

**DETERMINACIÓN DE LA VELOCIDAD DE CORROSIÓN POR SULFIDACIÓN
DEL ACERO AISI 1020 EN FUNCIÓN DEL TIEMPO Y LA ESTRUCTURA
MOLECULAR DE COMPUESTOS DE AZUFRE**

**SILVIA JULIANA BARRERA BETANCUR
YULIANA PAOLA ORTIZ PATIÑO**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍA FÍSICO-QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2018

**DETERMINACIÓN DE LA VELOCIDAD DE CORROSIÓN POR SULFIDACIÓN
DEL ACERO AISI 1020 EN FUNCIÓN DEL TIEMPO Y LA ESTRUCTURA
MOLECULAR DE COMPUESTOS DE AZUFRE**

**SILVIA JULIANA BARRERA BETANCUR
YULIANA PAOLA ORTIZ PATIÑO**

Trabajo de grado para optar al título de Ingeniero químico.

Directores:

**DIONISIO ANTONIO LAVERDE CATAÑO
Doctor En Ingeniería Industrial**

**JAVIER ALBERTO SANABRIA CALA
Magíster en Ingeniería Química**

Codirector:

**GERSON RAFAEL CONDE RODRÍGUEZ
Ingeniero Químico**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍA FÍSICO-QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2018

DEDICATORIA

Los autores dedican su esfuerzo y dedicación a:

A DIOS

Quien supo guiarme por el buen camino, por darme la fuerza, paciencia y salud necesaria para concluir este gran logro sin perder nunca mi dignidad ni dejarme desfallecer en el intento.

A MIS PADRES

Jesús Martin Barrera Arias y Ruth Betancur Sánchez, son mi motor, mi inspiración, mi vida. Gracias por su apoyo, amor, comprensión y ayuda. Por ellos soy lo que soy y logre este gran sueño, les dedico este triunfo con todo mi amor y cariño por su sacrificio y esfuerzo por creer en mis capacidades.

A MIS FAMILIARES

A mi familia Barrera Arias y Betancur Sánchez por ser siempre un gran ejemplo para mi vida. A mis ángeles Virginia Sánchez (QEPD), Hernando Betancur (QEPD) y Luis Alberto Barrera (QEPD) gracias por el gran amor que me brindaron, el recuerdo que tendré presente es que siempre me vieron como una persona que iba a llegar muy lejos.

A MI NOVIO

Resaltó dentro de mi vida a Jesús David Maldonado por creer en mí desde el primer momento, por orientarme y regalarme un poco de su sabiduría, por abrirme las puertas de su hogar y de su corazón, además por ser mi gran consejero en la culminación de este logro. Te agradezco de la manera más sincera, e infinitamente por tus ayudas, y por tus incontables apoyos para mi vida. TE AMO

A MIS AMIGAS

Yuliana Ortiz, Yenny Ostos, Diana Sánchez y Yul Caicedo gracias por su infinito apoyo, su comprensión y su gran amistad. Sin ustedes esta experiencia de vida no hubiera sido igual, me contagiaron de alegría, ánimo y buena vibra conocerlas en esta etapa de mi vida fue maravilloso las quiero.

S.J.B.B

A DIOS

Por tomarme de la mano, guiarme y enderezar mi camino, por permitirme llegar a un segundo peldaño en mi vida, por enseñarme que cuando más débil me siento es cuando más fuerte soy, por darme la salud y las herramientas para llevar a cabo el inicio de mi proyecto de vida, por poner en mi gracia, por su infinita bondad y amor.

A MI MADRE MARÍA MARGARITA PATIÑO MORENO

Por su apoyo incondicional, por todo el sacrificio, por su ejemplo de perseverancia, por sus consejos, por infundirme valores, por la motivación constante que me ha impulsado a alcanzar cada una de mis metas, pero sobre todo por su amor incondicional y comprensión que ha hecho de mí una gran persona.

A MI PADRE JAIRO ORTIZ CASTAÑO

Por brindarme la oportunidad de estudiar, por su apoyo, por el ejemplo de constancia que lo caracterizan y que me infundo siempre, por el valor mostrado para salir adelante, por creer en mí, por siempre estar orgulloso de mí, por infundirme valores, por ser la niña de sus ojos, por brindarme su amor incondicional y comprensión.

A MIS FAMILIARES

A mi hermana Osiris Salcedo Patiño por ser el ejemplo de una hermana mayor, por sus sabios consejos y por compartir conmigo cada uno de sus conocimientos que la han formado en la vida.

A Oscar Salcedo por ser un segundo padre para mí, por sus consejos, amor y ayuda brindada, a Andrea Salcedo por ser una hermana para mí, por su apoyo y amor brindado.

A mis abuelos Erlinda Moreno y Edmundo Patiño (Q.E.P.D) por todo el amor brindado, a mi cuñado Jhon Quiroga, A mi sobrino Santiago Quiroga por su apoyo brindado, a mi tía Yamile Jaramillo, a mi tío Mario Patiño, a mi nona Orlanda Rojas, a mi tío Eduardo Patiño y esposa Francelbis rocha por sus consejos y ayuda que me han brindado.

A MI NOVIO Y AMIGO

Sergio A. Londoño Menjura por siempre estar presente en los buenos y malos momentos, por abrirme las puertas de su corazón, por creer en mí, por escucharme y aconsejarme cuando más lo necesitaba, por animarme en todo momento alrededor de este proyecto.

A LA FAMILIA LONDOÑO MENJURA

A Sergio Londoño, Azucena Menjura y Juan David Londoño M. por abrirme las puertas de su corazón y hogar, por su apoyo, consejos y ayuda brindada en este proyecto.

A MIS AMIGAS

Silvia Barrera, Diana Sánchez, Yul Caicedo y Yenny Ostos por compartir buenos y malos momentos que siempre llevaré conmigo, por su compañía y por cada enseñanza aprendida en este proceso. Las llevaré siempre en mi corazón.

Y.P.O.P

AGRADECIMIENTOS

Los autores ofrecen sus más sinceros agradecimientos por el desarrollo de este proyecto:

***A DIOS**, por darnos fortaleza y sabiduría por llevar a cabo este proyecto.*

***Dr. Dionisio Laverde Cataño**, por darnos la oportunidad de trabajar en unos de sus proyectos.*

***M.sc. Javier Alberto Sanabria**, por su apoyo paciencia y consejo a lo largo de cada una de las etapas del proyecto.*

***M.sc. Custodio Vázquez Quintero**, por sus aportes y consejos oportunos.*

***Ing. Gerson Rafael Conde Rodríguez**, por la oportunidad de trabajar en esta investigación por su asesoría, gestión, confianza y constante guía a lo largo del proyecto.*

***Al grupo de investigación en corrosión**, por la atención y colaboración durante el desarrollo de este proyecto.*

***A los laboratorios del Parque Tecnológico De Guatiguará**, por su colaboración en el desarrollo en las diferentes pruebas realizadas para nuestro proyecto.*

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	16
1. MARCO TEÓRICO	18
1.1 GENERALIDADES DE LOS CRUDOS	18
1.2 CLASIFICACIÓN DEL CRUDO	18
1.3 CORROSIÓN POR CRUDOS PESADOS	19
1.4 CORROSIÓN POR SULFIDACIÓN	21
1.5 MÉTODO GRAVIMÉTRICO.....	22
2. ESTADO DEL ARTE.....	23
3. OBJETIVOS.....	26
3.1 OBJETIVO GENERAL	26
3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	26
4. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	27
4.1 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	27
4.2 DISEÑO DE EXPERIMENTOS.....	28
4.3 PREPARACIÓN DE MATERIALES Y REACTIVOS	28
4.4 EQUIPO	30
4.5 MONTAJE Y DESARROLLO EXPERIMENTAL	31
4.6 CÁLCULO DE LA VELOCIDAD DE CORROSIÓN DE LOS ACEROS	32
4.7 CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA DE LA SUPERFICIE DE LOS ACEROS POR SEM-EDS Y DRX.....	32
5. ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	33
5.1 CARACTERIZACIÓN DEL ACERO	33
5.2 VELOCIDAD DE CORROSIÓN DEL ACERO AISI 1020.....	34
5.3 CARACTERIZACIÓN POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO ..	38

5.4 CARACTERIZACIÓN POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X.....	41
5.5 ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LAS VARIABLES DEL DISEÑO DEL PROCESO	44
6. CONCLUSIONES	47
7. RECOMENDACIONES.....	48
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	49
BIBLIOGRAFÍA.....	54
ANEXOS.....	61

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Relación de la gravedad API ($^{\circ}$ API) con la densidad del crudo.	19
Figura 2. Áreas afectadas por corrosión por crudos pesados.	20
Figura 3. Esquema del mecanismo de corrosión por sulfidación.	21
Figura 4. Metodología de la investigación.	27
Figura 5. Cupón gravimétrico.	29
Figura 6. Reactor tipo batch.	31
Figura 7. Micrografías del acero AISI 1020 a 200x.	34
Figura 8. Comportamiento del acero AISI 1020 expuesto a un crudo simulado con 1%p/p de Dimetil Disulfuro (DMDS).	36
Figura 9. Comportamiento del acero AISI 1020 expuesto a un crudo simulado con 1%p/p de Dimetil Sulfuro (DMS).	37
Figura 10. Comportamiento del acero AISI 1020 expuesto a un crudo simulado con 1%p/p de Etanotiol (ETT).	38
Figura 11. Micrografía de SEM-EDS para el cupón expuesto a Dimetil Disulfuro (DMDS) a 300 °C y 72 horas.	39
Figura 12. Micrografía de SEM-EDS para el cupón expuesto a Dimetil Sulfuro (DMS) a 300 °C y 72 horas.	40
Figura 13. Micrografía de SEM-EDS para el cupón expuesto a Etanotiol (ETT) a 300 °C y 72 horas.	41
Figura 14. Diagrama de DRX del acero AISI 1020 expuesto a 300°C durante 72 horas para los compuestos Dimetil Disulfuro (DMDS), Dimetil Sulfuro (DMS) y Etanotiol (ETT).	42
Figura 15. Diagrama de Pareto de las variables de operación.	45
Figura 16. Diagrama de efectos principales sobre la velocidad de corrosión.	46

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Volúmenes empleados.....	30
Tabla 2. Caracterización del acero AISI 1020.....	33
Tabla 3. Coeficientes de regresión para Velocidad de Corrosión del acero AISI 1020.....	46

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
ANEXO A. Diseño experimental para pruebas realizadas.	61
ANEXO B. Cálculo de volúmenes para el crudo simulado.....	62
ANEXO C. Técnicas de caracterización.	64
ANEXO D. Caracterización del acero AISI 1020.....	67
ANEXO E. Ecuación para calcular la velocidad de corrosión.	69
ANEXO F. Cálculo de la ganancia de masa del acero AISI 1020.....	70
ANEXO G. Cálculo de la velocidad de corrosión.	73
ANEXO H. Informe de análisis Microscopía Electrónica de Barrido para el compuesto de azufre Dimetil Disulfuro (DMDS).....	74
ANEXO I. Informe de análisis Microscopía Electrónica de Barrido para el compuesto de azufre Dimetil Sulfuro (DMS).	77
ANEXO J. Informe de análisis Microscopía Electrónica de Barrido para el compuesto de azufre Etanotiol (ETT).	80
ANEXO K. Informe de análisis Difracción De Rayos X.	83
ANEXO L. Cálculo de los volúmenes de compuesto azufre añadidos al reactor...	85

RESUMEN

TITULO: DETERMINACIÓN DE LA VELOCIDAD DE CORROSIÓN POR SULFIDACIÓN DEL ACERO AISI 1020 EN FUNCIÓN DEL TIEMPO Y LA ESTRUCTURA MOLECULAR DE COMPUESTOS DE AZUFRE*

AUTORES: SILVIA JULIANA BARRERA BETANCUR**
YULIANA PAOLA ORTIZ PATIÑO

PALABRAS CLAVES: Corrosión por sulfidación, Crudo simulado, Compuestos de azufre, Estructura molecular.

DESCRIPCIÓN: La industria petrolera se ve afectada por el fenómeno conocido como corrosión por sulfidación, el cual genera un gran impacto por su alto contenido de compuestos de azufre en los crudos pesados, que al descomponerse térmicamente a sulfuro de hidrógeno (H_2S) reaccionan con los metales presentes en el acero que componen los diferentes equipos debilitando su estructura y generando pérdidas económicas y operacionales.

En el presente trabajo, se evaluó la influencia del tiempo y la estructura molecular de compuestos orgánicos de azufre sobre la morfología de los productos de corrosión formados en el acero AISI 1020 expuesto a crudos simulados en un reactor tipo batch a volumen constante. La velocidad de corrosión por sulfidación del acero se determinó mediante gravimetría.

Los compuestos orgánicos de azufre empleados para el desarrollo experimental fueron: Dimetil Disulfuro (DMDS), Dimetil Sulfuro (DMS) y Etanotiol (ETT). Los tiempos de exposición fueron de 24, 48 y 72 horas, manteniendo el sistema a una temperatura constante de $300^{\circ}C$. La caracterización de los productos de corrosión en la superficie del acero AISI 1020 se realizó mediante las técnicas de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) acoplada con Espectroscopía de Energía Dispersiva de Rayos X (EDS) y Difracción de Rayos X (XRD).

Se determinó que la velocidad de corrosión del acero AISI 1020 disminuye ante la exposición a los compuestos DMDS y DMS, mientras aumenta para el ETT. Además de esto, los productos de corrosión formados en la superficie del acero AISI 1020 corresponden a sulfuros de hierro de diferentes estructuras cristalinas, de acuerdo con el compuesto de azufre utilizado. Finalmente, la variable estadística que tiene mayor influencia sobre la velocidad de corrosión es la estructura del compuesto de azufre.

* Proyecto de Grado

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Dionisio Antonio Laverde Cataño, Doctor En Ingeniería Industrial. Javier Alberto Sanabria Cala, Magíster en Ingeniería Química. Codirector: Gerson Rafael Conde Rodríguez, Ingeniero Químico

ABSTRACT

TITLE: DETERMINATION OF CORROSION RATE BY SULFIDATION OF AISI 1020 STEEL DEPENDING ON TIME AND MOLECULAR STRUCTURE OF SULFUR COMPOUNDS*

AUTHORS: SILVIA JULIANA BARRERA BETANCUR **
YULIANA PAOLA ORTIZ PATIÑO

KEYWORDS: Sulfidation corrosion, Simulated crude, Sulfur compounds, Molecular structure.

DESCRIPTION: Oil industry is affected by the phenomenon known as sulfidation corrosion, which generates a great impact due to its high content of sulfur compounds in heavy crudes, which thermally decompose in hydrogen sulfide (H₂S) and react with the equipment steel, weakening its structure and generating economic and operational losses.

In the present work, the influence of time and molecular structure of organic sulfur compounds on the morphology of the corrosion products formed on the AISI 1020 steel exposed to simulated crudes in a batch reactor at constant volume was evaluated. The corrosion rate by sulphidation of the steel was determined by gravimetry.

The organic sulfur compounds used in the experiments were: Dimethyl Disulfide (DMDS), Dimethyl Sulfide (DMS) and Ethanethiol (ETT). The exposure times were: 24, 48 and 72 hours maintaining the system at constant temperature of 300 °C. The characterization of corrosion products on the surface of AISI 1020 steel was carried out using the techniques of Scanning Electron Microscopy (SEM) coupled with X-ray Dispersive Energy Spectroscopy (EDS) and X-Ray Diffraction (XRD).

It was determined that corrosion rate of AISI 1020 steel decreases upon exposure to the DMDS and DMS compounds, while it increases for the ETT. In addition, the corrosion products formed on the AISI 1020 steel surface correspond to iron sulphides of different crystalline structures, according to the sulfur compound used. Finally, the most statistically representative variable is the structure of the sulfur compound.

* Bachelor Thesis

** Faculty of Physicochemical Engineering. School of Chemical Engineering. Dionisio Antonio Laverde Cataño, Doctor in Industrial Engineering. Javier Alberto Sanabria Cala, Master in Chemical Engineering. Co-director: Gerson Rafael Conde Rodríguez, Chemical Engineer

INTRODUCCIÓN

El consumo energético a nivel mundial ha presentado altas tasas de crecimiento, alcanzando un valor de 12477 millones de toneladas equivalentes de petróleo (TEP) en el año 2012, siendo el petróleo el combustible fósil del cual se obtiene la mayor parte de la energía representando el 32% de la oferta mundial [1]. Por su parte, a nivel nacional se atribuye el 67% del consumo energético proveniente de fuentes fósiles al petróleo [2]. Por esta razón, el recurso energético obtenido a partir del petróleo y sus derivados es de gran importancia para el desarrollo socioeconómico en todo el mundo [3].

El petróleo se encuentra dentro de las formaciones geológicas de la tierra y está constituido por diferentes tipos de hidrocarburos, además de una serie de sustancias contaminantes dentro de las cuales se destacan los compuestos orgánicos de azufre, ácidos nafténicos y metales como el níquel y el vanadio, entre otras [4]. El petróleo se clasifica según su densidad como condensado, liviano, pesado y extra pesado, de acuerdo con una medida estándar del Instituto Americano de Petróleo denominada grados API [5].

Debido a la alta demanda energética por el crecimiento económico y poblacional se generó la disminución de las reservas de crudo liviano, lo que ha provocado que la extracción y refinación se enfoquen en los crudos pesados, caracterizados por su alta densidad y viscosidad, además de poseer una gran cantidad de elementos contaminantes como ácidos orgánicos, azufre, vanadio, etc. [6-7].

La industria encargada de los procesos de exploración, extracción, transporte, refinación y almacenamiento del crudo pesado se ve afectada por la presencia de compuestos químicos que provocan corrosión, generando altas pérdidas económicas en el sector [8]. Las variables de mayor influencia sobre la corrosión

por crudos pesados son: la concentración de las especies de azufre, el tiempo, la temperatura, velocidad de flujo, mezclas de fases, cavitación, etc. [7].

La corrosión generada por las especies de azufre presentes en el crudo se denomina sulfidación. El azufre puede encontrarse en forma de compuestos orgánicos como tiofenos, mercaptanos, sulfuros y disulfuros, entre otros. Estos compuestos orgánicos se descomponen térmicamente en sulfuro de hidrógeno, generando diferentes velocidades de corrosión formando una capa en la superficie del metal, la cual puede proteger la superficie metálica en el caso de ser estable, o acelerar el proceso de corrosión si ésta es inestable [7-9]. A causa de su estructura molecular, cada tipo de compuesto tiene una capacidad diferente para descomponerse térmicamente en H₂S y generar diferentes tipos de deterioro en el material por corrosión sulfídica [10].

Por esta razón, en el presente trabajo de investigación se determinó la velocidad de corrosión por sulfidación del acero AISI 1020 en función del tiempo y la estructura molecular de compuestos de azufre empleando crudos simulados. Para la industria petroquímica, los resultados de la presente investigación son de alto interés para la industria petroquímica, debido a que permite analizar el efecto individual de las diferentes estructuras moleculares de los compuestos orgánicos de azufre que están presentes generalmente en los crudos pesados, avanzando en el entendimiento de los mecanismos de corrosión por sulfidación que ocurren en las refinerías a nivel mundial.

1. MARCO TEÓRICO

1.1 GENERALIDADES DE LOS CRUDOS

La importancia del petróleo es muy alta para la sociedad, por esto sigue siendo la fuente principal para suplir la demanda energética mundial [11]. En la actualidad cerca del 40% del consumo energético proviene del petróleo, y las proyecciones a futuro indican que esta dependencia energética en crudo se mantendrá durante las próximas décadas [1, 2, 12]. Más del 90% de las reservas de petróleo se localizan en Oriente Medio, Rusia, Asia Central, África y América Latina. La mayor parte del consumo de este hidrocarburo se realiza en regiones que disponen de una parte reducida de las reservas como Estados Unidos, la Unión Europea y Asia oriental, quienes dependerán cada vez más de las regiones exportadoras ya que es vital para sus economías y sus formas de orientación social [1, 2].

1.2 CLASIFICACIÓN DEL CRUDO

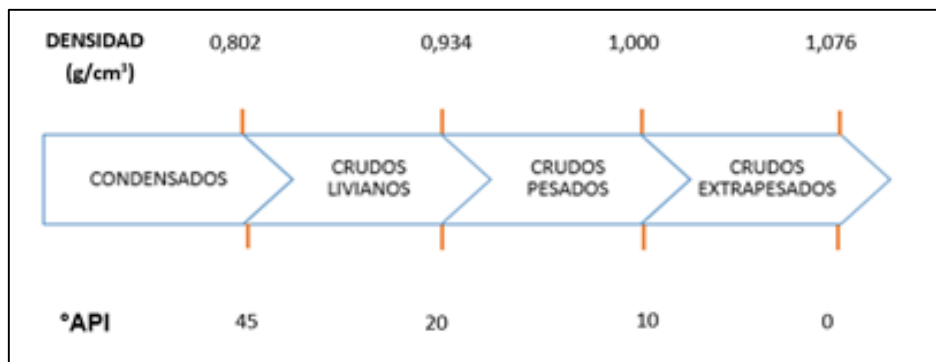
Los crudos se pueden clasificar de diferentes maneras, una de ellas es basada en el contenido de azufre. Es amargo el que cuenta con más de 0,5% p/p de azufre y dulce el que contiene menos de un 0,5% p/p [11].

Otra clasificación comúnmente empleada en la industria petroquímica es mediante la gravedad API (siglas del Instituto Americano del Petróleo), la cual se basa en el concepto de gravedad específica (GE) que compara las densidades del crudo y el agua a las mismas condiciones de temperatura. La gravedad API se calcula mediante la ecuación (1) [13].

$$[\text{°API} = \frac{141,5}{GE} - 131,5] \quad (1)$$

Así, como se muestra en la Figura 1, un crudo se considera ligero si su gravedad API es mayor a 20° API, pesado para gravedad entre 20 y 10° API, y extrapesado para gravedad menor a 10° API [11].

Figura 1. Relación de la gravedad API (°API) con la densidad del crudo.



Fuente: Adaptado de Prada y Barrera, 2016 [7].

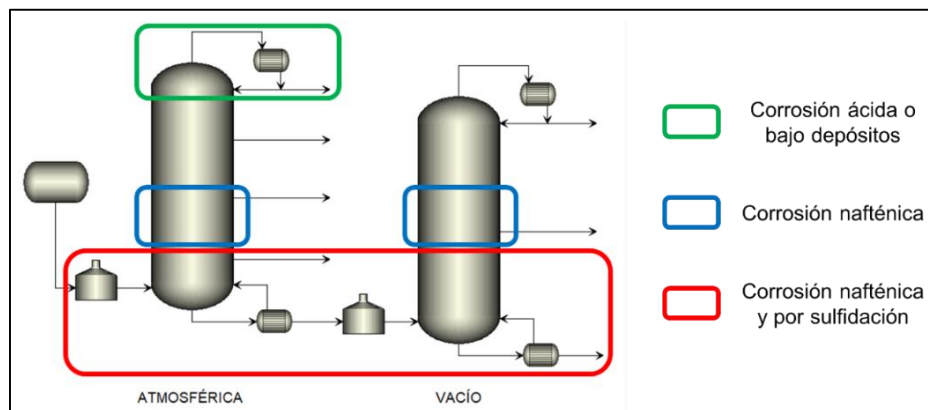
1.3 CORROSIÓN POR CRUDOS PESADOS

El crudo pesado se produce debido a la biodegradación del crudo ligero, el cual está expuesto a microorganismos como las bacterias que degradan los hidrocarburos livianos, el aire y el agua, produciendo la oxidación del petróleo en donde se presenta un aumento de la densidad, la acidez, la viscosidad y el contenido de azufre; que ocasiona pérdidas de sus fracciones más ligeras proporcionándole fracciones pesadas y produciendo así hidrocarburos pesados [13].

La velocidad de flujo, la concentración de las especies de azufre, el Número Total de Acidez (TAN), y las aleaciones que contienen cromo son parámetros importantes en el control de la corrosión por crudos pesados. Sin embargo, es difícil correlacionar una variable con otra para medir el efecto sinérgico sobre las velocidades de corrosión. Los efectos combinados de las diferentes variables pueden causar corrosión uniforme y/o corrosión localizada que en algunos casos puede ser severa [7].

En la Figura 2, se muestra la sección de destilación, compuesta por la torre de destilación atmosférica y la torre de destilación al vacío. El ataque ocurre generalmente en la sección de vacío, aparentemente por una concentración de los ácidos orgánicos en la corriente de crudo reducido. Los equipos sometidos a altas velocidades o turbulencias son propensos a sufrir este ataque. Por ello, aparece con más severidad en las bombas centrífugas, entradas y líneas de transferencia de hornos y torres de destilación [9].

Figura 2. Áreas afectadas por corrosión por crudos pesados.

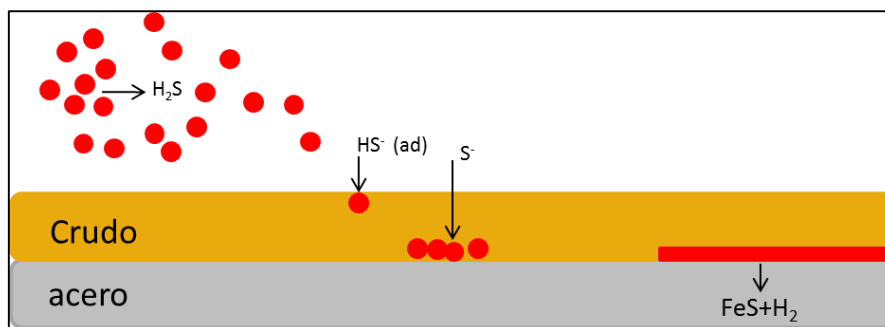


Fuente: Adaptado de Prada y Barrera, 2016 [7].

1.4 CORROSIÓN POR SULFIDACIÓN

La corrosión por sulfidación a alta temperatura se define como la corrosión de metales o aleaciones por compuestos orgánicos de azufre que están presentes en los hidrocarburos líquidos, y se asocia al deterioro de los materiales cuando entran en contacto con el H_2S . El rango de temperatura estimado en cual se presenta este tipo de corrosión está entre 232- 427 °C. Esta corrosión se manifiesta, aunque no siempre, con una disminución uniforme de la pared del componente en donde se forman capas protectoras de sulfuro de hierro (FeS) [14]. El mecanismo de ataque por sulfidación ocurre por la descomposición térmica de los compuestos de azufre activos que producen H_2S [15]. Este mecanismo se muestra en la Figura 3.

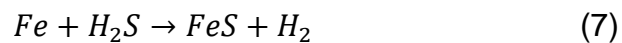
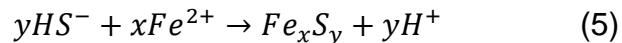
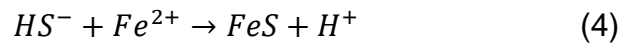
Figura 3. Esquema del mecanismo de corrosión por sulfidación.



Fuente: Adaptada de Rodríguez y Sanmiguel, 2013 [15].

Las variables de mayor influencia en el fenómeno de corrosión por sulfidación son: la estructura molecular de los compuestos de azufre y su concentración; el tiempo de exposición; la temperatura del sistema; la velocidad del fluido y la fase en la cual éste se encuentre (líquido, vapor o gaseoso); la concentración de ácidos nafténicos; la presencia de hidrógeno y el tipo de acero expuesto, entre otras [16]. El fenómeno

de sulfidación se representa mediante las reacciones que se muestran a continuación:



En la ecuación (2) se presenta una reacción anódica de oxidación del hierro donde se liberan electrones, mientras en la ecuación (3) se presenta una reacción de disociación del H₂S en donde se ioniza mientras que el hidrógeno mantiene su mismo estado de oxidación. En la ecuación (4) se muestra la reacción de los productos obtenidos de las reacciones (2 y 3), formando sulfuros de hierro en la superficie del acero estequiométricos, o no estequiométricos en la ecuación (5). En la ecuación (6) se muestra la reacción catódica de reducción del hidrógeno para formar H₂. La ecuación (7) muestra la reacción global que ocurre [14-22].

1.5 MÉTODO GRAVIMÉTRICO

Este método de monitoreo de corrosión se basa en la diferencia entre dos mediciones de la muestra: la masa inicial y la masa después de ser expuesta a un medio corrosivo, para cuantificar y conocer la variación de la masa después de someterse a un tiempo de inmersión determinado [7]. Este método se puede aplicar en diferentes tipos de materiales y en diferentes ambientes de corrosión.

2. ESTADO DEL ARTE

En el año 2012, Jung Kim y colaboradores estudiaron la corrosión en las aleaciones de Fe – 2,25% Cr - 1% Mo, empleando una mezcla de gases $N_2/H_2O/H_2S$ a 1 atmósfera de presión y temperaturas de 600, 700 y 800 °C durante 70 horas. El producto de corrosión por la sulfidación del acero fue el FeS. Los resultados arrojaron ganancias de peso diferentes para cada ensayo, que se deben a cinéticas de corrosión rápidas debido a la formación de FeS no estequiométrico indicando que la resistencia a la corrosión de los materiales es deficiente. La capa externa mostró un rápido crecimiento que la hace frágil y no adherente, constituida principalmente de FeS que se formó por la difusión hacia el exterior de iones de hierro y en menor cantidad Cr y Mo. La capa interna constituida principalmente por $FeCr_2S_4$ y FeS se formó por la difusión hacia el interior de iones azufre. A partir de esto se concluyó que el rápido crecimiento de la capa no permite que los productos formados se adhieran adecuadamente, mientras la variación en la composición de los productos de corrosión entre la capa interna y externa permite la propagación de las grietas en el material [18].

En el año 2014, Bai y colaboradores investigaron la morfología, composición química, estructura cristalina y el crecimiento de los productos de corrosión formados sobre el acero X52 en fase vapor y líquido. Realizaron experimentos para estudiar los efectos de la presión parcial de H_2S , la temperatura y el tiempo de reacción sobre las propiedades de los productos de corrosión. Los resultados demostraron la presencia de mackinawita, FeS cúbico, troilita y pirita, la cual varía en función de la concentración de H_2S y la temperatura. Se encontraron diferentes productos de corrosión obtenidos de la reacción del hierro y el sulfuro de hidrógeno. Se observó un crecimiento limitado de sulfuro de hierro hexagonal debido al movimiento hacia el exterior de los iones de hierro a través de la película de sulfuro [19].

En el 2015, Bai y colaboradores publicaron una investigación en la que evaluaron, para tiempos cortos de reacción, la etapa de iniciación y desarrollo de la corrosión del acero X52 en entornos de H₂S en fase gaseosa y líquida. Los resultados revelaron que la corrosión inicia en los límites de grano, dando paso inicialmente a la formación de productos de corrosión en ambos lados del límite de grano y acumulándose posteriormente; los principales productos de corrosión son mackinawita y FeS cúbicos. Se observó un aumento en el contenido de azufre de los productos de corrosión conforme aumenta el tiempo de exposición. Además de esto, los análisis de espectroscopía fotoelectrónica de rayos X (XPS) mostraron la composición y los estados de valencia de los productos de corrosión. Finalmente, los autores plantean un modelo del proceso de formación de películas de productos de corrosión de la siguiente forma: inicialmente, los iones Fe(II) obtenidos en la disolución del acero forman productos de corrosión cerca de los límites de grano, los cuales aumentan su espesor con respecto al tiempo; después de esto se general nuevas capas de productos de corrosión por encima y debajo de la capa generada inicialmente en la superficie del acero; y, finalmente, el aumento en el tiempo de exposición permite que los productos de corrosión presenten un mayor contenido de azufre [20].

Lepore presentó en 2016 una investigación que evalúa el efecto de la estructura de 8 compuestos de azufre sobre la velocidad de corrosión de 5 aceros de baja, media y alta aleación. Los compuestos de azufre que se eligieron para representar un amplio conjunto de estructuras son: dos mercaptanos, un sulfuro y un disulfuro alifáticos; un sulfuro y un disulfuro aromáticos; y dos tioéteres cíclicos. El diseño de experimentos se llevó a cabo a diferentes temperaturas y tiempos de exposición, se caracterizaron los productos de corrosión mediante SEM-EDS y DRX. A partir de esto se concluyó que la velocidad de corrosión por sulfidación causada por los mercaptanos es mayor, seguida por sulfuros y disulfuros de cadena alifática, mientras los compuestos de estructura cíclica produjeron velocidades de corrosión despreciables [21].

En 2017, Huang y colaboradores publicaron un estudio evaluando el efecto del pH y la concentración de H_2S sobre los productos de corrosión formados sobre el acero X52, con diferentes valores de pH y concentración de H_2S . Se caracterizaron por espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS) y técnicas de análisis superficial, tales como microscopía electrónica de barrido de emisión de campo (FE-SEM) Y difracción de rayos X (XRD). Se analizaron los efectos del pH de la disolución y la concentración de H_2S en las propiedades de la película y se evaluó la velocidad de corrosión del acero. A partir de esto se concluyó que se forma una capa de FeS estequiométrico durante la corrosión H_2S del acero. A pH bajo y baja concentración de H_2S , la película es principalmente FeS cristalino. Cuando la concentración de H_2S aumenta se forma mackinawita. A pH alto y baja concentración de H_2S , la película es FeS amorfo. A medida que aumenta la concentración de H_2S , la película de productos de corrosión se hace más gruesa, mientras la velocidad de corrosión disminuye [22].

En el 2017, Sharifi-Asl y colaboradores publicaron un estudio donde investigaron la corrosión sulfídica a alta temperatura del acero al carbono, esto lo hicieron por el método de gravimetría. Las mediciones de la pérdida de peso de la corrosión se realizaron en función de la temperatura, la concentración del compuesto de azufre y el tiempo. El compuesto de azufre que se utilizó fue el Dimetil Disulfuro (DMDS). La estructura, la morfología y la composición química, se analizaron mediante el microscopio electrónico de barrido (SEM). A partir de esto se encontró que la velocidad de corrosión aumento con la temperatura, y también se puede ver que la velocidad de reacción de corrosión está aumentando a una concentración de azufre más baja. Se postula que el fuerte aumento en la velocidad de corrosión a una menor concentración de azufre se debe a la falta de homogeneidad de la capa de corrosión sobre el metal y su alta porosidad [16].

3. OBJETIVOS

3.1 OBJETIVO GENERAL

Determinar la velocidad de corrosión por sulfidación del acero AISI 1020 en función del tiempo y la estructura molecular de compuestos de azufre.

3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Determinar mediante gravimetría la velocidad de corrosión por sulfidación del acero AISI 1020.
- Evaluar la morfología de los productos de corrosión mediante las técnicas de caracterización superficial SEM-EDS y DRX.
- Representar un modelo estadístico que relacione el efecto del tiempo y la estructura molecular de compuestos de azufre sobre la velocidad de corrosión del acero AISI 1020.

4. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

En la Figura 4, se observa la metodología para la determinación de la velocidad de corrosión por sulfidación del acero AISI 1020 en función del tiempo y la estructura molecular de compuestos de azufre, teniendo como fundamento el estado del arte que refleja los problemas de corrosión por sulfidación.

Figura 4. Metodología de la investigación.



4.1 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

Durante esta investigación se profundiza en la búsqueda de información bibliográfica relacionada con los temas de interés tales como: corrosión por crudos pesados, corrosión por compuestos de azufre y las variables de mayor influencia sobre la corrosión por sulfidación, entre otros. Las fuentes empleadas son: trabajos de grado, proyectos de maestría, tesis de doctorado, libros, artículos científicos, revistas y páginas web.

4.2 DISEÑO DE EXPERIMENTOS

Las variables de operación predominantes en la velocidad de corrosión del material son: el porcentaje en peso del compuesto de azufre del crudo simulado, el tiempo de exposición, la temperatura y el tipo de compuesto de azufre, las cuales se establecen de acuerdo con el estado del arte. Las unidades de las variables de operación son las siguientes: Presión [PSI]; volumen del crudo simulado [cm^3]; temperatura [$^{\circ}\text{C}$]; tiempo de exposición [h] y compuesto de azufre [%p/p]. Se realizan 9 pruebas en donde las variables que se evalúan son el tiempo de exposición a 24, 48 y 72 horas y la estructura molecular de los compuestos de azufre los cuales son: Dimetil Disulfuro (DMDS), Dimetil Sulfuro (DMS) y Etanotiol (ETT). La estructura molecular de los compuestos de azufre se establece como variable de la presente investigación debido a que los tipos de enlace presentes en cada molécula producen una variación en la cantidad de H_2S formado, y, por lo tanto, en la velocidad de corrosión del acero AISI 1020 [14, 21]. Por otra parte, el fenómeno de sulfidación depende de la difusión de los iones de hierro y azufre a través de la capa de productos de corrosión formada inicialmente, la cual aumenta su espesor en función del tiempo de exposición, razón por la cual se establece el tiempo como variable en la presente investigación [16, 20]. Las pruebas se realizan en el orden mostrado en la Tabla 3 en el Anexo A. Cada ensayo se realiza por triplicado, a partir de lo cual se calcula el promedio y la desviación estándar para cada prueba.

4.3 PREPARACIÓN DE MATERIALES Y REACTIVOS

En la elaboración experimental de esta investigación se utiliza el acero AISI 1020, adicionalmente se emplea un aceite mineral en preparación de tres soluciones homogéneas con Dimetil Sulfuro (DMS), Dimetil Disulfuro (DMDS) y Etanotiol (ETT).

En la Figura 5, se muestran los cupones gravimétricos compuestos de acero AISI 1020, de dimensiones promedio: largo 2,22 [mm], ancho 1,22 [mm], grosor 0,13 [mm] y diámetro de orificio 0,34 [mm]. La preparación metalográfica consiste en desbastar la superficie del cupón de forma continua, empleando papel abrasivo de carburo de silicio N°150, 220, 400, 600, 1200, 2000; posteriormente se toman las dimensiones con un calibrador y se calcula su masa promedio. La preparación de los cupones gravimétricos se basa en la norma ASTM G1-03 [23]. Se caracterizaron los cupones con el fin de determinar su composición y microestructura del acero AISI 1020. Para esto se utilizaron las técnicas: la Espectroscopía de Emisión Atómica siguiendo la norma ASTM A751-14 y Análisis Metalográfico empleando la norma ASTM E3-11.

Figura 5. Cupón gravimétrico.



Se preparan tres crudos simulados utilizando un aceite mineral de tipo comercial y tres compuestos de azufre diferentes que son: Dimetil Sulfuro (DMS), Dimetil Disulfuro (DMDS) y Etanotiol (ETT). El aceite mineral se somete a una prueba preliminar a temperatura de 300°C y tiempo de exposición 72 horas para garantizar que no presente trazas de compuestos de azufre y esto no afecte el resultado de las pruebas. Para la preparación del crudo simulado se calculan los volúmenes necesarios, conociendo la concentración de azufre que es del 1% p/p y sus respectivas densidades como se observa en los cálculos del Anexo B, y los volúmenes de cada compuesto de azufre se muestran en la Tabla 1. Se mezcla el

aceite mineral y el compuesto de azufre respectivo de tal forma que se obtenga una solución homogénea.

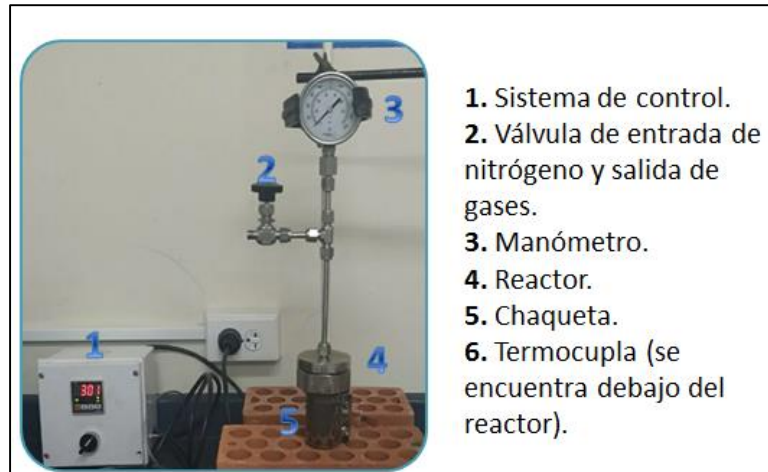
Tabla 1. Volúmenes empleados.

	SUSTANCIA	VOLUMEN
Crudo 1	Aceite Mineral	500 mL
	Dimetil Disulfuro (DMDS)	4,0 mL
Crudo 2	Aceite Mineral	500 mL
	Dimetil Sulfuro (DMS)	3,2 mL
Crudo 3	Aceite Mineral	500 mL
	Etanotiol (ETT)	5,0 mL

4.4 EQUIPO

Se utilizó un reactor tipo batch autoclave estático, con capacidad de llenado de 40 [mL] como se muestra en la Figura 6.

Figura 6. Reactor tipo batch.



4.5 MONTAJE Y DESARROLLO EXPERIMENTAL

Antes de iniciar cada prueba, primero se realiza la preparación metalográfica de los cupones, se pesan para obtener un peso promedio de cada uno empleando una balanza analítica con una precisión de $\pm 0,001$ [g]. Posteriormente se adiciona 15 [mL] de crudo simulado en un tubo pyrex y se adiciona el cupón, luego se inserta el tubo pyrex dentro del reactor. Se realiza una purga con nitrógeno analítico de alta pureza en ciclos de 5 repeticiones para eliminar el oxígeno presente en el reactor, se procede a poner la chaqueta y la termocupla para que quede conectado al sistema de control de temperatura. La presión y temperatura inicial del sistema fueron 100 psig y 300°C, respectivamente. Sin embargo, la presión final del sistema no es igual para los diferentes ensayos debido a que depende de la cantidad de H₂S generado por cada compuesto. Una vez terminado el tiempo de la prueba se desconecta el control de temperatura y se permite que el reactor alcance la temperatura ambiente. Por último, el cupón es retirado del reactor, pesado en balanza analítica y almacenado en desecador para su posterior análisis superficial.

4.6 CÁLCULO DE LA VELOCIDAD DE CORROSIÓN DE LOS ACEROS

Se llevan a cabo los cálculos de la velocidad de corrosión del acero AISI 1020 en función del tiempo y la estructura molecular de los compuestos de azufre por medio de gravimetría según lo estipulado en la norma ASTM E3-11.

4.7 CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA DE LA SUPERFICIE DE LOS ACEROS POR SEM-EDS Y DRX.

La caracterización de los productos de corrosión del acero AISI 1020 se desarrolló en base a las técnicas analíticas: Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) combinada con Espectrometría de Energía Dispersiva de Rayos X (EDS) y Difracción de Rayos X (DRX), las cuales se llevan a cabo en los Laboratorios de Microscopía y de Difracción del Parque Tecnológico Guatiguará de la Universidad Industrial de Santander. Los fundamentos teóricos de estas técnicas se presentan en el Anexo C.

5. ANÁLISIS DE RESULTADOS

5.1 CARACTERIZACIÓN DEL ACERO

La identificación del acero AISI 1020 se realizó mediante un espectrómetro de emisión óptica marca Bruker Elemental, esto se hace respecto a los valores nominales establecidos en la norma ASTM E415-15 [24]. Los resultados de la caracterización de Espectrometría De Emisión Atómica se pueden observar en la Tabla 2, donde se realizó una comparación con el contenido típico de un acero AISI 1020 según la literatura [25]. La concentración de otros elementos de menor presencia en el acero y las técnicas empleadas se especifican en su totalidad en el Anexo D.

Tabla 2. Caracterización del acero AISI 1020.

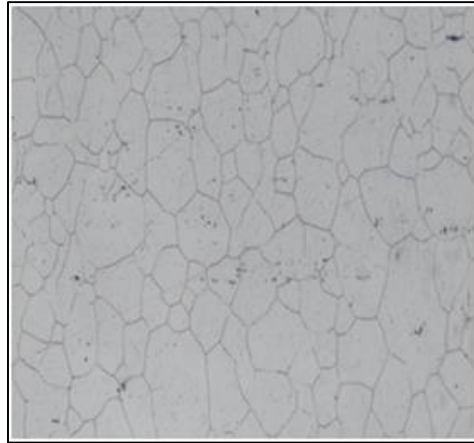
ELEMENTO	COMPOSICIÓN ESTÁNDAR [%p/p]	MUESTRA CARACTERIZADA [%p/p]
Carbono	0 -1,1	0,201
Cromo	0 -2,25	0,032
Manganeso	0 -2,0	0,665
Níquel	0 -5,0	< 0,0050
Fósforo	0 -0,085	0,014
Silicio	0 -1,15	0,192
Azufre	0 -0,055	< 0,150

Fuente: Laboratorio de Microscopía, Parque Tecnológico Guatiguará - UIS.

El análisis metalográfico se realizó en el Microscopio Óptico OLYMPUS GX71 para identificar la microestructura del acero AISI 1020, de acuerdo con las especificaciones de la Norma ASTM E3-11 [26]. En la Figura 7, se observa los

límites de grano definidos a una magnificación de 200x. A partir de la caracterización metalográfica realizada se confirma que el material empleado durante la presente investigación es el acero AISI 1020.

Figura 7. Micrografías del acero AISI 1020 a 200x.



Fuente: Laboratorio de Microscopía, Parque Tecnológico Guatiguará - UIS.

5.2 VELOCIDAD DE CORROSIÓN DEL ACERO AISI 1020

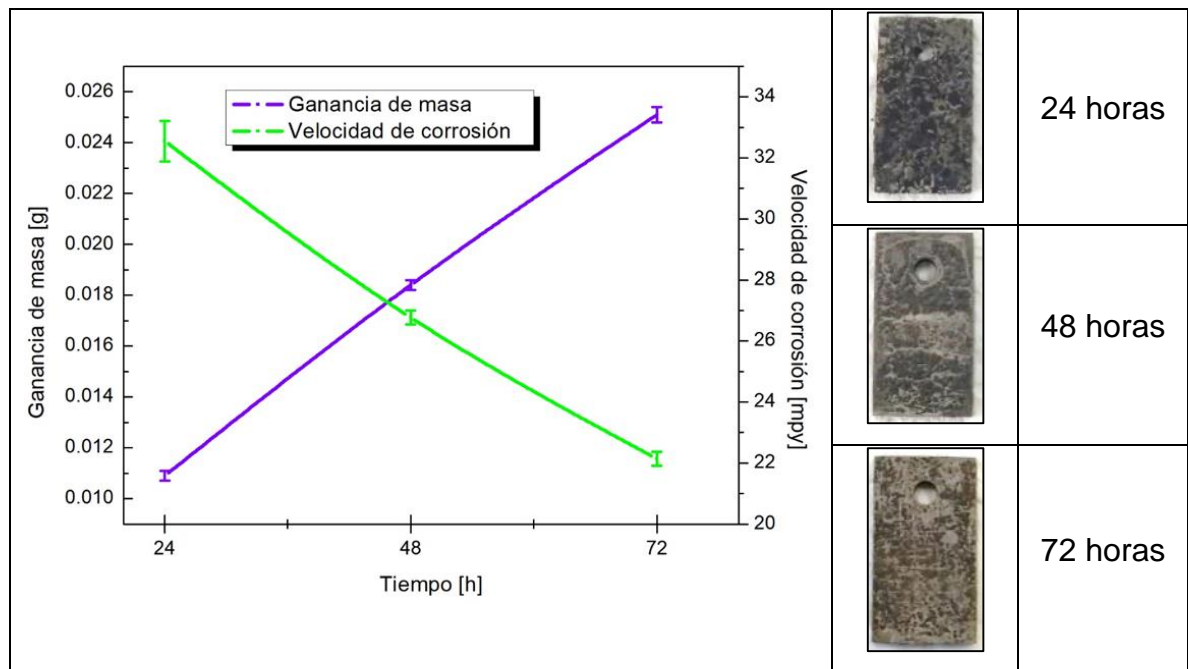
Mediante la técnica de gravimetría se calcula la velocidad de corrosión del acero AISI 1020 expuesto a crudos simulados, y los cálculos realizados se presentan en los Anexos E, F, G.

En la Figura 8, se muestran los cupones gravimétricos empleados después de las pruebas de corrosión en función del tiempo y el compuesto de Dimetil Disulfuro (DMDS). Se puede observar que al transcurrir el tiempo hay un aumento de la cantidad de productos de corrosión formados, es decir, se genera un aumento en la ganancia de masa. Se observa que la velocidad de corrosión disminuye a medida que el tiempo de exposición aumenta, este fenómeno sucede debido a que se

produce H_2S por la descomposición térmica del Dimetil Disulfuro (DMDS), y se da la difusión de iones de azufre hacia la matriz metálica y iones de hierro hacia afuera a través de la capa formada. Esta difusión se hace cada vez más lenta debido a que la capa de productos de corrosión se hace mas gruesa con el tiempo dificultando la difusión de los iones, por lo que la velocidad de corrosión del material disminuye [16].

En la Figura 9, se observan los cupones expuestos al compuesto de azufre Dimetil Sulfuro (DMS). En las primeras 24 [h] se forman dos capas: la primera es una capa oscura adherida a la superficie del cupón, mientras la segunda es una capa negra formada en regiones específicas del acero; A las 48 [h] la primera capa formada se mantiene adherida mientras que la segunda se ha deteriorado con el tiempo debido a que no es estable. Esta capa inestable se desprende en su totalidad transcurridas 72 [h], permaneciendo la primera capa formada de manera homogénea. Al aumentar el tiempo de exposición, tanto la velocidad de corrosión como la ganancia de masa disminuyen, debido al sulfuro de hierro que se produce en la superficie del acero como producto de corrosión, el cual puede tener un carácter protector hacia el material [27].

Figura 8. Comportamiento del acero AISI 1020 expuesto a un crudo simulado con 1%p/p de Dimetil Disulfuro (DMDS).



La Figura 10, muestra que los cupones expuestos al compuesto de azufre Etanotiol (ETT) forman un producto de corrosión que es poco estable, debido a que este compuesto produce H_2S de forma continua. Dada la inestabilidad de los productos de corrosión formados, algunas zonas del acero AISI 1020 quedan expuestas nuevamente el ataque del H_2S , aumentando la ganancia de masa y la velocidad de corrosión. Además de esto, dado que el acero AISI 1020 no presenta una cantidad significativa de aleantes, su resistencia a la corrosión por sulfidación es muy baja y se deteriora constantemente en presencia de diferentes compuestos de azufre [28].

Figura 9. Comportamiento del acero AISI 1020 expuesto a un crudo simulado con 1%p/p de Dimetil Sulfuro (DMS).

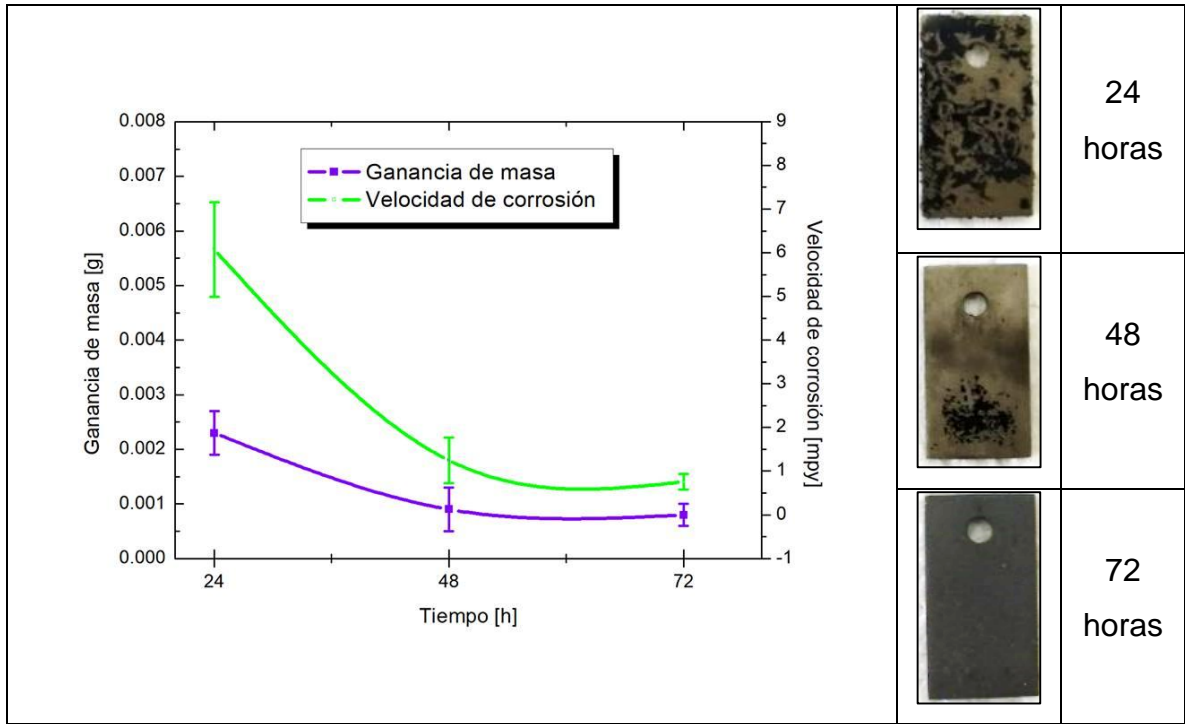
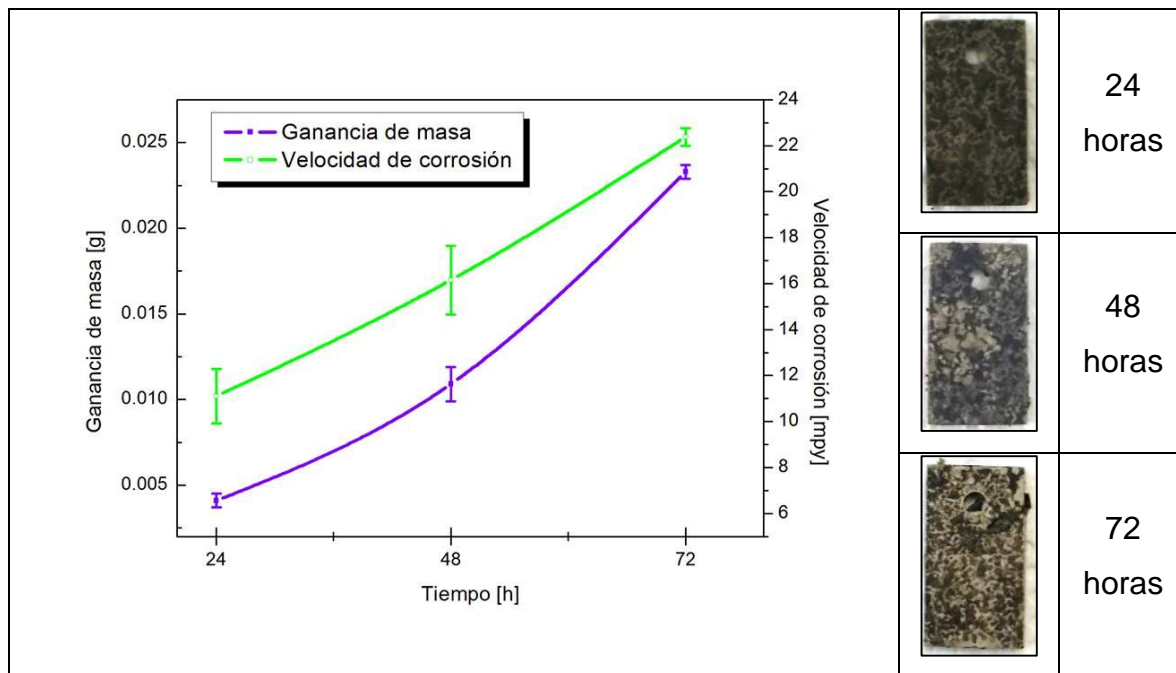


Figura 10. Comportamiento del acero AISI 1020 expuesto a un crudo simulado con 1%p/p de Etanotiol (ETT).



5.3 CARACTERIZACIÓN POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

El análisis de la técnica de Microscopía Electrónica de Barrido combinada con Espectrometría de Energía Dispersiva de Rayos X (SEM-EDS) se realizó en los cupones expuestos en un crudo simulado a una temperatura de 300°C y un tiempo de exposición de 72 [h]. La elección de los cupones se realizó en base a los resultados obtenidos del análisis gravimétrico. En los Anexos H, I, y J se muestran los informes de la caracterización por SEM-EDS para los compuestos de azufre: Dimetil Disulfuro (DMDS), Dimetil Sulfuro (DMS) y Etanotiol (ETT), respectivamente.

En la Figura 11, se aprecian las morfologías de las escalas de corrosión después de 72 [h] de prueba en 1% en peso de Dimetil Disulfuro (DMDS). Este compuesto produjo en el acero AISI 1020 dos capas, la primera es homogénea y de tipo

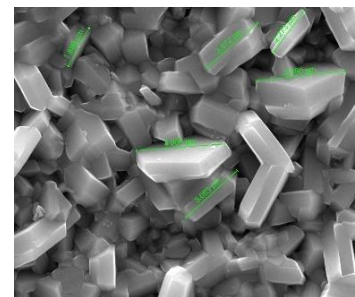
semiprotectora, mientras, la segunda capa se muestra inestable debido a que se desprende a lo largo del tiempo. Se observa que la primera capa tiene una cantidad de azufre del 35,21 wt% con cristales hexagonales que tienen un tamaño comprendido entre 3,465-9,616 μm , mientras, la segunda capa que se va desprendiendo tiene una cantidad de azufre del 31,87 wt%, con una estructura típica de sulfuro de hierro de forma hexagonal con cristales de aproximadamente 1,898-3,900 μm .

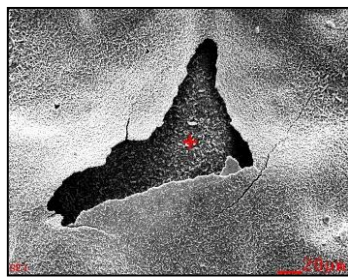
En la Figura 12, se observa la formación de una capa homogénea de sulfuro de hierro en el acero AISI 1020, la cual se encuentra adherida a la superficie y tiene carácter protector, lo cual ocasiona que la velocidad de corrosión del acero disminuya. En cuanto a su morfología, se observa que, en comparación a los productos obtenidos para el Dimetil Disulfuro (DMDS), los cristales formados por el Dimetil Sulfuro (DMS) mantienen la forma hexagonal, pero son más pequeños, con una medida aproximadamente entre 312,5 nm-2,331 μm .

Figura 11. Micrografía de SEM-EDS para el cupón expuesto a Dimetil Disulfuro (DMDS) a 300 °C y 72 horas.

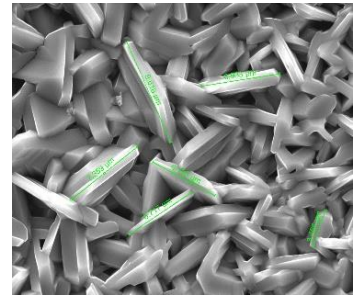


Element	wt%	At%
CK	00,90	03,23
OK	00,90	02,43
SK	31,87	42,98
FeK	66,34	51,36
Matrix	Correction	ZAF



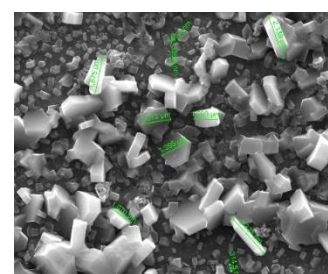
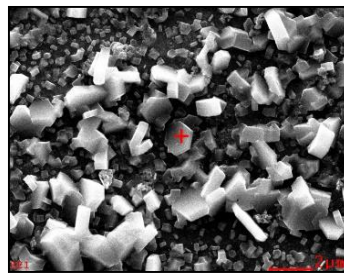
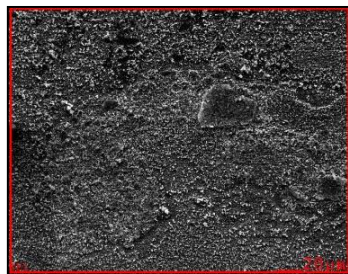


Element	wt%	At%
CK	00,93	03,26
OK	01,22	03,22
SK	35,21	46,27
FeK	62,64	47,25
Matrix	Correction	ZAF



Fuente: Laboratorio de Microscopia, Parque Tecnológico Guatiguará, UIS.

Figura 12. Micrografía de SEM-EDS para el cupón expuesto a Dimetil Sulfuro (DMS) a 300 °C y 72 horas.



Element	wt%	At%
CK	02,05	07,17
OK	07,46	19,63
SK	09,04	11,86
FeK	81,45	61,35
Matrix	Correction	ZAF

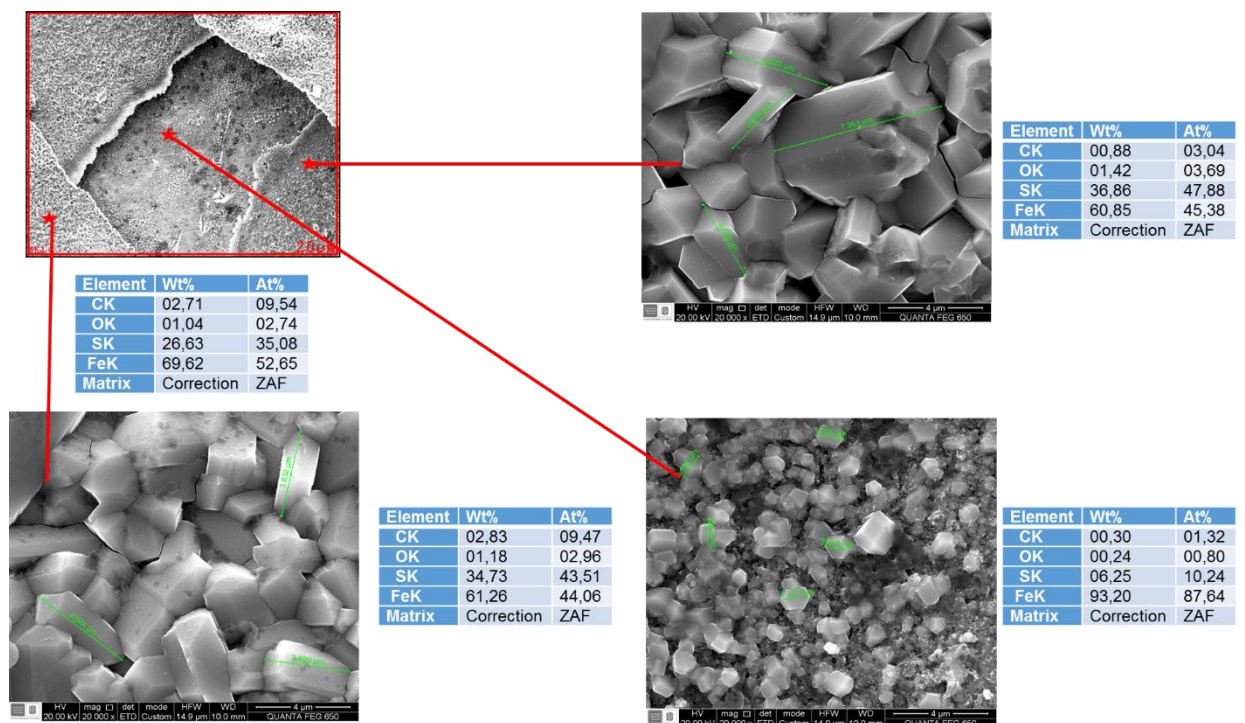
Element	wt%	At%
CK	01,34	04,93
OK	07,07	19,53
SK	05,22	07,19
FeK	86,37	68,35
Matrix	Correction	ZAF

Fuente: Laboratorio de Microscopia, Parque Tecnológico Guatiguará, UIS.

En la Figura 13, se observan 3 capas no homogéneas e inestables en la superficie del acero AISI 1020, cada una con diferente tamaño y composición de azufre: la primera capa tiene cristales aproximadamente de 3,620–4,533 μm con una composición de azufre de 34,73 wt%; la segunda capa tiene un tamaño aproximado de 3,576-7,353 μm con una composición de azufre de 36,86 wt%; y la tercera un intervalo de 884,0 nm-1,205 μm con una composición de azufre de 0,625 wt%.

Además de esto, se determina que a mayor composición de azufre mayor es el tamaño de los cristales hexagonales, debido a que la incorporación de una mayor cantidad de átomos de azufre a la superficie permite que los granos formados continúen su proceso de crecimiento.

Figura 13. Micrografía de SEM-EDS para el cupón expuesto a Etanotiol (ETT) a 300 °C y 72 horas.



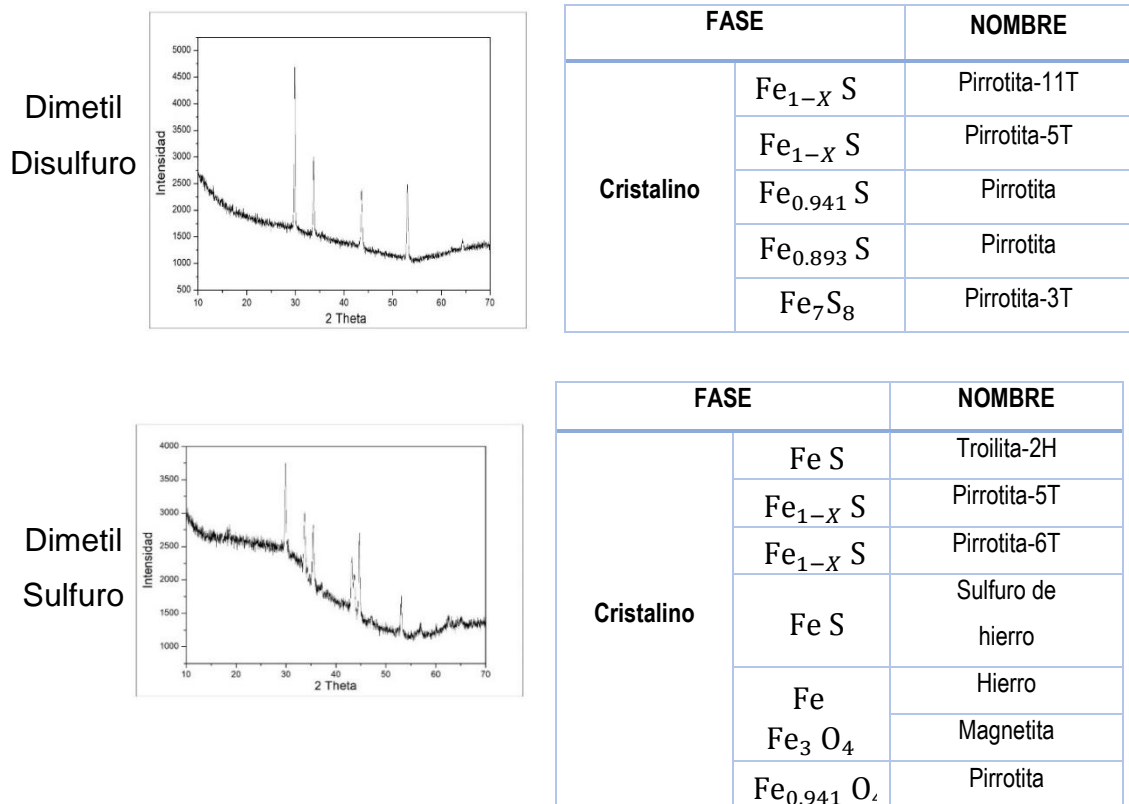
Fuente: Laboratorio de Microscopia, Parque Tecnológico Guatiguará, UIS.

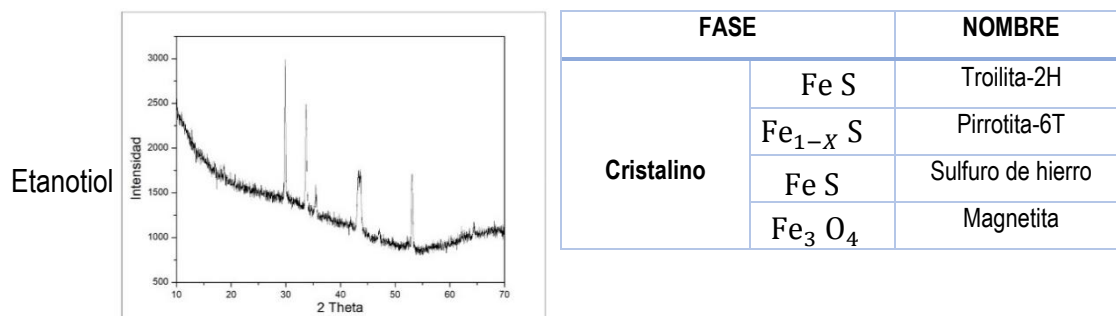
5.4 CARACTERIZACIÓN POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X

Para el acero AISI 1020 expuesto a 72 horas a 300°C, se muestran los resultados obtenidos mediante la técnica de Difracción de Rayos X. Estos resultados se pueden observar en la Figura 14. En el Anexo K se presenta el informe completo

del laboratorio. El análisis de difracción para el acero AISI 1020 expuesto al compuesto Dimetil Disulfuro (DMDS), mostró sulfuros de hierro de diferentes estequiometrías y se identificaron según sus fórmulas; $Fe_{1-x}S$ para pirrotita-11T y pirrotita-5T, $Fe_{0,941}S$ y $Fe_{0,893}S$ para la pirrotita, por último, Fe_7S_8 para pirrotita-3T. La formación de estos sulfuros no garantizó una protección del acero AISI 1020.

Figura 14. Diagrama de DRX del acero AISI 1020 expuesto a 300°C durante 72 horas para los compuestos Dimetil Disulfuro (DMDS), Dimetil Sulfuro (DMS) y Etanotiol (ETT).





Fuente: Laboratorio de Rayos X, Parque Tecnológico Guatiguará, UIS.

Se observan los diferentes sulfuros que se formaron en el acero AISI 1020 por medio del análisis de Difracción para el compuesto Dimetil Sulfuro (DMS), y se identificaron de acuerdo a su fórmula estequiometría las cuales son: FeS para troilita-2H y sulfuro de hierro, Fe_{1-x}S para pirrotita-5T y pirrotita-6T, Fe para hierro, Fe_{0,941}S para pirrotita, Fe_{0,941}S para pirrotita y de óxido de hierro Fe₃O₄ de nombre magnetita. La formación de estos sulfuros y del óxido de hierro garantizó la protección del acero AISI 1020 debido a la capa estable y homogénea formada, tal como se observa en el análisis de SEM-EDS.

El análisis de Difracción para el compuesto Etanotiol (ETT), muestra la presencia de diferentes estequiometrías de sulfuros, las cuales son: FeS para troilita-2 H, Fe_{1-x}S para pirrotita-6T y por último una presencia de óxido de hierro de estequiometría Fe₃O₄ para magnetita. La formación de estos sulfuros y óxido de hierro no proporcionó una capa protectora en el acero AISI 1020, debido a la formación de 3 capas inestables que en el transcurso del tiempo se desprendieron como se detalló en los análisis de SEM-EDS.

De esta forma, la variación en la estructura molecular de compuestos de azufre conduce a la formación de productos de corrosión de diferentes estructuras cristalinas y con diferentes estequiometras, las cuales pueden proporcionar al acero AISI 1020 un determinado grado de protección de acuerdo con su homogeneidad y

estabilidad, lo cual es de gran importancia para la industria petroquímica a la hora de plantear estrategias de control y predicción de la corrosión por sulfidación.

5.5 ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LAS VARIABLES DEL DISEÑO DEL PROCESO

Para el análisis estadístico de las variables se utilizó una versión de prueba del software estadístico Statgraphics ©, con el fin de establecer una correlación entre la velocidad de corrosión del acero AISI 1020 como variable dependiente, y las variables independientes analizadas en la presente investigación, las cuales son el tiempo de exposición y la estructura molecular de los compuestos de azufre. El diagrama de Pareto permite organizar de forma descendente la influencia que tienen las variables independientes sobre la variable dependiente, donde la línea vertical representa una contribución superior al 80%.

Es importante resaltar que el presente análisis estadístico se realiza mediante variables cuantitativas. Sin embargo, la estructura molecular de los compuestos de azufre corresponde a una variable cualitativa, por lo cual es necesario representarla con un parámetro que pueda ser medido de forma numérica. La estructura molecular de los compuestos afecta las fuerzas de atracción intermolecular, por lo cual influye en sus propiedades fisicoquímicas como es el caso de la densidad, la cual es diferente para cada uno de los compuestos de azufre empleados en esta investigación como se observó en el Anexo B. Teniendo en cuenta esto, y dado que la concentración másica de azufre es igual para los tres crudos utilizados, el volumen de cada compuesto adicionado durante los ensayos gravimétricos puede ser empleado como un parámetro representativo de la estructura molecular de los compuestos de azufre. En el Anexo L se encuentra el cálculo de los volúmenes de compuesto azufre añadidos al reactor, empleados como variable independiente por el software estadístico.

En el diagrama de Pareto de la Figura 15 se observa que la variable independiente que mayor influencia tiene sobre la velocidad de corrosión del acero AISI 1020 es el volumen del compuesto de azufre, tanto en su término lineal (B) como el término cuadrático (BB) ya que ambas barras superan la línea vertical. Por el contrario, los términos lineal (A) y cuadrático (AA) asociados con el tiempo de exposición no presentan una influencia estadísticamente relevante sobre la velocidad de corrosión del acero AISI 1020 comparado con el volumen del compuesto, igual que ocurre con el término que representa la interacción entre las dos variables (AB).

En la Figura 16 se presentan los efectos principales de las variables independientes sobre la velocidad de corrosión del acero AISI 1020, donde es posible observar que el aumento en el tiempo de exposición produce una pequeña variación de la velocidad de corrosión, la cual no es estadísticamente significativa cuando se compara con la variación obtenida al aumentar el volumen del compuesto de azufre. Por esta razón, en la presente investigación se establece que, de las variables independientes analizadas, el volumen del compuesto de azufre presenta una mayor influencia estadística sobre la velocidad de corrosión del acero AISI1020.

Figura 15. Diagrama de Pareto de las variables de operación.

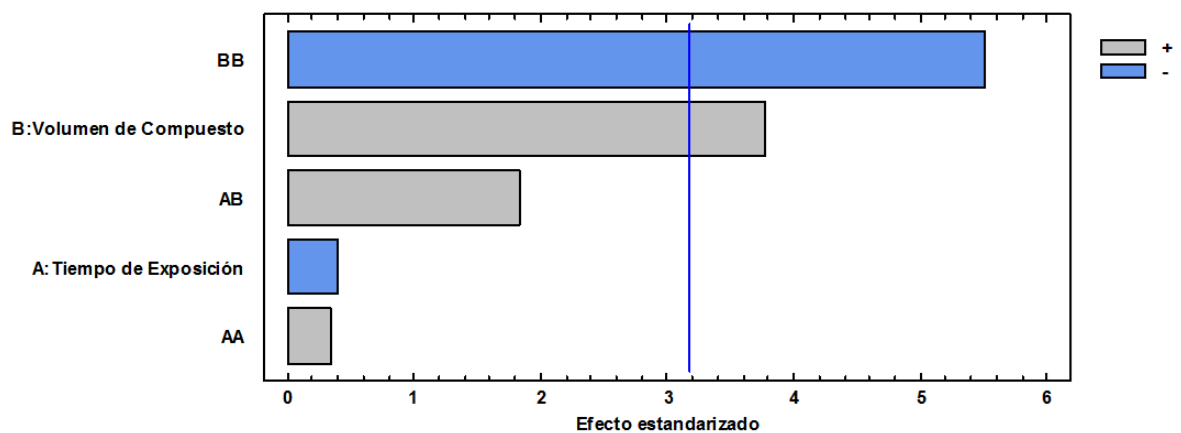
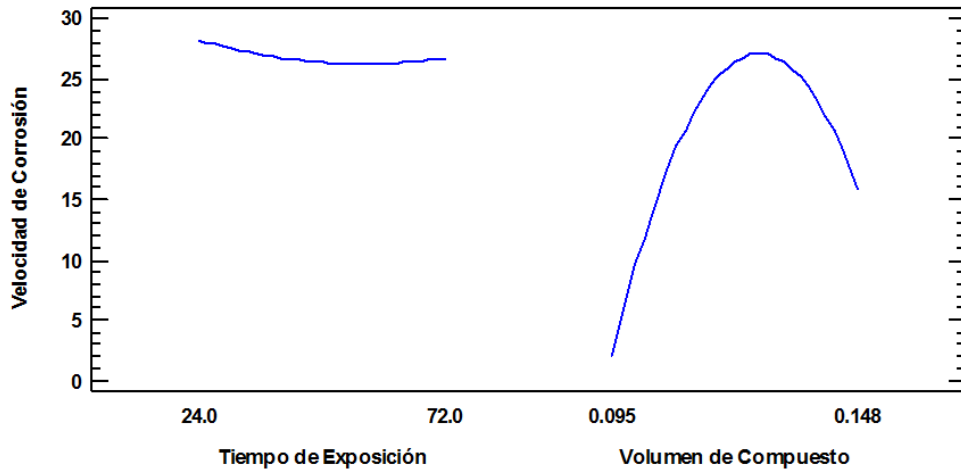


Figura 16. Diagrama de efectos principales sobre la velocidad de corrosión.



Por último a partir de una regresión múltiple se calculan los coeficientes correspondientes para cada una de las variables que permiten modelar la velocidad de corrosión del acero AISI 1020, la cual se muestra en la tabla 3 y en la ecuación 8.

Tabla 3. Coeficientes de regresión para Velocidad de Corrosión del acero AISI 1020.

Coeficiente	Estimado
constante	-329.93
A:Tiempo de Exposición	-1.00875
B:Volumen de Compuesto	6015.04
AA	0.00193122
AB	6.52213
BB	-24965.8

$$\begin{aligned}
 \text{Velocidad de corrosión} = & -329.93 - 1.00875 * \text{Tiempo} + 6015.04 * \\
 & \text{Vol de compuesto de azufre} + 0.00193122 * \text{tiempo}^2 + 6.52213 * \text{Tiempo} * \\
 & \text{Vol de compuesto de azufre} - 24965.8 * \text{Vol de compuesto de azufre}^2 . \quad (8)
 \end{aligned}$$

6. CONCLUSIONES

- Para el acero AISI 1020 expuesto a 300 °C durante 24, 48 y 72 horas a diferentes compuestos de azufre, la velocidad de corrosión disminuye para los crudos simulados con Dimetil Disulfuro (DMDS) y Dimetil Sulfuro (DMS), mientras aumenta para el Etanotiol (ETT), debido a la inestabilidad de los productos de corrosión formados sobre la superficie del material.
- El análisis de SEM-EDS de la superficie del acero AISI 1020 expuesto durante 72 horas a 300 °C y diferentes compuestos de azufre, reveló que para el compuesto Dimetil Sulfuro (DMS) se formó una capa homogénea de sulfuros de hierro con carácter protector, mientras para los compuestos Dimetil Disulfuro (DMDS) y Etanotiol (ETT) se formaron 2 y 3 capas, respectivamente, las cuales no protegen al acero debido a que no son estables ni homogéneas aumentando su grado de deterioro.
- La exposición del acero AISI 1020 a compuestos de azufre de diferente estructura molecular, a 300 °C y 72 h, conduce a la formación de productos de corrosión tipo sulfuro de hierro con estructura cristalina predominante de tipo hexagonal, la cual aumenta su tamaño a medida que aumenta el contenido de azufre en la capa formada.
- A partir del análisis del efecto de las variables independientes, se establece que la variable de mayor influencia estadística sobre la velocidad de corrosión del acero AISI 1020 es el volumen del compuesto de azufre.

7. RECOMENDACIONES

- Realizar pruebas gravimétricas al acero AISI 1020 expuesto a un crudo real con el fin de determinar y analizar el comportamiento de la velocidad de corrosión por sulfidación en el material.
- Evaluar la influencia de la velocidad de agitación, temperatura y el contenido de aleantes en el acero como variables del proceso dentro del sistema, con el fin de determinar la morfología de los productos de corrosión formados por sulfidación y la velocidad de corrosión en el acero ASI 1020.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] CADENA MONROY, A., DIAZ IGLESIAS, Oliver. (2013). Cadena del petróleo [ebook]. Bogotá D.C., [En línea]. Disponible en: <http://www.sipg.gov.co/LinkClick.aspx?fileticket=LlrXCr5MLvQ%3D&tabid=38&language=es-CO>.
- [2] APONTE GUTIÉRREZ, J., ANDRADE MAHECHA, J. (2013). Proyección de Demanda de energía eléctrica en Colombia: Subdirección de planeación energética - Grupo de demanda energética. [ebook]. Bogotá D.C. [En línea]. Disponible en: http://www.siel.gov.co/siel/documentos/documentacion/Demanda/proyeccion_de_manda_ee_Abr_2013.pdf.
- [3] REVISTA PORTAFOLIO. Diciembre 21 de 2016. Industria petrolera mejora sus perspectivas para 2017. Archivo particular. [En línea]. Disponible en: <http://www.portafolio.co/economia/industria-petrolera-mejora-sus-perspectivas-para-2017-502417>.
- [4] RINCÓN EDUCATIVO. (2017). Introducción: ¿Qué es y de dónde proviene el petróleo? [En línea]. Disponible en: <http://www.rinconeducativo.org/es/recursos-educativos/introduccion-que-es-y-de-donde-proviene-el-petroleo>.
- [5] GONZÁLEZ POSSO, C., RAMÍREZ ARANGO, P. (2013). Petróleo Indepaz. [En línea]. Disponible en: http://ediciones.indepaz.org.co/wp-content/uploads/2013/06/Petroleo.Generalidades_de_la_industria_petrolera_en_Colobia-Revista_Indepaz_2013.pdf.

- [6] EL TIEMPO. (2000). Crudos pesados son la alternativa. [En línea]. Disponible en: <http://www.eltiempo.com/archivo/documento/MAM-1220668>.
- [7] ARDILA PRADA, Wilmar Yesid & BARRERA SÁNCHEZ, Geovanny Andrés.: Evaluación de la velocidad de corrosión por sulfidación del acero AISI 317I expuesto a condiciones de una línea de transferencia en el procesamiento de un crudo pesado. Bucaramanga, 2016. Trabajo de grado (Ingeniero Químico). Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físico – Químicas. Escuela de Ingeniería Química.
- [8] TRISTANCHO R, J., HOLGUÍN P, M., RAMÍREZ L, L. (2015). Corrosión a alta temperatura de los recubrimientos metálicos NiCr y NiCrBSiFe depositados mediante proyección térmica. [En línea]. Disponible en: <http://www.scielo.org.co/pdf/prosp/v13n1/v13n1a04.pdf>.
- [9] PEÑA BALLESTEROS, Darío Yesid., SERNA GIL, José Aníbal., GONZÁLEZ DURAN, Raúl Alfredo. (2007). Determinación de la corrosividad de crudos pesados a alta temperatura sobre un acero ferrítico bajo condiciones de agitación. Pereira, Colombia. Universidad Tecnológica de Pereira.
- [10] HASS, Fernanda., ABRANTES, Ana., DIÓGENES, Alysso., PONTE, Haroldo. (2014). Evaluation of naphthenic acidity number and temperature on the corrosion behavior of stainless steels by using Electrochemical Noise technique. *Electrochimica Acta*, 124, 206–210. Elsevier, Ltda.
- [11] PARRA IGLESIAS, Enrique. *Petróleo y gas natural: Industria, mercados y precios*. Madrid: Akal, 2003. Biblioteca Universidad Industrial de Santander.
- [12] BUSTELO, P. (2010). *El petróleo y el gas en la geoestrategia mundial*.

- [13] BAHAMON, C. PERDOMO, Y. Estudio de la viabilidad técnica económica para transportar crudos pesados por el oleoducto alto magdalena. Bucaramanga, 2013. Universidad Industrial de Santander.
- [14] REBAK, R. (2011). Sulfidic corrosion in refineries – a review. Corrosion Reviews.
- [15] RODRIGUEZ, F., SANMIGUEL, D. Evaluación de la influencia del azufre en la velocidad de corrosión de un acero ASTM A335-P9, en ambientes que simulen el procesamiento de un crudo pesado por medio del método gravimétrico.
- [16] SHARIFI-ASI, S., CHAPMAN, D., LIANG, A., CHALONER-GILL, B., COOKE, D., KUPERMAN, A. (2017). High-Temperature Sulfidic Corrosion of Carbon Steel in Model Oil/Sulfur Compound Blends. Nace International.
- [17] SANABRIA, J. Evaluación mediante técnica gravimétrica y electroquímicas, del azufre de un ambiente que simula el procesamiento de un crudo pesado, en la velocidad de corrosión del acero ASTM A335-P9. Bucaramanga, 2014. Universidad Industrial de Santander.
- [18] JUNG, M., HWAM, S., BOK, D. (2012). Corrosion of Fe-2.25%Cr-1%Mo steels at 600-800oC in N₂/H₂O/H₂S atmospheres. SciVerse science direct.
- [19] BAI, P., ZHENG, S., ZHAO, H., DING, Y., WU, J., CHEN, C. (2014). Investigations of the diverse corrosion products on steel in a hydrogen sulfide environment. Corrosion Science.
- [20] BAI, P., ZHAO, H., ZHENG, S., CHEN, C. (2015). Initiation and developmental stages of steel corrosion in wet H₂S environments. Corrosion Science.

- [21] LEPORE, J. (2016). The Role of Sulfur Species in Establishing the Corrosion Reactions in Refinery Metallurgies. University of Alberta. Master of Science in Materials Engineering.
- [22] HUANG, F., CHENG, P., DOG, Y., LIU, J., HU, Q., ZHAO, X., CHENG, Y. (2017). Characterization of Surface Films Formed During Corrosion of a Pipeline Steel in H₂S Environments. Journal of Materials Engineering and Performance.
- [23] Norma ASTM G1-03, 2011. Standard Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test Specimens.
- [24] ASTM (American Society for Testing and Materials). ASTM E415-15: Standard test methods for analysis of carbon and low-alloy steel by spark atomic emission spectrometry. [En línea]. Pensilvania, Estados Unidos. 2011. (Recuperado en 26 de junio 2017) Disponible en <https://www.astm.org/>
- [25] Cia. General De Acero S.A. (2007). SAE 1020 Y SAE 1045 Aceros Ingeniería Al Carbono. [En Línea]. Disponible en: <http://repository.unilibre.edu.co/bitstream/handle/10901/7826/VasquezTorresEdwinLibardo2013Anexos.pdf?sequence=2>.
- [26] Norma ASTM E415, 2018, Standard Test Method for Atomic Emission Vacuum Spectrometric Analysis of Carbon and Low-Alloy Steel.
- [27] VARGAS GIL, Nelson Alberto & YAYA GAVILÁN, Andrés Gilberto.: Influencia del tiempo y la temperatura en la velocidad de corrosión del acero AISI 316 en fase gaseosa en el procesamiento de un crudo pesado. Bucaramanga, 2015. Trabajo de grado (Ingeniero Químico). Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físico – Químicas. Escuela de Ingeniería Química.

- [28] Pérez, JT., Araujo, NL., Torres, AL., Porcayo, J., Rendon, M., Terán, J., Martínez, M., Pérez, R. (2013). Corrosión Y Degradación de Materiales por Biocombustibles. Barcelona, España: OminiaScience.
- [29] ARGAST, Anne., TENNIS, Clarence F. (2004). Energy – Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDS). Geochemical Instrumentation and Analysis. [En línea]. Disponible en: https://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/eds.html
- [30] PINILLA GOMEZ, Isabel., ARROYO REY, Xabier. Difracción de rayos X (DRX). Universidad Complutense de Madrid. Centro de apoyo a la investigación CAI e instalación científico-tecnológica singular. [En línea]. Disponible en: <https://www.ucm.es/tecnicasgeologicas/difraccion-de-rayos-x-drx>
- [31] JUSTO, Ángel., MORILLO, Esmeralda. Técnicas de difracción de rayos x para la identificación cualitativa y cuantitativa de minerales de la arcilla. Sevilla, España. Instituto de Ciencias de Materiales de Sevilla CSIC – UNSE. Instituto de Recursos Naturales y Agrobiología de Sevilla CSIC.

BIBLIOGRAFÍA

AGUDELO SILVA, Juan Pablo & GÓMEZ NIÑO, Julio César.: Efecto del tiempo y la temperatura sobre la velocidad de corrosión por sulfidación a partir del dimetil disulfuro del acero API P110 a condiciones de una línea de transporte de crudos. Bucaramanga, 2016. Trabajo de grado (Ingeniero químico). Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físico – Químicas. Escuela de Ingeniería Química.

APONTE GUTIÉRREZ, J., ANDRADE MAHECHA, J. Proyección de Demanda de energía eléctrica en Colombia: Subdirección de planeación energética - Grupo de demanda energética. [ebook]. Bogotá D.C. 2013 [En línea]. Disponible en: http://www.siel.gov.co/siel/documentos/documentacion/Demanda/proyeccion_demanda_ee_Abr_2013.pdf.

ARDILA PRADA, Wilmar Yesid & BARRERA SÁNCHEZ, Geovanny Andrés.: Evaluación de la velocidad de corrosión por sulfidación del acero AISI 317l expuesto a condiciones de una línea de transferencia en el procesamiento de un crudo pesado. Bucaramanga, 2016. Trabajo de grado (Ingeniero Químico). Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físico – Químicas. Escuela de Ingeniería Química.

ARGAST, Anne., TENNIS, Clarence F. Energy – Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDS). Geochemical Instrumentation and Analysis. 2004. [En línea]. Disponible en: https://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/eds.html

ASTM (American Society for Testing and Materials). ASTM E415-15: Standard test methods for analysis of carbon and low-alloy steel by spark atomic emission spectrometry. [En línea]. Pensilvania, Estados Unidos. 2011. (Recuperado en 26 de junio 2017) Disponible en <https://www.astm.org/>

BAHAMON, C. PERDOMO, Y. Estudio de la viabilidad técnica económica para transportar crudos pesados por el oleoducto alto magdalena. Bucaramanga, Universidad Industrial de Santander. 2013.

BAI, P., ZHAO, H., ZHENG, S., CHEN, C. Initiation and developmental stages of steel corrosion in wet H₂S environments. Corrosion Science. 2015

BAI, P., ZHENG, S., ZHAO, H., DING, Y., WU, J., CHEN, C. Investigations of the diverse corrosion products on steel in a hydrogen sulfide environment. Corrosion Science. 2014.

BARRERA SUAREZ, G. and CABEZAS, M. Evaluación de la corrosión por ácidos nafténicos de recubrimientos de níquel-alumina-molibdeno expuestos a altas temperaturas mediante técnica gravimétrica. Ingeniería Metalúrgica. Universidad Industrial de Santander. 2010.

BUSTELO, P. El petróleo y el gas en la geoestrategia mundial. 2010

CADENA MONROY, A., DÍAZ IGLESIAS, Oliver. Cadena del petróleo [ebook]. Bogotá D.C., 2013 [En línea]. Disponible en: <http://www.sipg.gov.co/LinkClick.aspx?fileticket=LlrxCr5MLvQ%3D&tabid=38&language=es-CO>.

CALLEN, T. Gross Domestic Product: An Economy's All. International Monetary Fund. 2012. [En línea]. Disponible en: <http://www.imf.org>

EL TIEMPO. Crudos pesados son la alternativa. 2000. [En línea]. Disponible en: <http://www.eltiempo.com/archivo/documento/MAM-1220668>.

General De Acero S.A. Cia. SAE 1020 Y SAE 1045 Aceros Ingeniería Al Carbono. 2007. [En Línea]. Disponible en: <http://repository.unilibre.edu.co/bitstream/handle/10901/7826/VasquezTorresEdwinLibardo2013Anexos.pdf?sequence=2>.

GONZÁLEZ POSSO, C., RAMÍREZ ARANGO, P. Petróleo Indepaz. 2013. [En línea]. Disponible en: http://ediciones.indepaz.org.co/wp-content/uploads/2013/06/Petroleo.Generalidades_de_la_industria_petrolera_en_Colombia-Revista_Indepaz_2013.pdf.

HASS, Fernanda., ABRANTES, Ana., DIÓGENES, Alysson., PONTE, Haroldo. Evaluation of naphthenic acidity number and temperature on the corrosion behavior of stainless steels by using Electrochemical Noise technique. *Electrochimica Acta*, 124, 206–210. Elsevier, Ltda. 2014.

HUANG, F., CHENG, P., DOG, Y., LIU, J., HU, Q., ZHAO, X., CHENG, Y. Characterization of Surface Films Formed During Corrosion of a Pipeline Steel in H₂S Environments. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2017

HUCIŃSKA, J., Influence of Sulphur on High Temperature Degradation of Steel Structures in the Refinery Industry. *Advances in Materials Science*. 2006.

JIN, P. Mechanism of corrosion by naphthenic acids and organosulfur compounds at high temperatures (PhD Thesis). Department of Chemical and Biomolecular Engineering, Ohio University, United States of America. 2013.

JUNG, M., HWAM, S., BOK, D. Corrosion of Fe-2.25%Cr-1%Mo steels at 600-800oC in N₂/H₂O/H₂S atmospheres. SciVerse science direct. 2012.

JUSTO, Ángel., MORILLO, Esmeralda. Técnicas de difracción de rayos x para la identificación cualitativa y cuantitativa de minerales de la arcilla. Sevilla, España. Instituto de Ciencias de Materiales de Sevilla CSIC – UNSE. Instituto de Recursos Naturales y Agrobiología de Sevilla CSIC.

KOCH, G., VARNEY, J., THOMPSON, N., MOGHISSI, O., GOULD, M. & PAYER, J. International Measures of Prevention, Application, and Economics of Corrosion Technologies – IMPACT. NACE international. 2016. [En línea]. Disponible en: <http://impact.nace.org/>

LEPORE, J. The Role of Sulfur Species in Establishing the Corrosion Reactions in Refinery Metallurgies. University of Alberta. Master of Science in Materials Engineering. 2016.

MOLINA, D., URIBE, U. & MURGICH, J. (2010). Correlations between SARA fractions and physicochemical properties with ¹H NMR spectra of vacuum residues from Colombian crude oils.

Norma ASTM E415, Standard Test Method for Atomic Emission Vacuum Spectrometric Analysis of Carbon and Low-Alloy Steel. 2018.

Norma ASTM G1-03. Standard Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test Specimens. 2011

PARRA IGLESIAS, Enrique. Petróleo y gas natural: Industria, mercados y precios. Madrid: Akal, Biblioteca Universidad Industrial de Santander. 2003.

PEÑA BALLESTEROS, Darío Yesid., SERNA GIL, José Aníbal., GONZÁLEZ DURAN, Raúl Alfredo. Determinación de la corrosividad de crudos pesados a alta temperatura sobre un acero ferrítico bajo condiciones de agitación. Pereira, Colombia. Universidad Tecnológica de Pereira. 2007.

PÉREZ, JT., ARAUJO, NL., TORRES, AL., PORCAYO, J., RENDON, M., TERÁN, J., MARTÍNEZ, M., PERÉZ, R. Corrosión Y Degradación de Materiales por Biocombustibles. Barcelona, España: OminiaScience. 2013

PINILLA GÓMEZ, Isabel., ARROYO REY, Xabier. Difracción de rayos X (DRX). Universidad Complutense de Madrid. Centro de apoyo a la investigación CAI e instalación científico-tecnológica singular. [En línea]. Disponible en: <https://www.ucm.es/tecnicasgeologicas/difraccion-de-rayos-x-drx>

REBAK, R. Sulfidic corrosion in refineries – a review. Corrosion Reviews. 2011

REVISTA PORTAFOLIO. Industria petrolera mejora sus perspectivas para 2017. Archivo particular. Diciembre 21 de 2016. [En línea]. Disponible en: <http://www.portafolio.co/economia/industria-petrolera-mejora-sus-perspectivas-para-2017-502417>.

RINCÓN EDUCATIVO. Introducción: ¿Qué es y de dónde proviene el petróleo? 2017 [En línea]. Disponible en: <http://www.rinconeducativo.org/es/recursos-educativos/introduccion-que-es-y-de-donde-proviene-el-petroleo>.

RODRÍGUEZ, F., SANMIGUEL, D. Evaluación de la influencia del azufre en la velocidad de corrosión de un acero ASTM A335-P9, en ambientes que simulen el procesamiento de un crudo pesado por medio del método gravimétrico.

SANABRIA, J. Evaluación mediante técnica gravimétrica y electroquímicas, del azufre de un ambiente que simula el procesamiento de un crudo pesado, en la velocidad de corrosión del acero ASTM A335-P9. Bucaramanga, Universidad Industrial de Santander. 2014.

SHARIFI-ASI, S., CHAPMAN, D., LIANG, A., CHALONER-GILL, B., COOKE, D., KUPERMAN, A. High-Temperature Sulfidic Corrosion of Carbon Steel in Model Oil/Sulfur Compound Blends. Nace International. 2017.

SHUQI, Z., CHUNYU, LI., CHANGFENG, C. The Accelerated Corrosion of Elemental Sulfur for Carbon Steel In Wet H₂S Environment. China University of Petroleum. Department of Materials Science and Engineering. 2012

SILVA, C., MACHADO, J., SOBRAL-SANTIAGO, A., SANT'ANA, H., FARIAS, J. High-Temperature Hydrogen Sulfide Corrosion On The Heat-Affected Zone Of The AISI 444 Stainless Steel Caused By Venezuelan Heavy Petroleum. Universidade Federal do Ceará. Department of Materials and Metallurgical Engineering. 2007.

TRISTANCHO R, J., HOLGUÍN P, M., RAMÍREZ L, L. Corrosión a alta temperatura de los recubrimientos metálicos NiCr y NiCrBSiFe depositados mediante proyección térmica. 2015. [En línea]. Disponible en: <http://www.scielo.org.co/pdf/prosp/v13n1/v13n1a04.pdf>.

TRISTANCHO, J., HOLGUÍN, M., RAMÍREZ, L. Corrosión a Alta Temperatura de los Recubrimientos Metálicos NiCr y NiCrBSiFe Depositados Mediante Proyección Térmica. Universidad Tecnológica de Pereira. Facultad de Mecánica. 2015.

VARGAS GIL, Nelson Alberto & YAYA GAVILÁN, Andrés Gilberto.: Influencia del tiempo y la temperatura en la velocidad de corrosión del acero AISI 316 en fase gaseosa en el procesamiento de un crudo pesado. Bucaramanga, Trabajo de grado

(Ingeniero Químico). Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físico – Químicas. Escuela de Ingeniería Química. 2015.

ANEXOS

ANEXO A. Diseño experimental para pruebas realizadas.

Tabla 4. Diseño experimental para pruebas realizadas.

No. PRUEBA	VARIABLES	
	Compuesto De Azufre	Tiempo [h]
1	Dimetil Sulfuro	24
2	Dimetil Disulfuro	
3	Etanotiol	
4	Dimetil Sulfuro	48
5	Dimetil Disulfuro	
6	Etanotiol	
7	Dimetil Sulfuro	72
8	Dimetil Disulfuro	
9	Etanotiol	

ANEXO B. Cálculo de volúmenes para el crudo simulado.

Parámetros:

- Volumen del aceite mineral tipo comercial. $V_{AM} = 500 \text{ mL}$
- Densidad del aceite mineral tipo comercial. $\rho_{AM} = 0,832 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$
- Densidad de Dimetil Disulfuro (DMDS). $\rho_{DMDS} = 1,060 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$
- Densidad de Dimetil Sulfuro (DMS). $\rho_{DMS} = 1,330 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$
- Densidad de Etanotiol (ETT). $\rho_{ETT} = 0,840 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$

Variables por calcular:

- Volumen de Dimetil Disulfuro (DMDS). V_{DMDS}
- Volumen de Dimetil Sulfuro (DMS). V_{DMS}
- Volumen de Etanotiol (ETT). V_{ETT}

Realizando el cálculo para el Dimetil Disulfuro (DMDS), la ecuación para la fracción en peso w es:

$$w = \frac{\textit{masa}_{DMDS}}{\textit{masa}_{DMDS} + \textit{masa}_{\textit{Aceite Mineral}}}$$

Cada una de las masas se expresa como el producto entre la densidad y el volumen:

$$w = \frac{(\rho_{DMDS} * V_{DMDS})}{(\rho_{DMDS} * V_{DMDS}) + (\rho_{AM} * V_{AM})}$$

Realizando el despeje correspondiente:

$$w * (\rho_{DMDS} * V_{DMDS}) + w * (\rho_{AM} * V_{AM}) = (\rho_{DMDS} * V_{DMDS})$$

$$\rho_{AM} * V_{AM} * (w) = \rho_{DMDS} * V_{DMDS} * (1 - w)$$

$$V_{DMDS} = \frac{w}{1 - w} * \frac{\rho_{AM}}{\rho_{DMDS}} * V_{AM}$$

De esta forma, se tiene una ecuación para calcular el volumen de Dimetil Disulfuro (DMDS) empleado en la preparación del crudo simulado:

$$V_{DMDS} = \frac{0,01}{1 - 0,01} * \frac{0,832 \frac{g}{cm^3}}{1,060 \frac{g}{cm^3}} * 500 \text{ mL} \approx 4,0 \text{ mL}$$

De igual forma, esta ecuación puede ser usada para la determinación del volumen para el Dimetil Sulfuro (DMS):

$$V_{DMS} = \frac{0,01}{1 - 0,01} * \frac{0,832 \frac{g}{cm^3}}{1,330 \frac{g}{cm^3}} * 500 \text{ mL} \approx 3,2 \text{ mL}$$

Y también es empleada para determinar el volumen de Etanotiol (ETT):

$$V_{ETT} = \frac{0,01}{1 - 0,01} * \frac{0,832 \frac{g}{cm^3}}{0,840 \frac{g}{cm^3}} * 500 \text{ mL} \approx 5,0 \text{ mL}$$

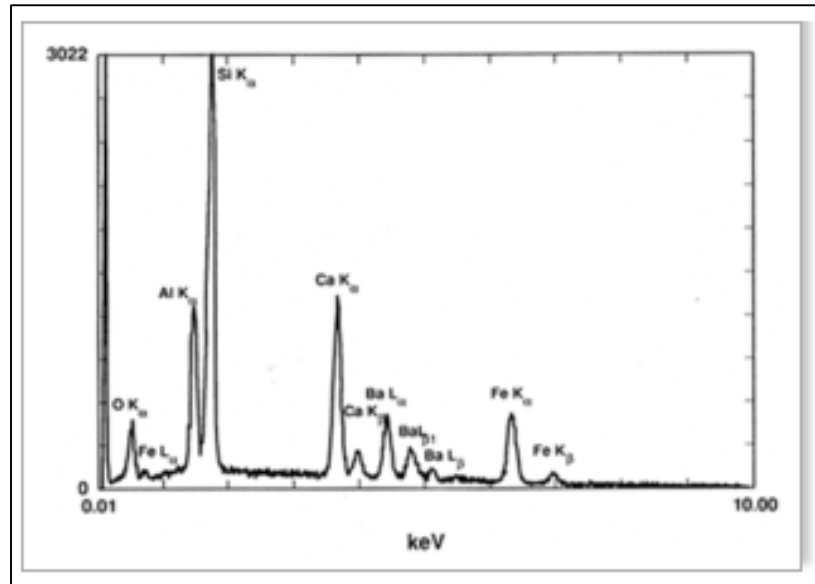
ANEXO C. Técnicas de caracterización.

Microscopía Electrónica De Barrido (SEM), combinada con Espectrometría De Energía Dispersa De Rayos X (EDS)

Técnica donde el barrido de una muestra con un haz de electrones permite obtener imágenes, en escala de grises, de alta resolución, por encima de 100.000 aumentos, que posibilitan estudiar detalles de su morfología. Se obtiene también el análisis elemental de la superficie. Se utiliza EDS para encontrar la composición química de los materiales hasta un tamaño de punto de algunas micras, y para crear mapas de composición de elementos en un área de trama mucho más amplio. Juntas, estas capacidades proporcionan información fundamental de composición para una amplia variedad de materiales [29].

Los sistemas EDS se integran en un instrumento SEM. Los sistemas EDS incluyen un detector de rayos X sensible y un software para recolectar y analizar espectros de energía. El detector está montado en la cámara de muestras del instrumento principal en el extremo de un brazo largo, que es refrigerado por nitrógeno líquido. Un detector EDS contiene un cristal que absorbe la energía de los rayos X entrantes por ionización, produciendo electrones libres en el cristal que se vuelven conductores y producen un sesgo de carga eléctrica. Un espectro EDS se representa como un gráfico de los recuentos de rayos x frente a la energía (en keV) [29].

Figura 17. EDS de vidrio multielemento (NIST K309) que contiene O, Al, Si, Ca, Ba y Fe



Fuente: John Goodge, University of Minnesota-Duluth (Goldstein et al., 2003) [29].

DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX)

La difracción de rayos X (DRX) es una de las técnicas más eficaces para el análisis cualitativo y cuantitativo de fases cristalinas de cualquier tipo de material, tanto natural como sintético. El equipo presenta como características principales: su alto rendimiento y fiabilidad en investigación básica y aplicada para el estudio de materiales y está homologado por el Consejo de Seguridad Nuclear. Las áreas de aplicación de este servicio son muy amplias, pero se pueden citar a modo de ejemplo: Cristalografía, Estratigrafía, Geodinámica, Mineralogía, Paleontología, Petrología y Geoquímica, Geotecnia, Ingeniería civil, Ciencias Ambientales, áreas de Química, Edafología, Metalurgia, Cerámica, Farmacia, Ciencia de Materiales, Patrimonio, Arqueometría, etc. [30]. La DRX ha llegado a ser un método indispensable para la caracterización y control de calidad de diversos materiales. En este método la muestra se pulveriza tan finamente como sea posible y se asocia con un material amorfo, en forma de eje acicular de 0.2 a 0.3 mm de diámetro. Esta

aguja o muestra de polvo está formada idealmente por partículas cristalinas en cualquier orientación; para asegurar que la orientación de estas pequeñas partículas sea totalmente al azar con respecto del haz incidente, la muestra de manera general se hace girar en el haz de rayos X durante la exposición [31].

ANEXO D. Caracterización del acero AISI 1020.

La caracterización de acero se realizó con las siguientes técnicas:

Espectrometría De Emisión Atómica: Mediante un espectrómetro de emisión atómica de descarga electrostática, Se obtuvo la composición química del acero. En la Tabla 4 se presenta la caracterización del acero.

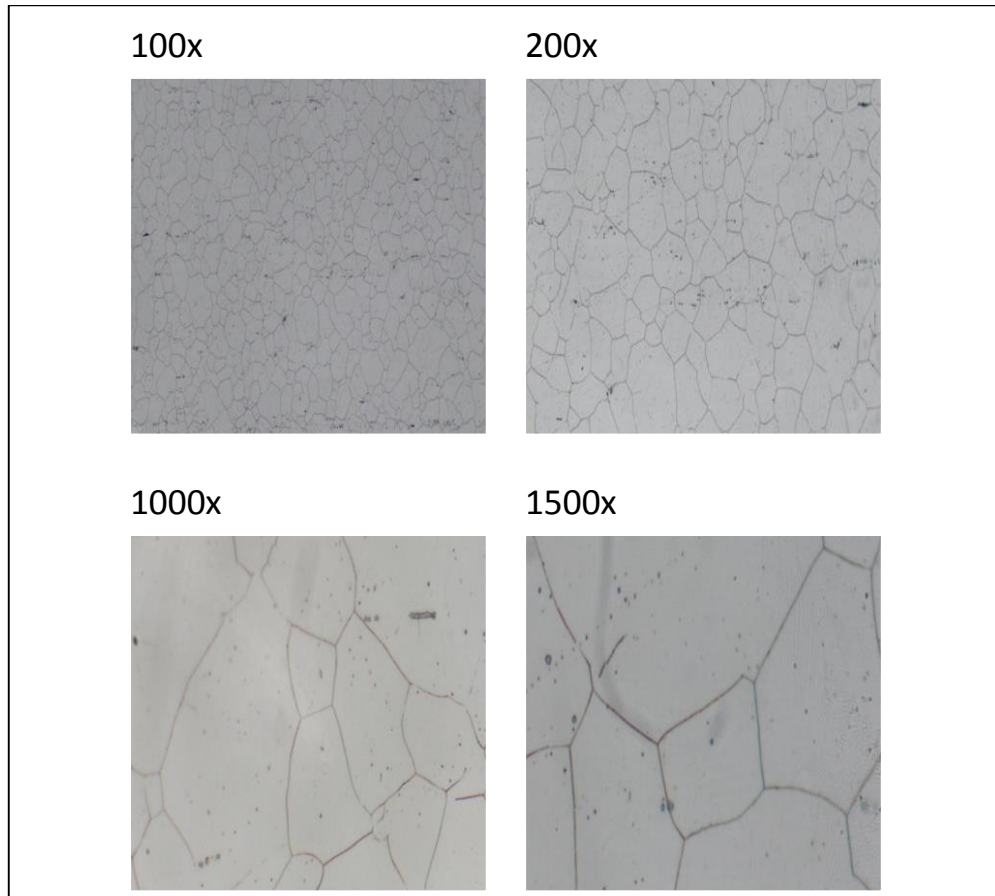
Tabla 5. Caracterización del acero AISI 1020.

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Cu	Al
	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%
1	0.177	0.037	0.817	0.013	< 0.150	0.021	< 0.010	0.015	0.034	<0.0050
2	0.172	0.034	0.817	0.013	< 0.151	0.016	< 0.011	0.012	0.033	<0.0051
∅	0.174	0.036	0.817	0.013	< 0.152	0.019	< 0.012	0.014	0.034	<0.0052
σ	0.0036	0.0022				0.0036		0.0022	0.001	
σ	2.069	6.111				18.95		15.71	2.941	
	As	B	Bi	Ca	Co	Mg	N	Nb	Pb	Sb
	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%
1	0.0057	< 0.0010	< 0.010	< 0.0	< 0.0050	0.006	< 0.020	< 0.0010	< 0.010	0.012
2	0.0057	< 0.0010	< 0.010	< 0.0	< 0.0050	0.006	< 0.020	< 0.0010	< 0.010	0.012
∅	0.0057	< 0.0010	< 0.010	< 0.0	< 0.0050	0.006	< 0.020	< 0.0010	< 0.010	0.012
σ										
σ										
	Sn	Ta	Ti	V	W	Zn	Zr	Se	Fe	
	%	%	%	%	%	%	%	%	%	
1	< 0.0050	< 0.030	< 0.0010	< 0.0050	< 0.010	0.0028	< 0.0020	< 0.0050	98.6	
2	< 0.0050	< 0.030	< 0.0010	< 0.0050	< 0.010	0.0026	< 0.0020	< 0.0050	98.62	
∅	< 0.0050	< 0.030	< 0.0010	< 0.0050	< 0.010	0.0027	< 0.0020	< 0.0050	98.61	
σ						0.0001			0.014	
σ						5.185			0.014	
	Fe100								Concentrations	
	Bruker Elemental								[1/1]	

Fuente: Laboratorio Microscopía, Universidad Industrial de Santander, Parque Tecnológico Guatimar, Edificio de Investigaciones. Equipo: espectrómetro de emisión óptica marca Bruker.

Análisis Metalográfico: Las microestructuras obtenidas para el acero AISI 1020 se observan en la Figura 17, Se observar uniformidad en la estructura del material con un objetivo de 100X. Se detalla una microestructura equiaxial de dos fases: ferrita y perlita; También se puede observar los límites de grano bien definidos.

Figura 18. Micrografías del acero AISI 1020.



Fuente: Laboratorio de Ingeniería Metalúrgica, Universidad Industrial de Santander. Equipo: Microscopio Óptico Olympus GX71.

ANEXO E. Ecuación para calcular la velocidad de corrosión.

$$\text{velocidad de corrosión} = \frac{k * w}{A * t * d}$$

Dónde:

- **K:** constante de la ecuación (3.45 x10⁶ mpy)
- **W:** ganancia de masa.
- **A:** área del cupón [cm²].
- **t:** tiempo de exposición [h].
- **d:** densidad [g/cm³].

ANEXO F. Cálculo de la ganancia de masa del acero AISI 1020.

Tabla 6. Registros para el Dimetil Disulfuro (DMDS).

TIEMPO				
24[h]	Peso inicial [g]	Ensayo 1	3,4134	
		Ensayo 2	3,4133	
		Ensayo 3	3,4134	
		Promedio	3,4134	
	Peso final [g]	Ensayo 1	3,4243	
		Ensayo 2	3,4240	
		Ensayo 3	3,4244	
		Promedio	3,4242	
			Ganancia de masa	0,0109
	48[h]	Peso inicial [g]	Ensayo 1	3,2069
			Ensayo 2	3,2067
			Ensayo 3	3,2069
Promedio			3,2068	
Peso final [g]		Ensayo 1	3,2251	
		Ensayo 2	3,2252	
		Ensayo 3	3,2253	
		Promedio	3,2252	
		Ganancia de masa	0,0184	
72[h]		Peso inicial [g]	Ensayo 1	3,4652
			Ensayo 2	3,4654
			Ensayo 3	3,4651
	Promedio		3,4652	
	Peso final [g]	Ensayo 1	3,4905	
		Ensayo 2	3,4903	
		Ensayo 3	3,4901	
		Promedio	3,4903	
			Ganancia de masa	0,0251

Tabla 7. Registros para el Dimetil Sulfuro (DMS).

TIEMPO				
24[h]	Peso inicial [g]	Ensayo 1	3,3665	
		Ensayo 2	3,3664	
		Ensayo 3	3,3666	
		Promedio	3,3665	
	Peso final [g]	Ensayo 1	3,3692	
		Ensayo 2	3,3687	
		Ensayo 3	3,3684	
		Promedio	3,3688	
	Ganancia de masa			0,0023
	48[h]	Peso inicial [g]	Ensayo 1	2,9895
Ensayo 2			2,9890	
Ensayo 3			2,9888	
Promedio			2,9891	
Peso final [g]		Ensayo 1	2,9901	
		Ensayo 2	2,9899	
		Ensayo 3	2,9900	
		Promedio	2,9900	
Ganancia de masa			0,0009	
72[h]		Peso inicial [g]	Ensayo 1	3,4741
	Ensayo 2		3,4743	
	Ensayo 3		3,4740	
	Promedio		3,4741	
	Peso final [g]	Ensayo 1	3,4749	
		Ensayo 2	3,4750	
		Ensayo 3	3,4748	
		Promedio	3,4749	
	Ganancia de masa			0,0008

Tabla 8. Registros para el Etanotiol (ETT).

TIEMPO				
24[h]	Peso inicial [g]	Ensayo 1	3,1627	
		Ensayo 2	3,1628	
		Ensayo 3	3,1623	
		Promedio	3,1626	
	Peso final [g]	Ensayo 1	3,1667	
		Ensayo 2	3,1671	
		Ensayo 3	3,1664	
		Promedio	3,1667	
	Ganancia de masa			0,0041
	48[h]	Peso inicial [g]	Ensayo 1	3,4427
Ensayo 2			3,4426	
Ensayo 3			3,4425	
Promedio			3,4426	
Peso final [g]		Ensayo 1	3,4526	
		Ensayo 2	3,4534	
		Ensayo 3	3,4546	
		Promedio	3,4535	
Ganancia de masa			0,0109	
72[h]		Peso inicial [g]	Ensayo 1	3,3778
	Ensayo 2		3,3780	
	Ensayo 3		3,3782	
	Promedio		3,3780	
	Peso final [g]	Ensayo 1	3,4009	
		Ensayo 2	3,4015	
		Ensayo 3	3,4015	
		Promedio	3,4013	
	Ganancia de masa			0,0233

ANEXO G. Cálculo de la velocidad de corrosión.

$$velocidad\ de\ corrosi3n = \frac{k * w}{A * t * d}$$

Tabla 9. Cálculo de la velocidad de corrosión del acero AISI 1020.

Compuesto de azufre	Tiempo [h]	Densidad del acero [g/cm ³]	Constante k [mpy]	Área del cup3n [cm ²]	Ganancia de masa [g]	Velocidad de corrosi3n [mpy]
Dimetil Disulfuro	24	7,860	3,45 x10 ⁶	6,11	0,0109	32,5493
	48			6,27	0,0184	26,7682
	72			6,90	0,0251	22,1421
Dimetil Sulfuro	24			6,82	0,0023	6,0761
	48			6,60	0,0009	1,2478
	72			6,17	0,0008	0,7575
Etanotiol	24			6,81	0,0041	11,1081
	48			6,19	0,0109	16,1543
	72			6,35	0,0233	22,3818

ANEXO H. Informe de análisis Microscopía Electrónica de Barrido para el compuesto de azufre Dimetil Disulfuro (DMDS).

Figura 19. Análisis Microscopía Electrónica de Barrido para el compuesto de azufre Dimetil Disulfuro (DMDS) en una región completa.

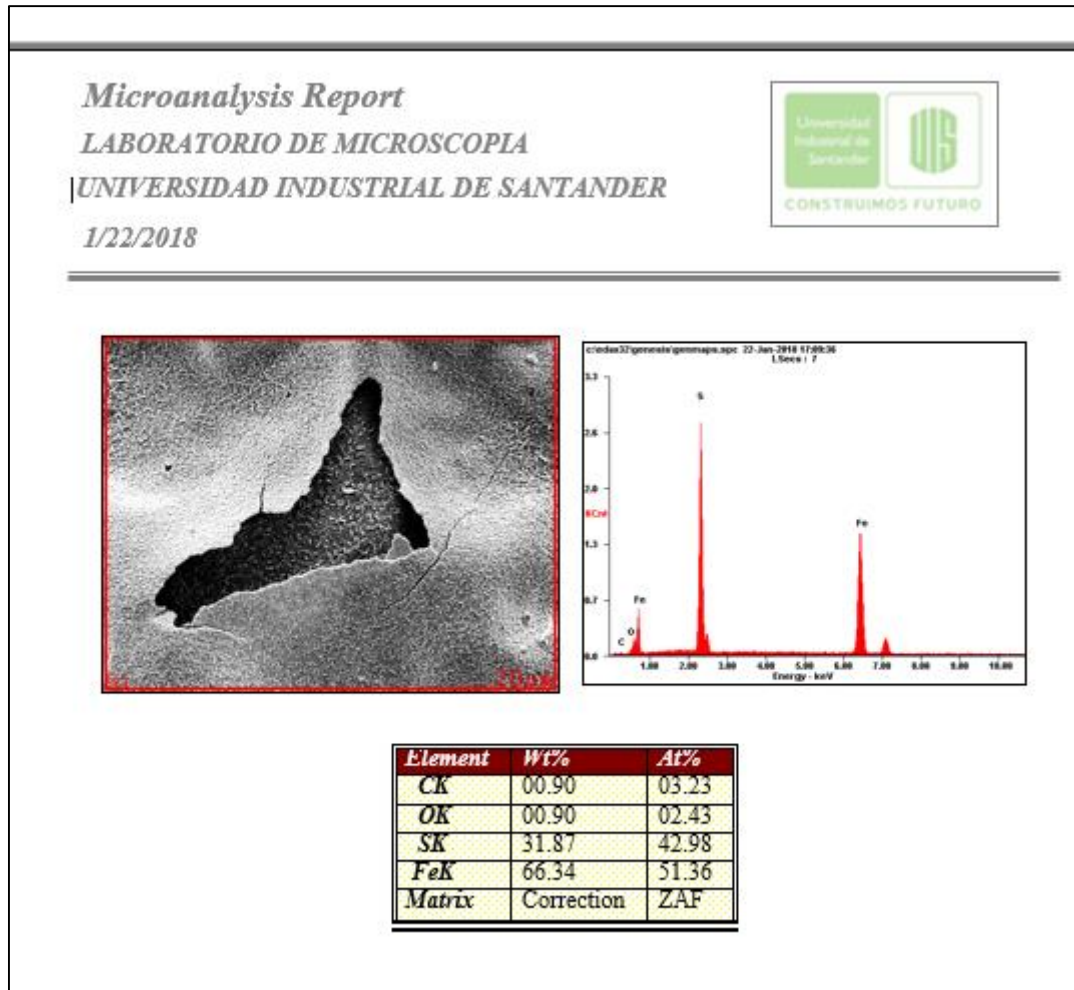


Figura 20. Análisis Microscopía Electrónica de Barrido para el compuesto de azufre Dimetil Disulfuro (DMDS) en una región localizada.

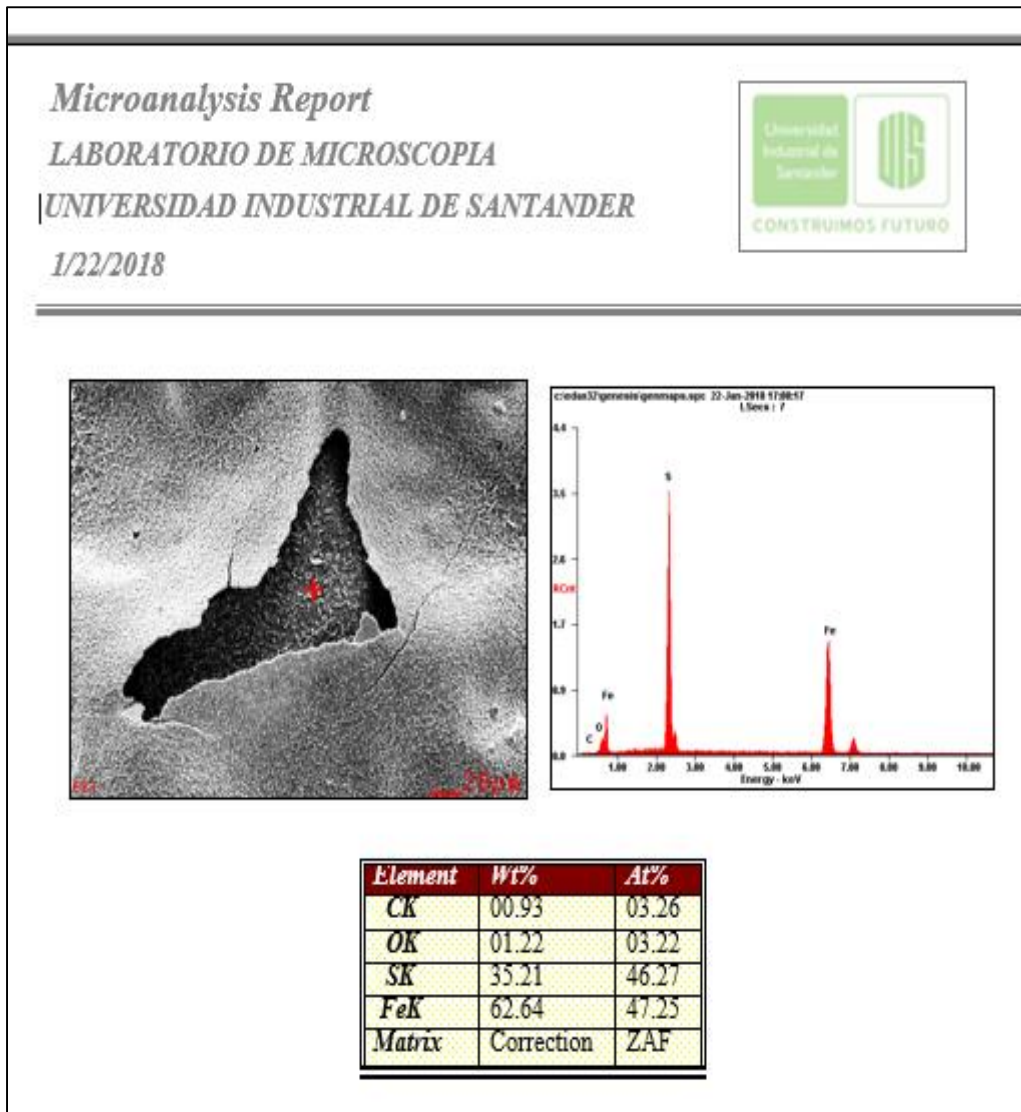
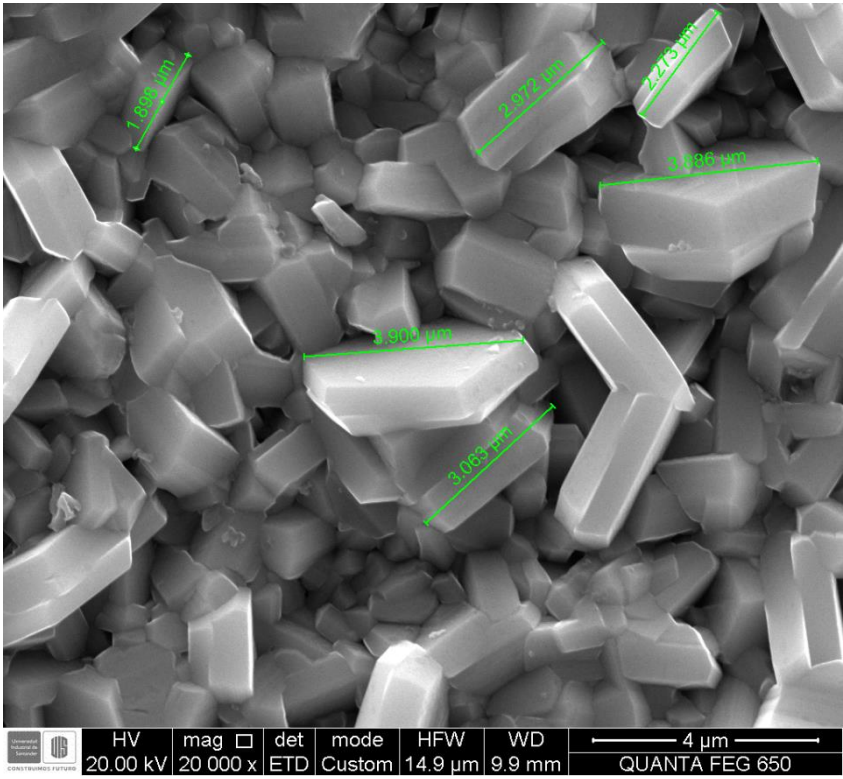
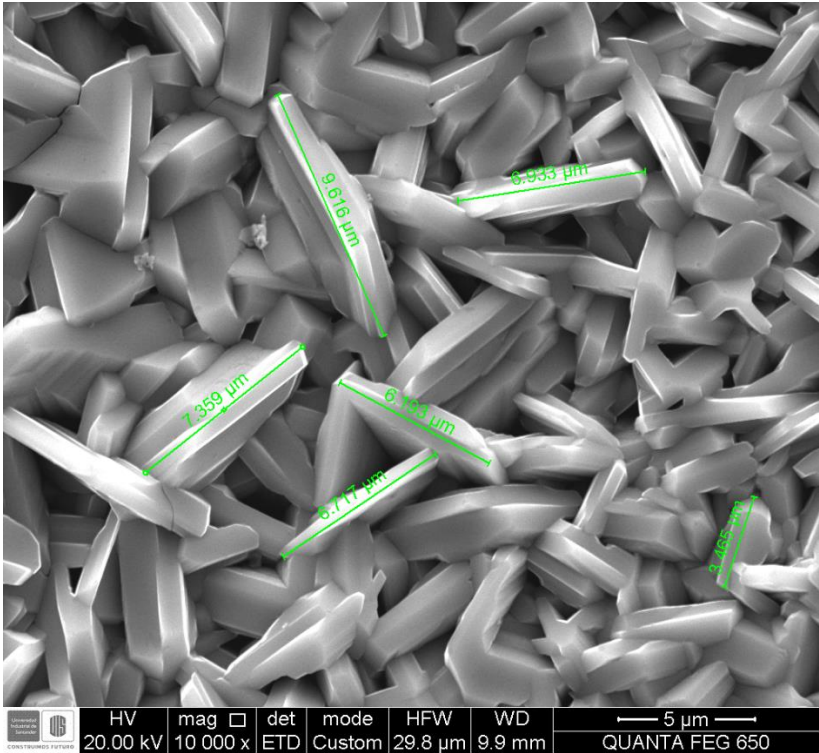


Figura 21. Morfología del compuesto de azufre Dimetil Disulfuro (DMDS) en zonas localizadas.



ANEXO I. Informe de análisis Microscopía Electrónica de Barrido para el compuesto de azufre Dimetil Sulfuro (DMS).

Figura 22. Análisis Microscopía Electrónica de Barrido para el compuesto de azufre Dimetil Sulfuro (DMS) en una región completa.

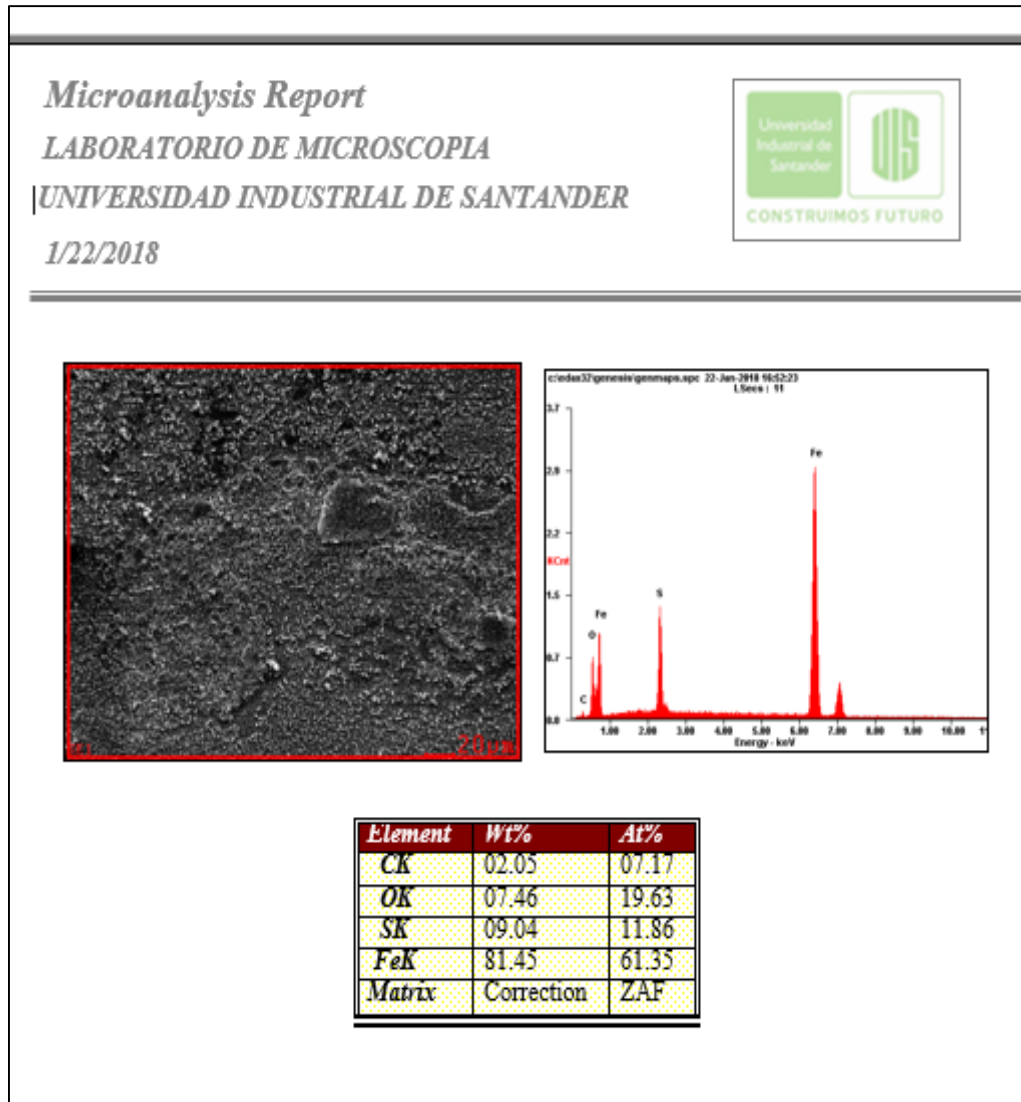


Figura 23. Análisis Microscopía Electrónica de Barrido para el compuesto de azufre Dimetil Sulfuro (DMS) en una región localizada.

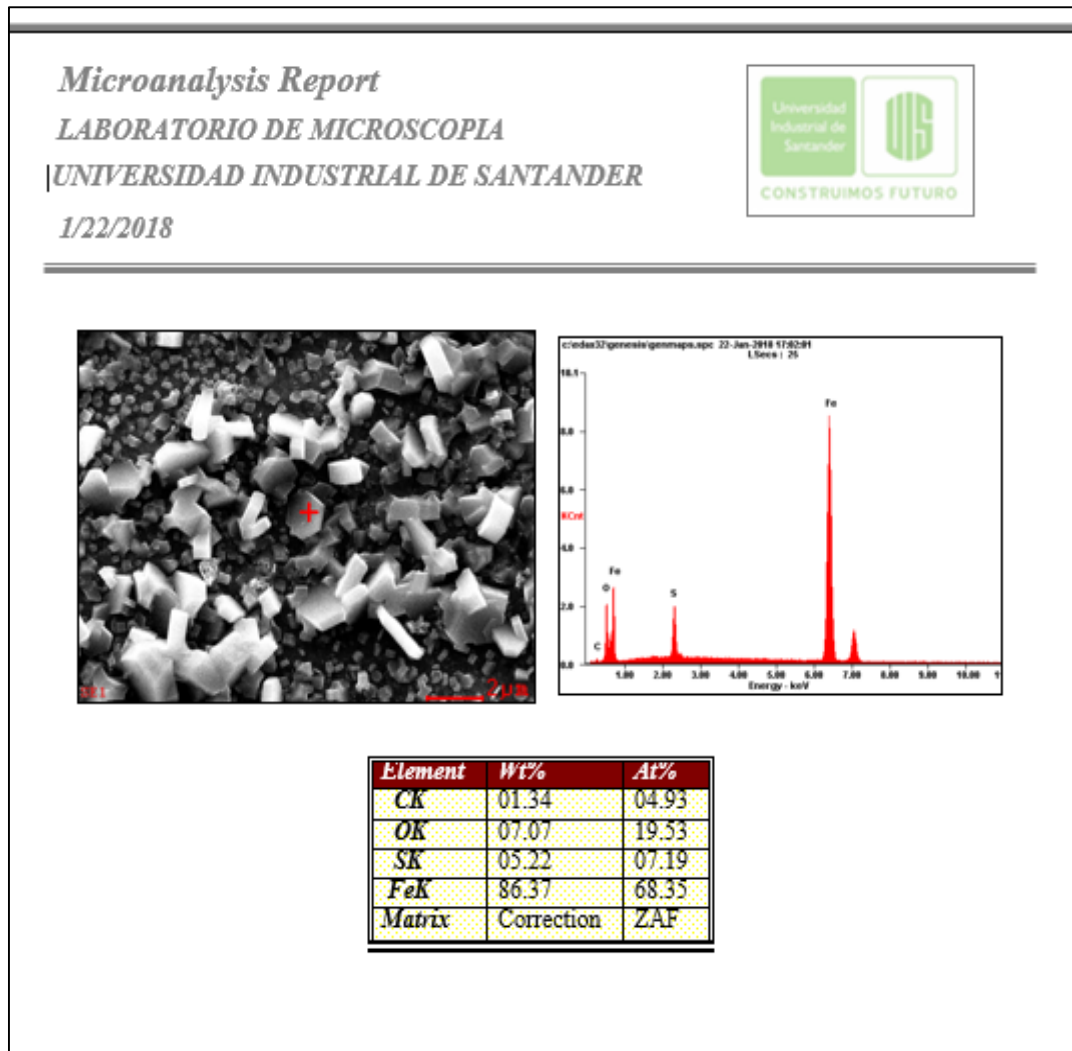
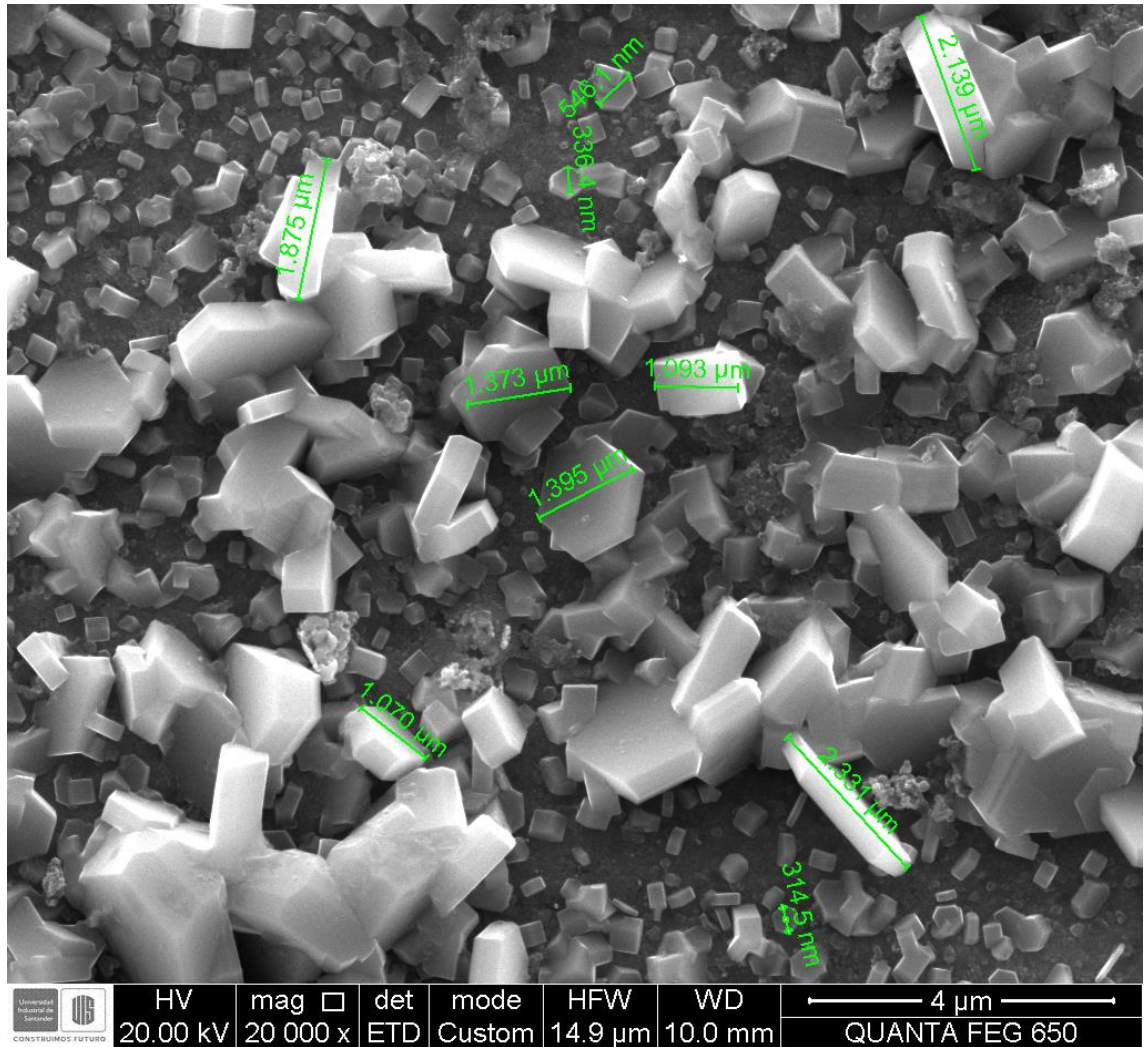


Figura 24. Morfología del compuesto de azufre Dimetil Sulfuro (DMS) en zona localizada.



ANEXO J. Informe de análisis Microscopía Electrónica de Barrido para el compuesto de azufre Etanotiol (ETT).

Figura 25. Análisis Microscopía Electrónica de Barrido para el compuesto de azufre Etanotiol (ETT) en una región completa.

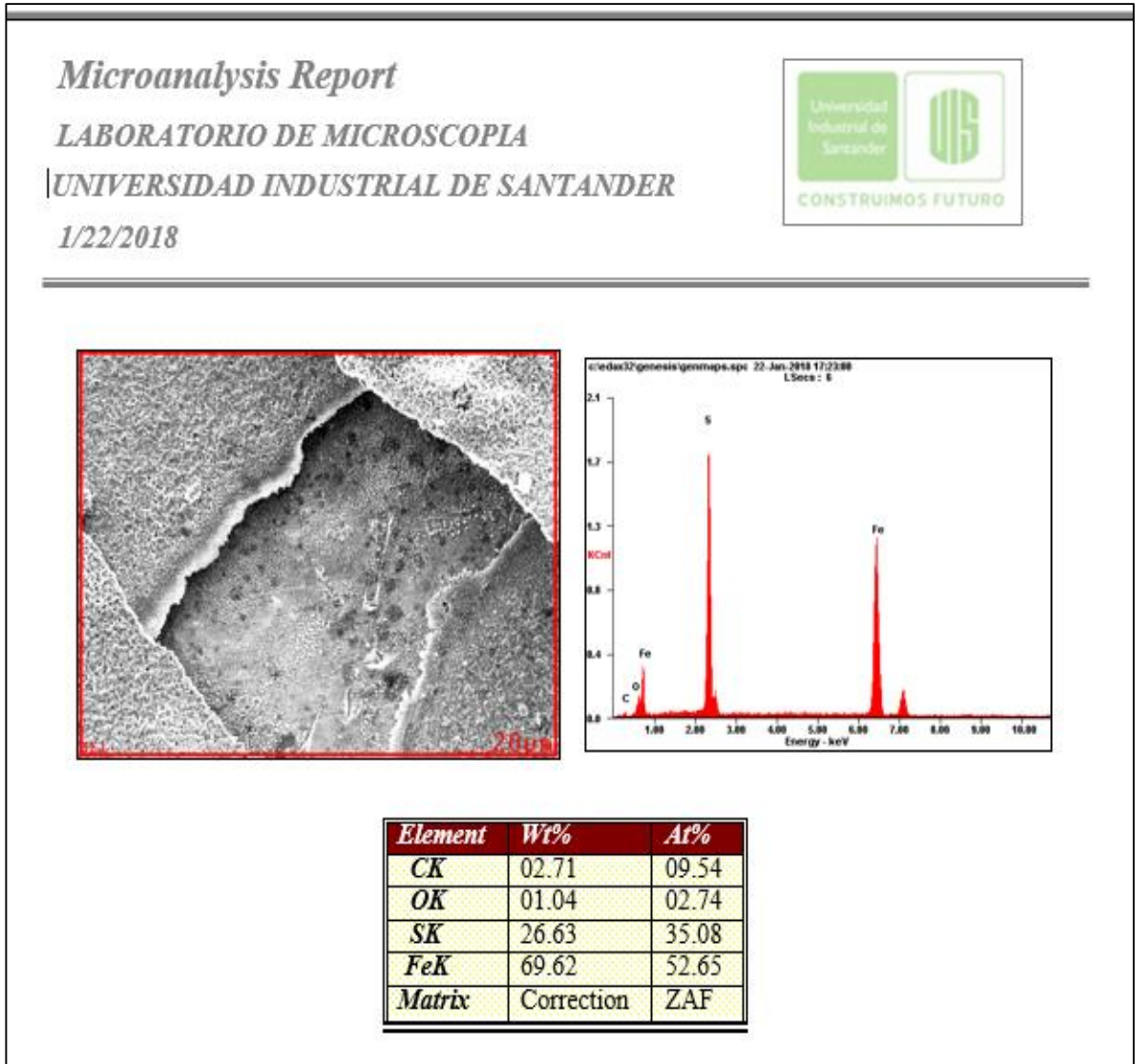


Figura 26. Análisis Microscopía Electrónica de Barrido para el compuesto de Etanotiol (ETT) en una región localizada en cada capa formada.

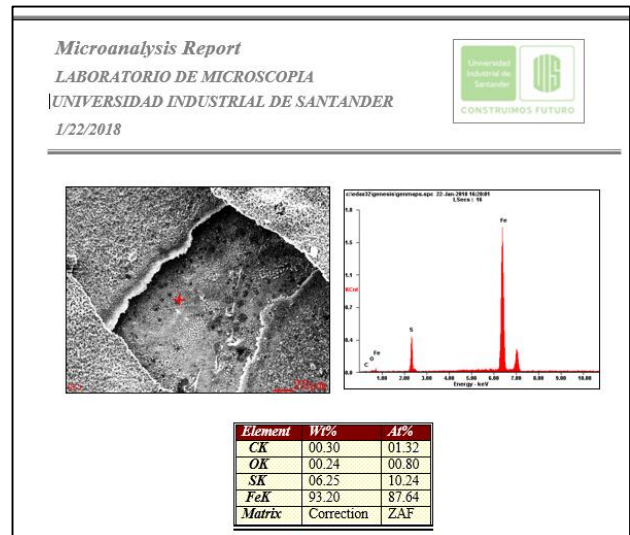
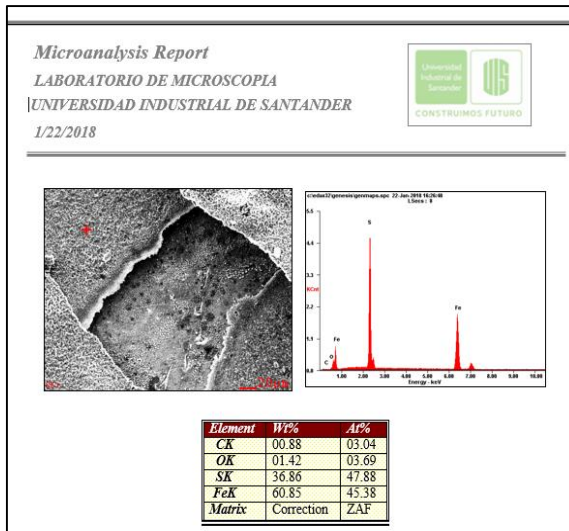
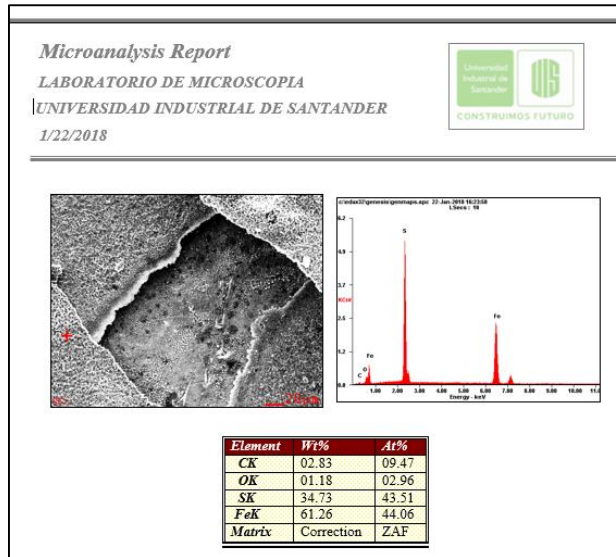
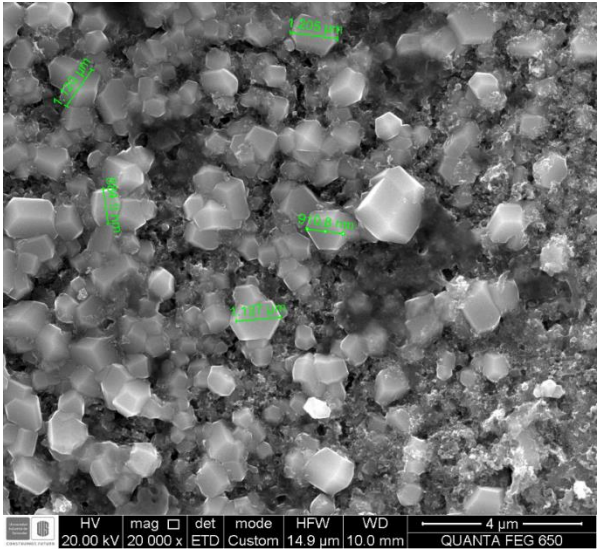
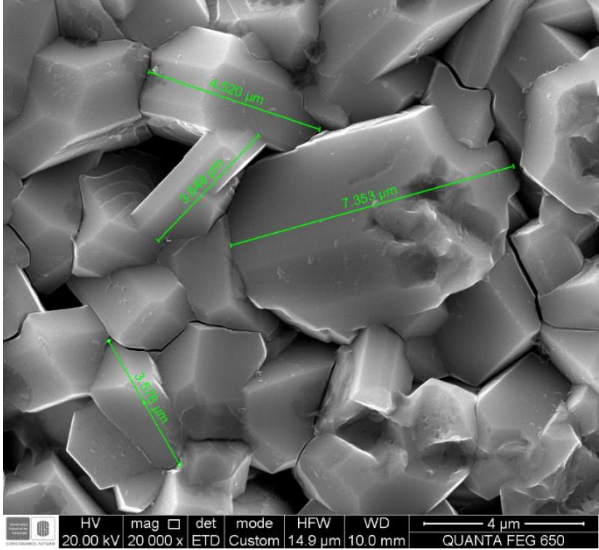
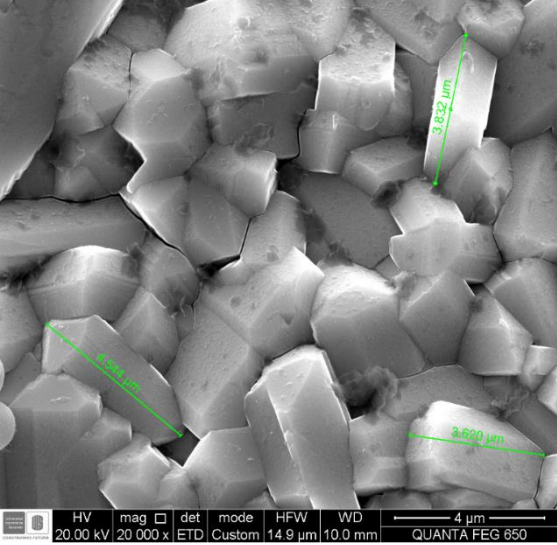



Figura 27. Morfología del compuesto de azufre Etanotiol (ETT) en zonas localizadas.



ANEXO K. Informe de análisis Difracción De Rayos X.


	LABORATORIO DE RAYOS X UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER INFORME DE RESULTADOS	Código: F-T-D-04 Versión: 02
---	---	-------------------------------------

Fecha (aaaa-mm-dd)	2018-01-31	INFORME N°	INF-18003
--------------------	------------	------------	-----------

DATOS DEL CLIENTE			
Empresa	UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER		
Nombre	Dionisio Laverde		
Dirección	Cra 27 con Novena Ciudadela Universitaria	NIT o C.C	890.201.213-4
Ciudad	Bucaramanga-Colombia	Orden de Compra	No aplica
e-mail	dioverde@uis.edu.co	Teléfono	6848030

METODOLOGÍA DE TRABAJO		
Preparación de las Muestras	Las muestras fueron montadas y ajustadas directamente sobre la plataforma de la cuna Euleriana del equipo D8 DISCOVER.	
Condiciones de Registro	El registro de datos por difracción de rayos-X con incidencia rasante se realizó en un difractorómetro de polvo marca BRUKER modelo D8 DISCOVER con Geometría DaVinci bajo las siguientes condiciones:	
	Voltaje (kV)	40
	Corriente (mA)	40
	Rendija de Divergencia (mm)	0,6
	Rendijas Solier Primario (°)	2,5
	Rendijas Solier Secundario (°)	0,2
	Tamaño de Paso (° 2Theta)	0,02
	Tiempo por paso (s)	0,1
	Rango de registro (° 2 Theta)	10 a 70
	Radiación	CuKα1
	Filtro	No
	Uso de Anti-dispersor de Aire	No
	Detector	Centelleo (0D)
	Tipo de barrido	Continuo
Tiempo de medición (h)	3	
Observaciones	Los análisis cualitativos se realizaron mediante la comparación de los perfiles observados con los perfiles de difracción reportados en la base de datos PDF-2 (2016) del <i>International Centre for Diffraction Data</i> (ICDD).	
Tratamiento de las muestras	Ninguno	

TOMA Y ANÁLISIS DE DATOS			
Fecha de Recepción de las Muestras (aaaa-mm-dd)	2018-01-25	Fecha de Registro (aaaa-mm-dd)	2018-01-26 al 2018-01-27
Tipo de Muestras	Inórganicas	Fecha de Análisis de Resultados (aaaa-mm-dd)	2018-01-29

	LABORATORIO DE RAYOS X	Código: F-T-0-04
	UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER	Versión: 02
	INFORME DE RESULTADOS	

RESULTADOS OBTENIDOS
En las Tablas 1 a la 3, se describen cada una de las fases cristalinas presentes en las muestras con códigos internos 18003001, 18003002 y 18003003. Estas fases fueron identificadas con la base de datos PDF-2 (2016) del <i>International Centre for Diffraction Data</i> (ICDD).

Código interno de laboratorio	Referencia cliente	Descripción o Clasificación Preliminar de la muestra
18003001	DMDS	El cliente necesita identificar Sulfuros de Hierro presente
18003002	DMS	El cliente necesita identificar Sulfuros de Hierro presente
18003003	ETT	El cliente necesita identificar Sulfuros de Hierro presente

Muestra N°	18003001		
Tabla 1. Fases cristalinas identificadas con ayuda de la base de datos PDF-2 (2016) del <i>International Centre for Diffraction Data</i> (ICDD) en el espécimen seleccionado de la muestra con código interno 18003001.			
Cristalino	FASE	PDF No.	NOMBRE
	$Fe_{1-x}S$	000-29-0726	Pirrotita-11T
	$Fe_{1-x}S$	000-29-0724	Pirrotita-5T
	$Fe_{0.941}S$	010-79-5972	Pirrotita
	$Fe_{0.893}S$	010-79-5970	Pirrotita
Fe_7S_8	010-71-0647	Pirrotita-3T	
Nota:	• En el perfil de difracción experimental se observaron reflexiones con poca intensidad que no pudieron ser asignadas a alguna fase reportada en la base de datos PDF-2 (2016).		

Muestra N°	18003002		
Tabla 2. Fases cristalinas identificadas con ayuda de la base de datos PDF-2 (2016) del <i>International Centre for Diffraction Data</i> (ICDD) en el espécimen seleccionado de la muestra con código interno 18003002.			
Cristalino	FASE	PDF No.	NOMBRE
	FeS	000-89-4076	Troilita-2H
	$Fe_{1-x}S$	000-29-0724	Pirrotita-5T
	$Fe_{1-x}S$	000-29-0725	Pirrotita-6T
	FeS	000-65-0408	Sulfuro de hierro
	Fe	010-71-4648	Hierro
	Fe_3O_4	030-65-3107	Magnetita
$Fe_{0.941}S$	010-79-5972	Pirrotita	
Nota:	• En el perfil de difracción experimental se observaron reflexiones con poca intensidad que no pudieron ser asignadas a alguna fase reportada en la base de datos PDF-2 (2016).		

Muestra N°	18003003		
Tabla 3. Fases cristalinas identificadas con ayuda de la base de datos PDF-2 (2016) del <i>International Centre for Diffraction Data</i> (ICDD) en el espécimen seleccionado de la muestra con código interno 18003003			
Cristalino	FASE	PDF No.	NOMBRE
	FeS	000-89-4076	Troilita-2H
	$Fe_{1-x}S$	000-29-0725	Pirrotita-6T
	FeS	000-89-6926	Sulfuro de hierro
Fe_3O_4	000-82-1533	Magnetita	
Nota:	• En el perfil de difracción experimental se observaron reflexiones con poca intensidad que no pudieron ser asignadas a alguna fase reportada en la base de datos PDF-2 (2016).		

OBSERVACIONES
Los resultados se relacionan únicamente a los especímenes de las muestras analizadas.
Para corroborar la presencia de las fases reportadas se debe realizar un análisis elemental.
Si desea expresar su percepción con respecto al presente servicio o ensayo, hágalo por medio del correo electrónico calidadrx@uis.edu.co o al PBX: (57-7) 6344000 extensión: 3512.
No se debe reproducir el informe de ensayo excepto en su totalidad, sin la aprobación escrita del laboratorio

Atentamente:		
Elaboró	Revisó	Aprobó
John Deiver Bonilla Jaimes Profesional Laboratorio Rayos X Químico PQ-4175	José Antonio Henao Martínez Director Laboratorio de Rayos X PhD-MSc -Químico PQ-0321	José Antonio Henao Martínez Director Laboratorio de Rayos X PhD-MSc -Químico PQ-0321

ANEXO L. Cálculo de los volúmenes de compuesto azufre añadidos al reactor.

Volumen de Cada Ensayo: 15 mL crudo simulado

$$DMDS: \left\{ \begin{array}{l} 4 \text{ mL disulfuro} \\ 500 \text{ mL aceite} \end{array} \right\} 504 \text{ mL crudo}$$

$$vol_{DMDS} = 15 \text{ mL crudo} * \frac{4 \text{ mL disulfuro}}{504 \text{ mL crudo}} = 0,119 \text{ mL disulfuro}$$

$$DMS: \left\{ \begin{array}{l} 3,2 \text{ mL sulfuro} \\ 500 \text{ mL aceite} \end{array} \right\} 503,2 \text{ mL crudo}$$

$$vol_{DMS} = 15 \text{ mL crudo} * \frac{3,2 \text{ mL sulfuro}}{503,2 \text{ mL crudo}} = 0,095 \text{ mL sulfuro}$$

$$ETT: \left\{ \begin{array}{l} 5 \text{ mL etanotiol} \\ 500 \text{ mL aceite} \end{array} \right\} 505 \text{ mL crudo}$$

$$vol_{ETT} = 15 \text{ mL crudo} * \frac{5 \text{ mL etanotiol}}{505 \text{ mL crudo}} = 0,148 \text{ mL etatiol}$$