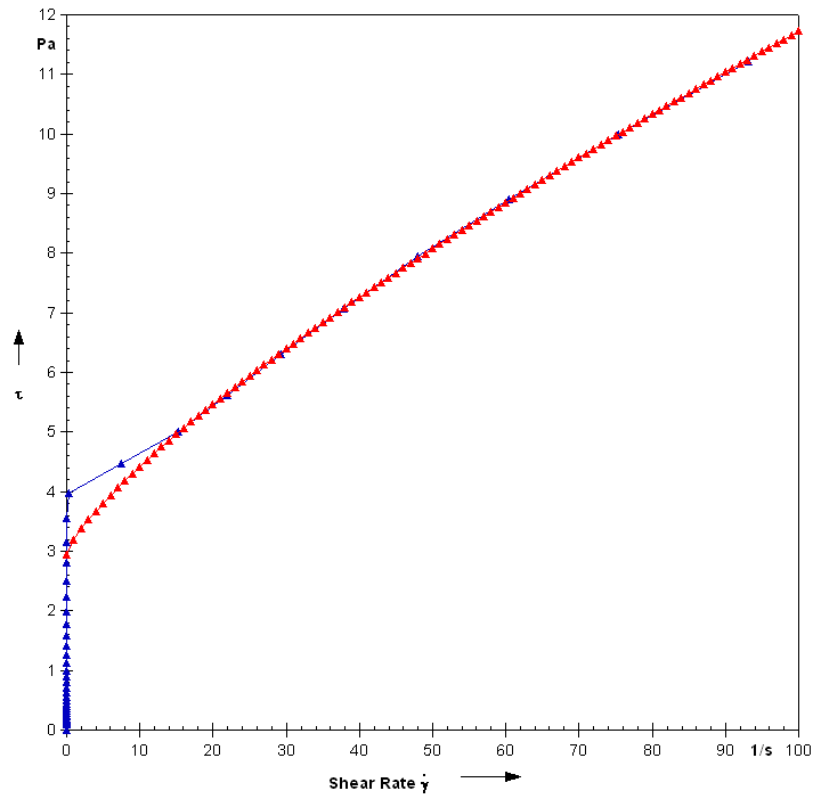


Figura D 14. Yield stress obtenido para una temperatura de 9°C.

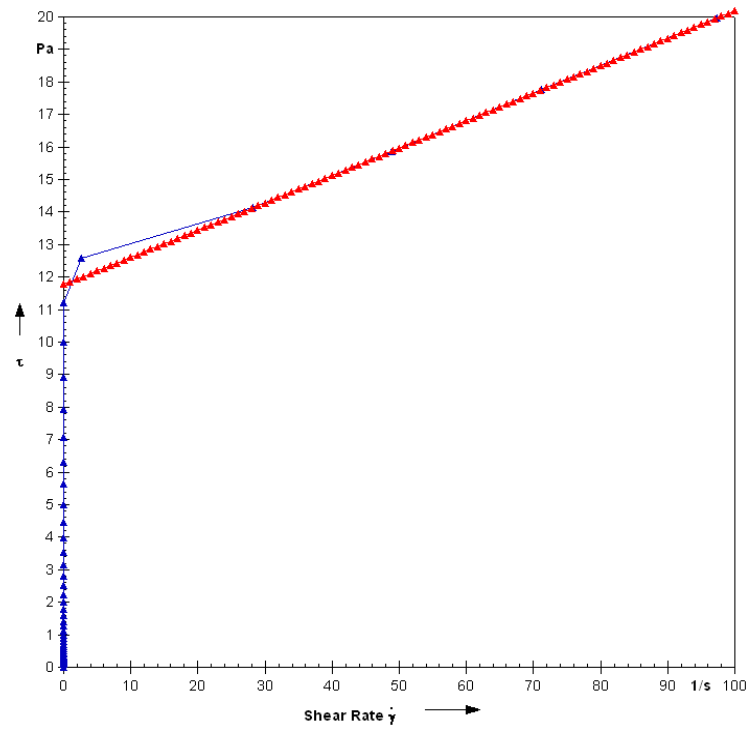


Figura D 15. Yield stress obtenido para una temperatura de 6°C.

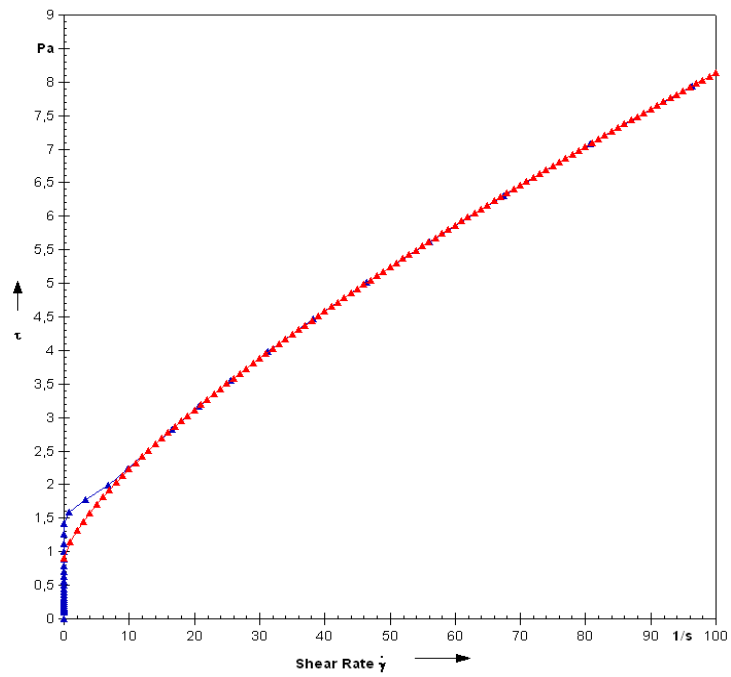


Figura D 16. Línea de tendencia del yield stress en función de la temperatura.

