

Estimación de la Viscosidad de Emulsiones de Agua en un Crudo Pesado Colombiano
Generadas en un Proceso de Inyección de Vapor Mediante Resonancia Magnética Nuclear

Aura Alicia Jaimes Daza y Gustavo Adolfo Lezmes Ospitia

Trabajo de Grado para Optar al Título de Ingeniería de Petróleos

Director

Adan Yovani León Bermúdez

Ph. D. Ingeniería Química

Codirector

María Isabel Sandoval

M. Sc. Ingeniería de Petróleos

Universidad Industrial de Santander

Facultad de Ingenierías Físicoquímicas

Escuela de Ingeniería de Petróleos

Bucaramanga

2020

Dedicatoria

A Dios quien ha sido mi guía y fortaleza, toda la gloria y honra sea para Él y en quien siempre ha estado puesta mi confianza.

A mi mamá Aura Daza, por quien es todo este esfuerzo y se merece todo lo mejor de mí, cada triunfo que logre será para ti porque has sido una mujer muy esforzada y valiente.

A mi hermana María Fernanda Jaimes, quien ha sido un apoyo fundamental desde mi infancia, su sabiduría me ha guiado en muchos procesos difíciles en mi vida, tenerte como cómplice y amiga ha sido una gran bendición para mí.

A mi familia, quienes han sido parte fundamental en todo mi proceso de aprendizaje, en especial a mi padre Ricardo Jaimes, a toda la familia Jaimes Barbosa, mis tíos Félix, Miguel y Jhon. También mi tía Pato; quienes han estado más cerca de mí y a los Daza Virviescas, que en medio de la distancia me han aportado mucho, en especial mi tía y madrina Gloria Daza quien siempre estará en mi corazón.

A Juan Camilo Ortiz, mi compañero de vida, tu apoyo emocional y todo el aliento que me has dado ha sido fundamental para mí. Sé que lograremos muchas cosas juntos y que apenas es el inicio de muchas aventuras y recuerdos.

A mis amigos, quienes empezamos juntos este camino, Hiroshi, Ange, Juan D, Daza, Laura, Carlos, Julio y Daniela, compartir con ustedes esta etapa universitaria ha sido un placer para mí, gracias por todos los bellos momentos.

Aura Alicia Jaimes Daza.

Dedicatoria

Y después de mucho esfuerzo, de ires y venires, aplazamientos y reingresos, y del devenir propio de la vida, aquí estoy redactando mi dedicatoria.

Quiero comenzar por la persona más importante en mi vida, la que muchas veces ha antepuesto mi bienestar por encima del de ella, a la que después de tantos años sigue creyendo en mí, a esa que a pesar de la rebeldía que invadía mi alma sabía que este era el mejor camino que debía seguir. Finalmente acertó. A usted Jaqueline Ospitia, quien fungió de padre y madre al mismo tiempo y que siempre percibió la educación como herramienta de transformación y superación, por ello, este logro también le pertenece. Infinitas gracias madre mía.

A mi hermana, Aylin Tathiana quien en sus manifestaciones políticas me enseñó que no todos tenemos las mismas oportunidades y vale la pena luchar por los que menos tienen, profesando un acorde del pensamiento Camilista que “la eficacia del amor no se logra sino con la revolución”, como filosofía de inclusión.

A Nicolás, mi sobrino, que se ha convertido en ese eslabón de amor que mantiene unida la familia.

A mis amigos, Robinson Ortíz quien fue mi soporte cuando llegamos a Bucaramanga y todo se extrañaba, a Sebastián Casas, que siempre estuvo conmigo brindándome una mano cuando más lo necesitaba. Y a todo el combo petroquímico con el que empezamos en Barbosa y a pesar de las diferencias siempre nos mantuvimos unidos.

A Luisa Fernanda, por su profunda admiración y que ha estado en los momentos más difíciles de mi vida y me ha aconsejado para tomar las mejores decisiones.

Por último, y haciendo honor a la justicia, agradecer a Aura Jaimes, que se subió a un tren que andaba a media marcha y realizó su aporte para que este proyecto llegara a buen final.

Porque este es un escalón y no la meta:

Gustavo Adolfo Lezmes Ospitia.

Agradecimientos

Expresamos nuestros más sinceros agradecimientos a cada una de las personas que de alguna u otra manera contribuyeron en la realización de este trabajo, especialmente:

Al Ingeniero Ph. D Adan Yovani León por su respaldo y acompañamiento en el laboratorio, préstamo de los equipos y seguimiento a lo largo de la investigación.

A la Ingeniera M. Sc. María Isabel Sandoval por su compañía, disposición, seguimiento y respaldo brindado para culminar el proyecto.

A la Ingeniera M. Sc. Maria Daniela Contreras Mateus y a Emilio Jose Carrillo Cardenas, quienes hicieron parte fundamental para el desarrollo de la investigación mediante el laboratorio de reología.

Al profesor Samuel Fernando Muñoz por su constante apoyo durante nuestra estancia en el Grupo de Investigación Recobro Mejorado.

Al profesor Daniel Molina por su aporte en el laboratorio de Resonancia Magnética nuclear y su dedicación durante el desarrollo de la investigación.

Finalmente, A los integrantes del Grupo de Investigación Recobro Mejorado, que con cada aporte y crítica permitieron el continuo mejoramiento de este proyecto.

Contenido

	Pág.
Introducción	16
1. Objetivos	19
1.1 Objetivo General.....	19
1.2 Objetivos Específicos.....	19
2. Marco Teórico.....	20
2.1 Inyección de vapor	20
2.1.1 Inyección cíclica de vapor.	21
2.1.1.1 Etapa de inyección.	22
2.1.1.2 Etapa de remojo.	22
2.1.1.3 Etapa de producción.....	23
2.2 Definición de Viscosidad.....	25
2.3 Teoría Molecular de la Viscosidad	27
2.4 Fenómeno de emulsificación in situ, Antecedentes.....	28
2.5 Comportamiento reológico de las emulsiones directas en crudos pesados.....	30
2.6 Estabilidad de las emulsiones de crudo pesado	31
2.7 Principios fundamentales de la Resonancia Magnética Nuclear (RMN).....	33
2.7.1 Polarización.....	34
2.7.2 Pulsos de Radiofrecuencia (RF).....	37

2.7.3 Tiempo de Relajación Transversal T ₂	38
2.7.4 Free Induction Decay (FID).....	39
2.7.5 Secuencia Carr – Purcell – Meiboom - Gill (CPMG).....	40
2.7.6 Índice de Amplitud (AI) e Índice Relativo de Hidrógeno (RHI).....	43
2.7.7 Estimación del Tiempo de relajación promedio T _{2ML}	44
2.7.8 Revisión bibliográfica de correlaciones para la estimación de viscosidad a partir de RMN.	45
3. Metodología y diseño experimental.....	49
3.1 Diseño experimental	49
3.2 Metodología	51
3.2.1 Preparación de las muestras.	51
3.2.2 Montaje experimental para la formación de emulsiones.	52
3.2.3 Protocolo experimental.	54
3.2.4 Prueba de Reología.	58
3.2.5 Prueba de RMN de bajo campo.	59
4. Resultados	62
4.1 Características del crudo emulsionado.....	62
4.2 Cantidad de agua emulsionada.....	66
4.3 Análisis reológico del crudo y las emulsiones.....	67
4.4 Análisis de varianza del diseño factorial propuesto.....	72
4.5 Efecto del corte de agua en la viscosidad de las emulsiones.	78
4.6 Efecto de las reacciones de acuatermólisis en los resultados de viscosidad de las emulsiones.	80

4.7 Caracterización de crudos y emulsiones usando espectroscopia UV-VIS..... 82

4.8 Caracterización mediante Resonancia Magnética Nuclear de bajo campo. 84

4.9 Estimación de la viscosidad de las emulsiones usando espectroscopia de RMN de bajo campo..... 88

5. Análisis de Resultados 93

5.1 Modelos estadísticos mediante regresión lineal múltiple. 97

5.1.1 Modelo por regresión lineal multivariable (RLM). 99

5.1.2 Regresión no lineal multivariable (RNLM). 100

5.1.3 Regresión lineal multivariable (RLM) para el contenido de agua. 101

6. Conclusiones 105

7. Recomendaciones 107

Referencias Bibliográficas 108

Lista de Tablas

	Pág.
Tabla 1. Criterio de selección para la inyección cíclica de vapor.....	21
Tabla 2. Revisión bibliográfica de correlaciones para la estimación de viscosidad a partir de RMN	45
Tabla 3. Número de niveles de cada variable involucrada en el proceso.	49
Tabla 4. Estructura del diseño factorial 2 ³	50
Tabla 5. Especificaciones de las condiciones de carga de cada emulsión a 270 y 300 °C.....	55
Tabla 6. Cantidad de masa agregada de cada componente para cargar los reactores a 270 °C.....	56
Tabla 7. Cantidad de masa agregada de cada componente para cargar los reactores a 300 °C.....	56
Tabla 8. Parámetros de la prueba CPMG.....	61
Tabla 9. Resultados de la variable de respuesta en el análisis de varianza.....	73
Tabla 10. Valores de los parámetros de para la estimación de viscosidad.	87
Tabla 11. Resultados de la prueba CPMG Emulsiones 270 ° C.	88
Tabla 12. Resultados de la prueba CPMG Emulsiones 300 ° C.	88
Tabla 13. Resultados de la estimación de la viscosidad con RMN para las emulsiones de 270 ° C.....	90
Tabla 14. Resultados de la estimación de la viscosidad con RMN para las emulsiones de 300 ° C.....	91
Tabla 15. Resultados de la estimación de viscosidad para las emulsiones de 270 ° C.	95

Tabla 16. Resultados de la estimación de viscosidad para las emulsiones de 300 ° C.	96
Tabla 17. Datos utilizados para el cálculo por medio de regresión, de la viscosidad del crudo con parámetros RMN.....	98
Tabla 18. Datos utilizados para el cálculo por medio de regresión, de la cantidad de agua en el crudo.	102

Lista de Figuras

	Pág.
Figura 1. Representación esquemática de un proceso típico de inyección cíclica de vapor en sus tres fases.....	23
Figura 2. Comportamiento de producción en un proceso de inyección cíclica de vapor.	24
Figura 3. Deformación lineal de un fluido por efecto de un esfuerzo de cizallamiento.....	25
Figura 4. Comportamiento reológico de fluidos Newtoniano y no Newtonianos.	27
Figura 5. Fenómeno de emulsificación in situ en un proceso de inyección de vapor.....	29
Figura 6. Aproximación de la estructura molecular de los asfaltenos.	32
Figura 7. Estructura molecular de las resinas.	33
Figura 8. a) Espines nucleares cuando no hay un campo magnético externo b) Orientación paralela y antiparalelamente de los espines α y β	35
Figura 9. Distribución de la energía cuando los espines están en presencia de un campo B_0	36
Figura 10. Polarización y precesión de espines en presencia de un campo magnético B_0	37
Figura 11. Comportamiento la magnetización por la incidencia del pulso de RF.	38
Figura 12. Curva de decaimiento exponencial de la relajación transversal T_2	40
Figura 13. Secuencia de pulsos de un eco de espín y la correspondiente evolución de la magnetización.	42
Figura 14. Secuencia de pulsos de CMPG.....	43
Figura 15. Espectro bimodal de RMN representativo de las emulsiones.	45

Figura 16. Microrreactor tipo batch.	53
Figura 17. Esquema del equipo de calentamiento Fluidized Bath.	54
Figura 18. Esquema del equipo de inyección de nitrógeno.	58
Figura 19. Reómetro Anton Paar MCR 302 del laboratorio de fluidos complejos y fenómenos de transporte del PTG.	59
Figura 20. Equipo utilizado para la prueba CPMG Minispec 7.5 del laboratorio de RMN del PTG.	61
Figura 21. Fases de los fluidos al final del experimento.	63
Figura 22. Muestras de crudo emulsionado de los experimentos a 270 °C.	64
Figura 23. Muestras de crudo emulsionado de los experimentos a 300 °C.	65
Figura 24. Cortes de agua del crudo sometido a las condiciones de un proceso de inyección de vapor.	66
Figura 25. Relación entre el esfuerzo de corte y la velocidad de deformación del crudo base. ..	68
Figura 26. Comportamiento de la viscosidad del crudo base según la velocidad de deformación.	69
Figura 27. Comportamiento de la viscosidad de las emulsiones a 270 °C según la velocidad de deformación.	70
Figura 28. Comportamiento de la viscosidad de las emulsiones a 300 °C según la velocidad de deformación.	71
Figura 29. Coeficientes de pseudoplasticidad de las emulsiones.	72
Figura 30. Diagrama de Pareto de los efectos no estandarizados.	74
Figura 31. Diagrama de los efectos principales sobre la variable de respuesta.	75
Figura 32. Diagrama de Pareto de los efectos estandarizados.	76

Figura 33. Gráfica normal de los efectos estandarizados.	77
Figura 34. Relación entre el valor de viscosidad de las emulsiones de 270 °C y el corte de agua.	79
Figura 35. Relación entre el valor de viscosidad de las emulsiones de 300 °C y el corte de agua.	80
Figura 36. Comparación de la viscosidad entre el crudo y las emulsiones de 270 y 300 °C.	82
Figura 37. Espectro ultravioleta del crudo y las emulsiones a 270 °C.	83
Figura 38. Espectro ultravioleta del crudo y las emulsiones a 300 °C.	84
Figura 39. Caída de magnetización resultado de la prueba CPMG.	85
Figura 40. Espectro del crudo después de aplicar la Transformada inversa de Laplace.	86
Figura 41. Espectro del agua después de aplicar la Transformada inversa de Laplace.	86
Figura 42. Espectro de las emulsiones de 270 °C.	89
Figura 43. Espectro de las emulsiones de 300 °C.	90
Figura 44. Comparación de la viscosidad mediante métodos convencionales, con el valor del T2ML.	92
Figura 45. Gráfica de la comparación de la viscosidad mediante métodos convencionales, con el valor del RHI.	92
Figura 46. Esfuerzo de corte contra velocidad de deformación de las emulsiones a 270 °C.	94
Figura 47. Esfuerzo de corte contra velocidad de deformación de las emulsiones a 300 °C.	95
Figura 48. Gráfica de la comparación de la viscosidad mediante métodos convencionales, con la viscosidad estimada por RMN.	96
Figura 49. Distribución de parámetros RMN con respecto a la viscosidad.	99
Figura 50. Gráfica de distribución de parámetros RMN con respecto a la viscosidad.	101

Figura 51. Relación entre los datos calculados y modelados para la cantidad de agua emulsionada con los 9 puntos.	103
Figura 52. Relación entre los datos calculados y modelados para la cantidad de agua emulsionada con los 8 puntos.	104

Resumen

Título: Estimación de la Viscosidad de Emulsiones de Agua en un Crudo Pesado Colombiano Generadas en un Proceso de Inyección de Vapor Mediante Resonancia Magnética Nuclear*.

Autores: Aura Alicia Jaimes Daz y Gustavo Adolfo Lezmes Ospitia**

Palabras Clave: Inyección de vapor, emulsificación in situ, viscosidad, emulsiones directas, crudo pesado, Resonancia Magnética Nuclear (RMN).

Descripción

En los procesos de inyección de vapor se generan emulsiones directas de agua en crudo (W/O). Estimar la viscosidad de las emulsiones es crucial para determinar el tiempo de retención del fluido en los separadores y calcular los requerimientos de energía en el transporte. Por ello, el propósito de este trabajo es evaluar la viscosidad de emulsiones generadas en un proceso de inyección de vapor mediante Resonancia Magnética Nuclear (RMN) de bajo campo. Este proceso se realizó en tres fases: la primera fase consistió en la formación de las emulsiones replicando los parámetros operacionales de una inyección de vapor a escala de laboratorio, en la que se empleó un crudo pesado colombiano de 12,5 °API y agua desionizada, en un diseño experimental 2³ con un tiempo de prueba de 5 días. En la segunda fase se llevó a cabo la medición de viscosidad siguiendo la norma ASTM D2196-18 por medio de un reómetro Anton Paar MCR 302. En la última fase se estimó la viscosidad usando la técnica de RMN mediante una prueba CPMG con el equipo Minispec 7.5. Como resultado, se logró la emulsificación del crudo a las condiciones de un proceso de inyección de vapor. Asimismo, el valor de la viscosidad del crudo es mayor que el de las emulsiones formadas a las condiciones establecidas, como consecuencia de las reacciones de acuatermolisis que se dieron entre el crudo y agua a las condiciones de la prueba. Por último, se concluye que se puede comparar los resultados de viscosidad de una prueba dinámica como la usada mediante el reómetro, con una prueba estática como lo es la RMN a las condiciones de temperatura de 40°C y velocidad de corte de 0,1-100 [1/s] obteniendo errores inferiores al 5.08%.

* Proyecto de Tesis

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería de Petróleos. Director: Ph. D. Adan Yovani León Bermúdez. Codirector: M. Sc. María Isabel Sandoval

Abstract

Title: Estimation of Water/Oil Emulsions Viscosity in a Colombian Heavy Oil Generated in a Steam Injection Process Using Nuclear Magnetic Resonance*.

Authors: Aura Alicia Jaimes Daza y Gustavo Adolfo Lezmes Ospitia**

Keywords: Steam injection, in situ emulsification, viscosity, water in oil emulsion, heavy oil, Nuclear Magnetic Resonance (NMR).

Description:

In steam injection processes direct emulsions of water in oil (W/O) are generated. Estimating the viscosity of emulsions is crucial to determine the retention time of the fluid in the separators and to calculate the energy requirements for transport. Therefore, the purpose of this work is to evaluate the viscosity of emulsions generated in a steam injection process using low field Nuclear Magnetic Resonance (NMR). This process was carried out in three phases: the first phase consisted of the formation of the emulsions by replicating the operational parameters of a laboratory scale steam injection using batch micro-reactors, in which a heavy Colombian crude oil of 12,5 °API and deionized water was used, in which, from an experimental design 2³, with 8 conditions of formation of emulsions with a test time of 5 days occur. In the second phase, the viscosity measurement was carried out following the ASTM D2196-18 standard using an Anton Paar MCR 302 rheometer. In the last phase, the viscosity was estimated using the NMR technique by means of a CPMG test with the Minispec 7.5. As a result, the emulsification of the crude oil was achieved under the conditions of a steam injection process. Also, the viscosity value of the crude oil is greater than that of the emulsions formed at the established conditions, as a consequence of the aquatermolysis reactions that occurred between the crude oil and water at the conditions of the tests. Finally, it is concluded that the viscosity results of a dynamic test such as that used by the rheometer can be compared with a static test such as NMR at conditions of temperature of 40°C and cutting speed of 0.1-100 [1/s] obtaining errors less than 5.08%.

* Thesis Project

** Faculty of Physicochemical Engineering. Petroleum Engineering School. Director: Ph. D. Adan Yovani León Bermúdez. Codirector: M. Sc. María Isabel Sandoval

Introducción

Las emulsiones directas de agua en aceite (W/O) pueden ser formadas en procesos de recobro mejorado que emplean vapor para aumentar la producción de crudo pesado, en la que tienen el agua como fase dispersa y en la cual su viscosidad aumenta respecto al crudo deshidratado. La determinación de la viscosidad de las emulsiones es importante para establecer los requerimientos de energía necesarios para su producción, tratamiento y transporte Neto et al., (2019). Esta necesidad se enfoca debido a que si el agua de las emulsiones tienen alto contenido de sales generará corrosión en las tuberías y sobrepresión en las líneas, lo que se traduce como un aumento en los costos de producción, asociados a una inversión en equipos sofisticados o en reactivos químicos para una adecuada separación de fases Fiorotti et al., (2019). Además, a medida que aumenta la viscosidad de las emulsiones las mediciones convencionales de laboratorio se vuelven progresivamente menos precisas y más difíciles de obtener.

El fenómeno de emulsificación *in situ* en procesos de inyección de vapor ya ha sido estudiado anteriormente. Sasaki et al., (1999) observaron que el fluido de producción después de la irrupción consistía en agua saturada en una sola fase y una emulsión de agua en aceite. Kumasaka et al., (2016) demostraron que estas emulsiones se pueden formar debido al flujo multifásico de vapor, condensado y aceite móvil. Por lo tanto, se busca generar emulsiones a partir de pruebas de interacción fluido-fluido en microrreactores tipo *batch* a condiciones típicas de un proceso de inyección cíclica de vapor para luego determinar la viscosidad a través de dos metodologías diferentes. La primera metodología se llevará a cabo siguiendo la norma ASTM

D2196-18 que es un método de prueba estándar para medir propiedades reológicas de materiales no newtonianos mediante un viscosímetro rotativo. Con la segunda metodología, se realizará un análisis para la estimación de viscosidad mediante Resonancia Magnética Nuclear de bajo campo y así establecer un análisis comparativo entre las dos metodologías.

El presente trabajo plantea la Resonancia Magnética Nuclear (RMN) como método alternativo, no destructivo y rápido, que podría disminuir los errores ligados a los procedimientos técnicos Bryan et al. (2005). En la literatura se reportan diferentes modelos para estimar la viscosidad por medio de RMN, en la cual, se ha reportado que existe una relación inversa entre la viscosidad y el tiempo de relajación transversal T_2 , es decir, a fluidos altamente viscosos como los crudos pesados los tiempos de relación son bajos comparado con el agua cuya relajación es mayor debido a su baja viscosidad Barbosa et al., (2013). LaTorraca et al., (1999) evaluaron la viscosidad teniendo en cuenta los valores de T_2 tomados de las lecturas de registros de RMN en el que consideraron los parámetros de temperatura y tiempo de eco (TE) para su modelo. Bryan., et al (2002) reportaron su correlación sin tener en cuenta estos parámetros, ya que introdujeron en sus variables la relación de índice relativo de hidrogeno (RHI) y demostraron que tanto el RHI como el T_2 dependen de la temperatura. Por último, Cheng et al., (2016) expresan que los crudos extrapesados exhiben un comportamiento diferente al de un fluido y se comportan más como un sólido y propusieron un nuevo modelo donde tienen en cuenta el valor de TE y temperatura. Cabe resaltar, que algo que tienen en común todas las correlaciones es el uso del valor de T_2 .

Este documento consta de cuatro capítulos; en el primero, se estudia mediante una revisión bibliográfica el proceso de inyección cíclica de vapor haciendo énfasis en la formación de emulsiones in situ, es decir, dentro del yacimiento mismo, las reacciones de acuatermólisis por las altas temperaturas del proceso, la estabilidad de emulsiones, la definición de los principios de la

RMN y los modelos reportados en la literatura para la estimación de la viscosidad en crudos pesados y emulsiones. En el capítulo dos, se presenta el diseño experimental para la formación de las emulsiones a escala de laboratorio teniendo en cuenta las condiciones de presión y temperatura de un proceso de inyección de vapor, así como la metodología para realizar las pruebas de reología y resonancia magnética nuclear de bajo campo. En el capítulo tres, se exponen los resultados de la formación de las emulsiones, se determina el comportamiento reológico del crudo y las emulsiones y se halla el valor de viscosidad de todas las muestras, además, se analizan los espectros obtenidos por RMN para realizar la estimación de la viscosidad con los parámetros de T_2 y RHI. Finalmente, en el capítulo cuatro se efectúa el análisis de los resultados obtenidos.

1. Objetivos

1.1 Objetivo General

Estimar la viscosidad de emulsiones de agua en un crudo pesado colombiano generadas en procesos de inyección de vapor usando Resonancia Magnética Nuclear.

1.2 Objetivos Específicos

- Estudiar las diferentes correlaciones propuestas en la literatura para la predicción de la viscosidad mediante Resonancia Magnética Nuclear.
- Preparar emulsiones de crudo pesado a diferentes relaciones crudo/agua y a temperaturas representativas de un proceso de inyección de vapor.
- Estimar la viscosidad de las emulsiones con correlaciones propuestas en la literatura a partir de los resultados experimentales obtenidos en pruebas de Resonancia Magnética Nuclear.
- Realizar un análisis comparativo entre los resultados obtenidos mediante resonancia magnética nuclear y los resultados de reología convencional.

2. Marco Teórico

2.1 Inyección de vapor

La alta viscosidad y la densidad son propiedades importantes a la hora de recuperar crudos pesados, Razavi et al., (2009). Estas propiedades pueden ser mejoradas a partir de un proceso de inyección de vapor, cuya efectividad radica en la transferencia de energía en forma de calor a la formación productora calentando el petróleo in situ, reduciendo su viscosidad y mejorando su movilidad hacia los pozos productores, Zhao et al., (2013). Actualmente en la industria del petróleo existen tres métodos de inyección de vapor los cuales son: la inyección continua, donde hay un pozo inyector y otro productor, Laiton et al., (2017). Un proceso SAGD cuya configuración consiste en dos pozos horizontales, uno inyector en el tope de la formación y otro productor en la base de la formación. Al inicio del proceso ambos pozos son inyectores con el objetivo de estimular la formación de una cámara de vapor, para que posteriormente el superior sea el único inyector y el inferior sea el productor, Hashemi-Kiasari, et al., (2014). Por último, la inyección cíclica de vapor, que teniendo en cuenta el alcance de la presente investigación se describirá con más detalle a continuación.

2.1.1 Inyección cíclica de vapor.

Es uno de los métodos de recobro térmico más utilizado para crudos pesados, debido a que posee una baja inversión inicial y tiene un rápido retorno comparada con otros métodos. A diferencia de la inyección continua que puede tardar varios meses antes de poder notar un incremento en producción, en la inyección cíclica se pueden observar los resultados en pocas semanas, Trebolle et al., (1993), Alvarado et al., (2013). Los mecanismos de recuperación predominantes son, la reducción de la viscosidad del crudo, efecto que mejora la movilidad y la productividad del pozo, su expansión que impacta en la saturación del crudo y su permeabilidad relativa, y la limpieza de la zona de daño, ya que remueve la acumulación de asfáltenos y parafinas que se depositan en la cara de pozo, Ahmed et al., (2012). La profundidad del yacimiento, el tipo de crudo, el espesor neto, la porosidad y la permeabilidad determinan la aplicabilidad y viabilidad de la técnica. Para ello, se tiene un *screening* o criterio de selección como se detalla en la *tabla 1*.

Tabla 1.

Criterio de selección para la inyección cíclica de vapor.

Propiedad	Valor
Gravedad ° API	< 15
Viscosidad del crudo, cP	> 300
Profundidad, ft	< 3000
Espesor neto, ft	> 30
Presión del Yacimiento, psi	<1500
Porosidad, fracción	> 0,3
Permeabilidad, mD	1000-2000

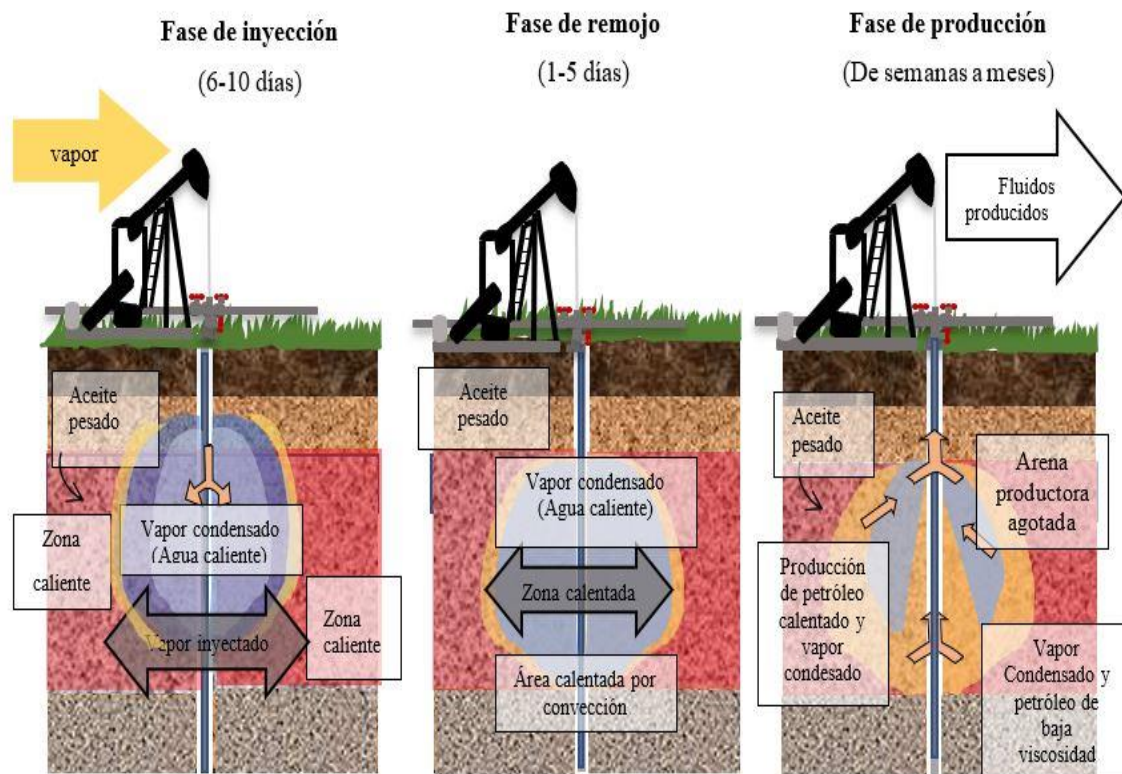
Nota: Criterio de selección en un proceso de recobro térmico. Tomado de, Farouq Ali, (1974). Heavy oil recovery - Principles, practicality, potential, and problems. Society of Petroleum Engineers - SPE Rocky Mountain Regional Meeting, RMR 1974. <https://doi.org/10.2523/4935-m>

2.1.1.1 Etapa de inyección. El vapor es inyectado a la formación por un determinado periodo de tiempo que se estima entre 6-10 días, Ahmed et al., (2012), que depende de la cantidad de vapor y de la capacidad de los equipos EOR disponibles para el proceso, que van ligados a la rentabilidad del proceso.

2.1.1.2 Etapa de remojo. El proceso debe ser lo suficientemente corto para evitar pérdidas de calor que se disipan en estratos no productores, en especial aquellos que poseen alto contenido de arcilla, pero no debe ser tan pequeño para que el calor sea transferido a la formación, Trebolle et al., (1993). Esta etapa se da mientras el pozo es cerrado usualmente entre 1 a 5 días, Ahmed et al., (2012), en la cual, ocurre que el vapor transfiere energía al crudo y en sí al sistema roca-fluidos por conducción por medio del calor latente. La finalidad de este proceso es que la presión del sistema se estabilice y que el calor se transfiera y se distribuya de manera uniforme. Durante esta etapa la mayor cantidad de vapor se condensa en las cercanías a la cara del pozo, representado en agua saturada, generando como consecuencia altas tasas de agua al inicio de la etapa de producción, Muñoz Navarro et al, (2007).

Figura 1.

Representación esquemática de un proceso típico de inyección cíclica de vapor en sus tres fases.



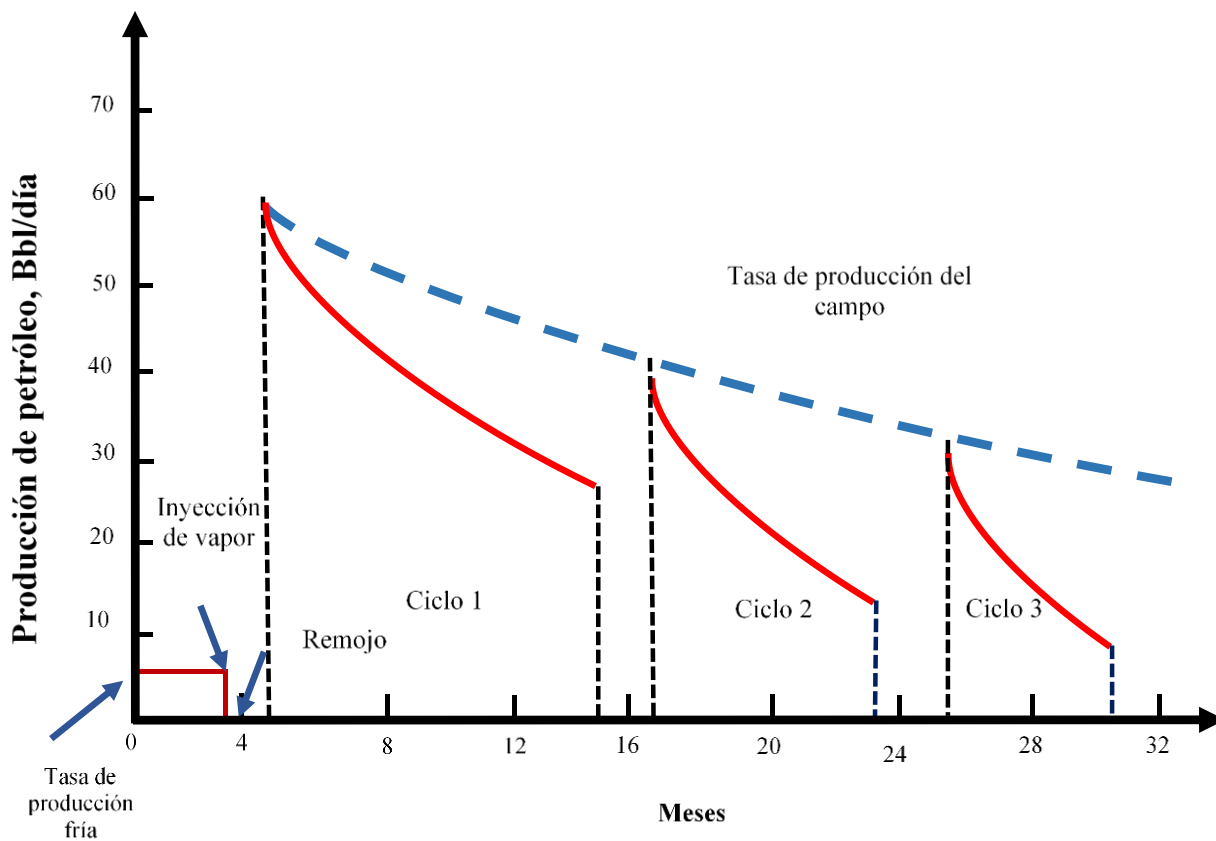
Nota. Esquema de inyección de vapor Tomado de Alvarado, C. Douglas, A. (2013). Recuperación Térmica de Petróleo. *Journal of Chemical Information and Modeling*, 53(9), 1689–1699. <https://doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004>

2.1.1.3 Etapa de producción. Esta ocurre cuando el pozo es abierto, el tiempo de duración de esta etapa está relacionado con la proporción de energía que se transmita a las zonas adyacentes en sentido vertical y radial, también con la rapidez de enfriamiento de la formación productora debido a la producción de los fluidos en yacimiento, hasta el punto en el cual la producción decline a su tasa original, y se inicie un nuevo ciclo de inyección. Esta operación se repite hasta que el proceso deje de ser económicamente viable, Alvarado et al., (2013). En la *figura 2* se puede detallar

el comportamiento típico de producción de crudo en cada una de las etapas durante la implementación de tres ciclos.

Figura 2.

Comportamiento de producción en un proceso de inyección cíclica de vapor.



Nota. Producción de petróleo en una inyección de vapor. Tomado de Douglas A, Alvarado, S (2012) Recuperación Térmica de Petróleo. Journal of Chemical Information and Modeling, 53(9), 1689–1699. <https://doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004>

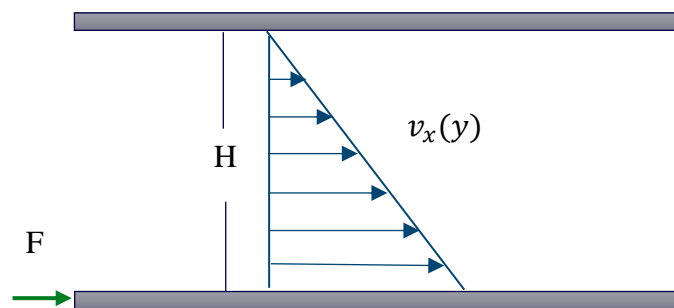
2.2 Definición de Viscosidad

Una descripción general de la viscosidad la define como la resistencia que ejerce un fluido al flujo. Pero es necesario establecer una definición en un sentido más estricto. Un fluido, es una sustancia que sufre una deformación continua bajo la acción de una fuerza de corte aplicada, dicho de otro modo, cuando un fluido se somete a cizallamiento, fluye. La manera en que un fluido obedece a una relación de esfuerzo cortante-velocidad de corte determina su naturaleza dentro de la clasificación reológica de un fluido Pal et al., (1992).

Cuando los fluidos exhiben una relación lineal entre el esfuerzo de corte y la velocidad de deformación se clasifican como newtonianos, comportamiento que se ilustra en la *figura 3*, Bryan et al., (2002), por lo tanto, la viscosidad es independiente a la velocidad de deformación Dolz et al., (2005) manteniendo un valor constante a cualquier presión y temperatura dadas.

Figura 3.

Deformación lineal de un fluido por efecto de un esfuerzo de cizallamiento



Nota. Tomado de Bird, R., Stewart, W., and Lightfoot, E.: Transport Phenomena— Second Edition, John Wiley & Sons Inc., New York City (2002).

La expresión que describe este comportamiento está dada por:

$$\frac{F}{A} = k \frac{dv_x}{dy} \quad (1)$$

La constante de proporcionalidad k es una propiedad intrínseca del fluido, definida como viscosidad:

$$\tau_{xy} = \mu\gamma \quad (2)$$

Donde:

- τ_{xy} es el esfuerzo de corte (Pa).
- μ es la viscosidad (Pa s).
- γ es la velocidad de deformación (s^{-1}).

Sin embargo, si el fluido no es newtoniano, la viscosidad cambia con la velocidad de corte Ronningsen (1995), en tal caso, para describir la mayoría de fluidos con comportamiento no-newtoniano, la *ecuación 2* puede generalizarse con el modelo de la Ley de Potencia o de Ostwald de Waele como lo describe Dolz et al., (2005):

$$\tau_{xy} = k\gamma^n \quad (3)$$

Donde k es el índice de consistencia y n es el índice de Ley de Potencia. De esta manera, se obtiene una nueva expresión de viscosidad, conocida como viscosidad aparente (μ_{ap}) debido a que ya no es un valor constante:

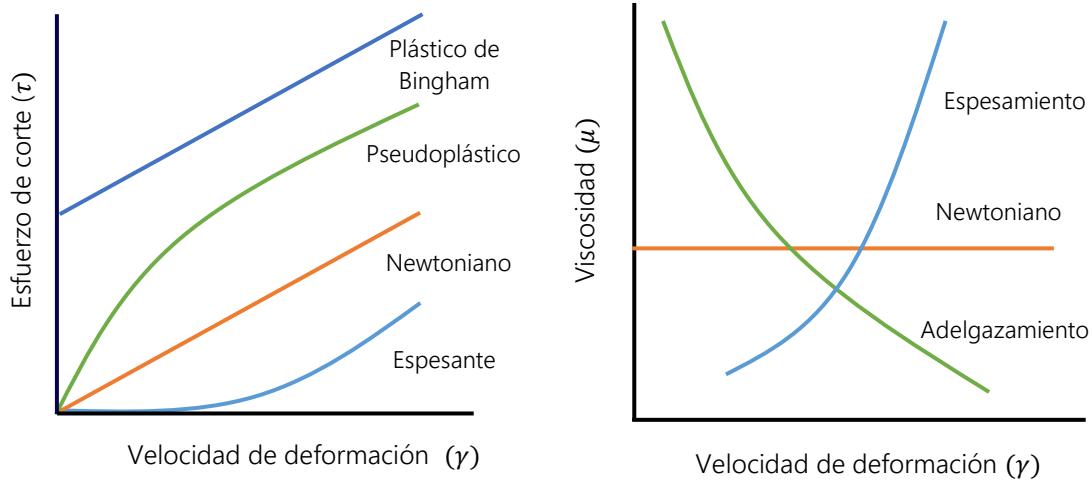
$$\mu_{ap}(\gamma) = k\gamma^{n-1} \quad (4)$$

La *ecuación 3* reproduce el flujo newtoniano para $n=1$ con $k=\mu$. Los valores de $n>1$ del índice de potencia corresponden a fluidos espesantes que aumentan el valor de viscosidad con una mayor velocidad de deformación, mientras que los valores de $n<1$ corresponden a fluidos pseudoplásticos que por el contrario disminuyen su viscosidad con un aumento de la velocidad de

deformación. A continuación, se representa el comportamiento reológico de los fluidos newtonianos y no newtonianos en función de la velocidad de corte.

Figura 4.

Comportamiento reológico de fluidos Newtoniano y no Newtonianos.



Nota. Comportamiento reológico dependiendo de la velocidad de deformación y el esfuerzo de corte Modificado de Dolz, M., Delegido, J., Casanovas, A., & Hernández, M. J. (2005). A low-cost experiment on Newtonian and non-Newtonian fluids. *Journal of Chemical Education*.

2.3 Teoría Molecular de la Viscosidad

La teoría de la viscosidad de Eyring establece que las moléculas líquidas se encuentran en una estructura similar a una jaula, de tal forma, para que exista el movimiento de una molécula esta debe ganar la suficiente energía para desplazar a las moléculas circundantes, es decir, la energía de activación dependerá de la estructura molecular del crudo y la dificultad en el

movimiento molecular se expresa en la propiedad macroscópica de la viscosidad. La teoría de Eyring puede escribirse matemáticamente como Bird (2002) :

$$\mu = \left(\frac{\delta}{a}\right)^2 \frac{Nh}{V} \exp\left(\frac{\Delta G_0}{RT}\right) \quad (5)$$

donde δ es la distancia entre las capas moleculares en un fluido, a es la distancia entre una molécula y un sitio de red vacío adyacente, N es el número de Avogadro, h es la constante de Planck, V es el volumen molar líquido, ΔG_0 energía libre de activación, R es la constante universal de gas y temperatura absoluta T . La importancia de la *ecuación 5* radica en que se presenta una definición de viscosidad que no es simplemente una relación entre el esfuerzo cortante y la velocidad de deformación, lo que significa que la viscosidad constituye una propiedad del fluido, por lo tanto, puede determinarse incluso en ausencia de flujo. Además, cabe señalar que según el alcance de la investigación, los resultados de los experimentos de RMN son comparados con los valores de viscosidad obtenidos por reología si los fluidos siguen un comportamiento newtoniano, de esta manera, las emulsiones con altos cortes de agua o emulsiones que sean sometidas a altos esfuerzos de cizallamiento en la cual el fluido adquiriera un comportamiento de adelgazamiento no son tenidas en cuenta debido a que la técnica de espectroscopia de RMN no se aplicará para un cizallamiento cambiante.

2.4 Fenómeno de emulsificación in situ, Antecedentes.

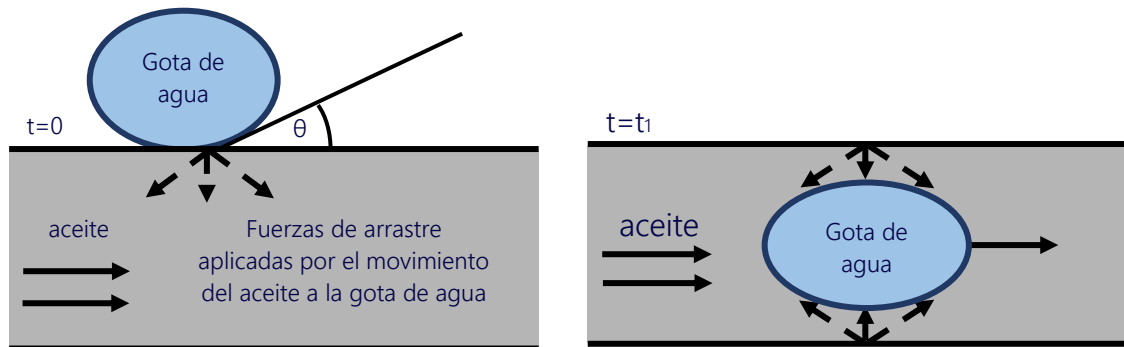
Sasaki et al., (2002) llevaron a cabo experimentos de las etapas iniciales de un proceso SAGD para investigar las características del flujo de fluidos en la cámara de vapor y los fluidos de producción. Realizaron la visualización de micro-fenómenos en la interfase de la cámara de vapor y el crudo pesado con una sonda de fibra óptica de alta resolución. En las investigaciones

observaron gotas de agua muy finas del orden de 0,01 mm que debido a la condensación se desplazaron al aceite inmediatamente después de su formación. Además, señalaron que los fluidos de producción después de la irrupción consistían en agua saturada en una sola fase y una emulsión de agua en aceite.

Mohammadzadeh et al., (2009) en sus experimentos de visualización de flujo a escala de poro demostraron que estas emulsiones se pueden formar in situ durante la aplicación de un método de recobro térmico de SAGD debido al flujo multifásico de vapor, agua condensada y aceite móvil, en el que la extensión de la emulsificación depende directamente del gradiente de temperatura entre la fase vapor y el aceite frío. Propusieron un esquema del fenómeno de emulsificación como se muestra en la *figura 5*.

Figura 5.

Fenómeno de emulsificación in situ en un proceso de inyección de vapor.



Nota.: Mohammadzadeh, O., & Chatzis, I. (2009). IPTC 13403 Pore-level Investigation of Heavy Oil Recovery Using Steam Assisted Gravity Drainage (SAGD), 1–17

Ezeuko et al., (2012) basados en investigaciones anteriores, para un estudio de simulación numérica de flujo en medios porosos en un proceso SAGD, el modelamiento de la emulsificación

in situ lo propusieron como una reacción pseudoquímica de dos etapas. La primera etapa supone una inestabilidad hidrodinámica en las interfaces vapor aceite que describe la transferencia de burbujas del vapor condensado a través de la interface del bitumen. La segunda etapa modela la inmersión o encapsulación de burbujas del vapor condensado en el aceite para la formación de una emulsión que contiene al agua en fase dispersa en un esquema similar al propuesto por Mohammadzadeh et al., (2009).

Hadabi et al., (2016) en su investigación de los efectos de la caolinita como arcilla predominante en los yacimientos de crudos pesados Omaníes sobre la viscosidad y la tensión interfacial de las emulsiones de agua en aceite, sostienen que en teoría, durante la inyección de vapor, el aceite se produce principalmente emulsionado como resultado de un contacto físico entre el fluido de avance que es el vapor condensado y el banco de aceite a movilizar, lo que finalmente tiene un efecto sobre el comportamiento reológico del crudo pesado deshidratado.

2.5 Comportamiento reológico de las emulsiones directas en crudos pesados.

La mayoría de las emulsiones de petróleo crudo que contienen agua dispersa en cantidades bajas tienden en su mayoría a un comportamiento newtoniano, pero se pueden observar efectos no newtonianos a fracciones de agua más dispersas, importante porque muchas emulsiones son pseudoplásticas, es decir, reductoras de cizallamiento que disminuyen su viscosidad al aumentar la velocidad de deformación Bryan et al.,(2005).

Así mismo, la viscosidad del fluido emulsionado aumenta debido a que la presencia de gotas de agua ocasiona una distorsión en el campo de flujo haciendo que la disipación de energía aumente como consecuencia de una mayor interacción hidrodinámica entre las moléculas. En otras

palabras, el agua emulsionada crea barreras para el flujo de las moléculas de aceite, por lo que un cambio en el esfuerzo de corte será acompañado por un cambio más pequeño en la velocidad de deformación Bryan et al., (2002). Como resultado, la fracción volumétrica de la fase dispersa es el factor más importante que conduce a un aumento de la viscosidad al menos en dos órdenes de magnitud, en comparación con la viscosidad del aceite deshidratado Fingas et al., (2009).

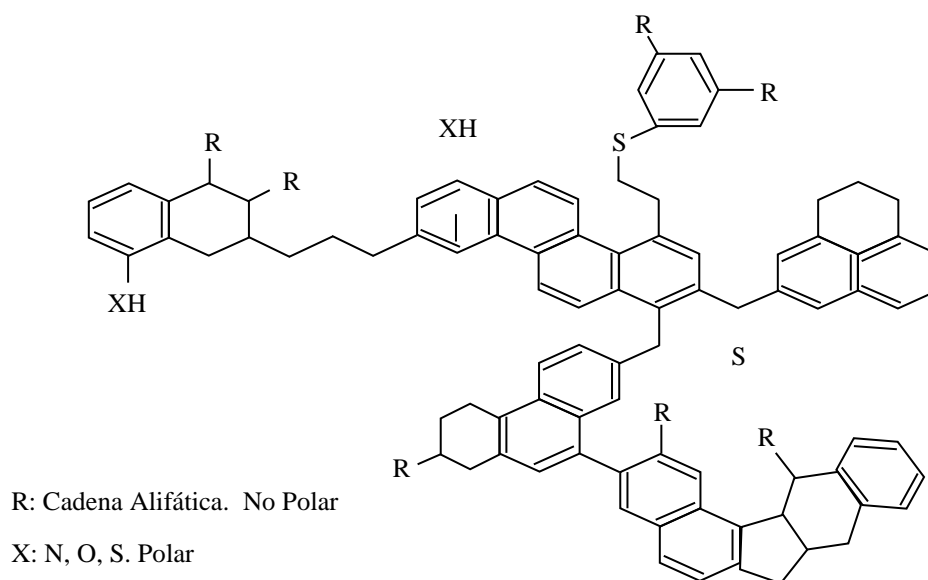
2.6 Estabilidad de las emulsiones de crudo pesado

Una característica importante de las emulsiones directas W/O es su estabilidad, que está asociada a la capacidad de mantener el agua emulsionada en el aceite sin que exista coalescencia Neto et al., (2019), ya que a condiciones normales el crudo y el agua son fluidos inmiscibles. Estas emulsiones se estabilizan mediante emulsionantes naturales tales como asfaltenos, resinas, ácidos carboxílicos, ceras y sólidos que son compuestos que están presentes de forma natural en el crudo pesado y que actúan como surfactantes Hippmann et al., (2018). Pero es el contenido de asfaltenos el factor más relevante en la formación de emulsiones debido a su característica anfifílica, es decir, moléculas que poseen doble afinidad, polar y no polar Velásquez et al., (2014). El extremo no polar generalmente se distingue por tener anillos aromáticos polinucleares y ramificaciones de hidrocarburos alifáticos altamente hidrofóbicos Henández Alarcón (2016). Sin embargo, la presencia de heteroátomos como hierro, níquel y vanadio que sugiere porfirinas Kilpatrick, (2012), o átomos de oxígeno, nitrógeno y azufre de algún grupo funcional polar sulfhidrilo, aldehído, carboxilo o amino en los extremos de algunos de estos anillos aromáticos constituyen la parte hidrofílica de la molécula soluble en agua Velásquez et al., (2014). Por lo tanto, la actividad interfacial de los asfaltenos previene la inestabilidad de las emulsiones mediante la formación de

una membrana viscoelástica alrededor de las gotas de agua evitando el rompimiento de la emulsión y la posterior separación de fases. La *figura 6* representa una aproximación a la configuración estructural de una molécula de asfalto y dimensiona la complejidad de estos y su impacto en la viscosidad de los crudos pesados Borges et al., (2014).

Figura 6.

Aproximación de la estructura molecular de los asfaltenos.



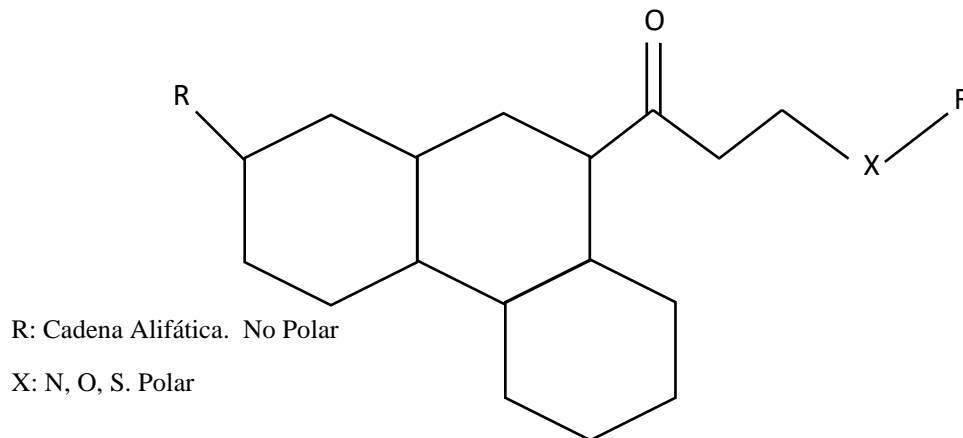
Nota. Borges, B., Del Carpio, E., De Navarro, C. U., & Ortega, N. (2014). Caracterización morfológica y espectroscópica de asfaltenos provenientes de diferentes crudos.

Además, es necesario enfatizar la importancia que tiene el contenido de resinas en el crudo pesado debido a que actúa como un estabilizante de los asfaltenos más que como un agente emulsificante. Cabe mencionar que las resinas se definen como la fracción que constituye la transición entre la parte más pesada y polar del crudo como lo son los asfaltenos y las fracciones relativamente no polares como los máltenos Borges et al., (2014), constituidas por agregados de

anillos poliaromáticos de una estructura similar a los asfaltenos pero de menor peso molecular haciendo que estos permanezcan peptizados en un estado coloidal. Por lo tanto, hace que los asfaltenos no se precipiten y permite su estabilidad en la interfase agua aceite Velásquez et al., (2014). En la *figura 7* se esquematiza una aproximación de la estructura molecular promedio de una resina.

Figura 7.

Estructura molecular de las resinas.



Nota Borges, B., Del Carpio, E., De Navarro, C. U., & Ortega, N. (2014). Caracterización morfológica y espectroscópica de asfaltenos provenientes de diferentes crudos.

2.7 Principios fundamentales de la Resonancia Magnética Nuclear (RMN).

La Resonancia Magnética Nuclear se presenta por una propiedad cuántica intrínseca de las partículas elementales la cual establece que un protón que gira sobre sí mismo produce un momento angular denominado espín I , que a su vez genera un momento magnético μ orientado en la dirección del espín, Silletta (2015). Las mediciones de RMN pueden realizarse con núcleos que

tengan un número impar de protones o neutrones o ambos, como es el caso del hidrógeno (^1H), carbono (^{13}C), el sodio (^{23}Na). Para la mayoría de los núcleos encontrados en la tierra, la señal magnética nuclear inducida por los campos magnéticos a los que están sometidos puede ser demasiado pequeña para ser detectada por una herramienta de RMN. Sin embargo, el hidrógeno (^1H) gracias a que solo tiene un protón y no posee neutrones, además de su abundante presencia en la naturaleza tal como en agua e hidrocarburos, tiene un momento magnético grande generando una fuerte señal en la herramienta, Bryan et al., (2002), y por lo tanto, es el isótopo que se estudia en el desarrollo de esta investigación.

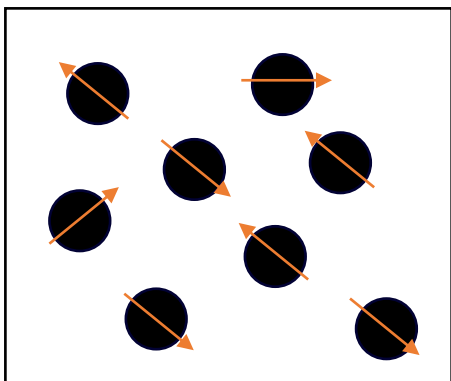
2.7.1 Polarización.

Los espines magnéticos de los protones son representados por medio de vectores orientados en la dirección que su estado de energía lo permita. Dicha dirección corresponde a la misma dirección del momento magnético μ . En un estado natural, es decir sin la influencia de un campo magnético externo, el momento magnético de los espines se orienta en direcciones aleatorias, debido a que no existe ninguna fuerza que permita direccionarlos específicamente, Martínez (2016), como se aprecia en la *figura 8a*. Después de que estos espines sean sometidos a un campo magnético de intensidad B_0 se polarizan, es decir, que los espines se alinean en la dirección del campo magnético aplicado, *figura 8b*.

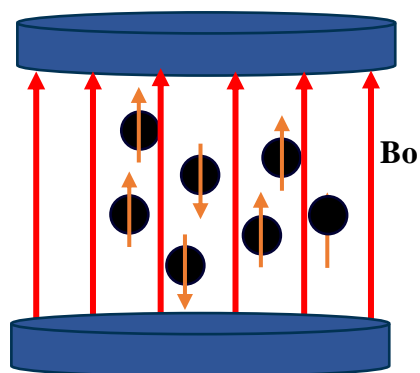
Figura 8.

a) Espines nucleares cuando no hay un campo magnético externo b) Orientación paralela y antiparalelamente de los espines α y β .

a)



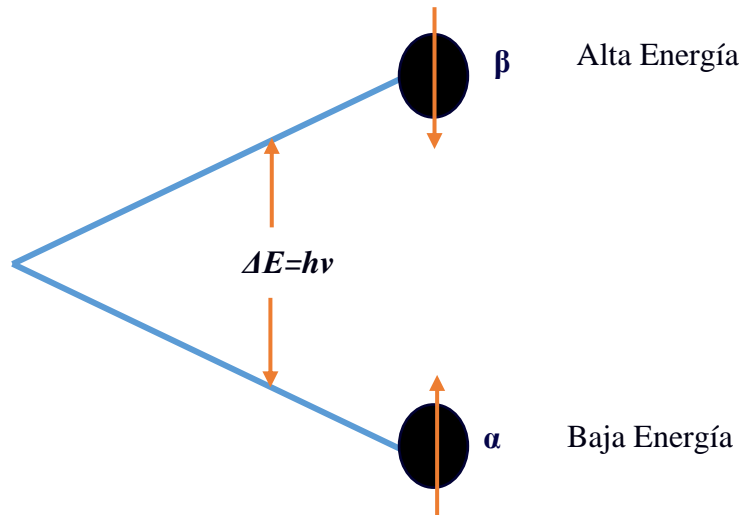
b)



Aquellos espines de menor energía o espín α ($-1/2$) se orientan en dirección paralela al campo magnético externo, mientras los espines de mayor energía o espín β ($+1/2$) se orientan antiparalelamente a dicho campo como se ilustra en la *figura 9*.

Figura 9.

Distribución de la energía cuando los espines están en presencia de un campo B_0 .



Nota: Coates, G. R., Xiao, L., & Prammer, M. G. (1999). NMR Logging Principles & Applications.

Luego de que el campo magnético es aplicado, el eje de rotación del espín siempre en la dirección de las líneas de campo se mueve alrededor del eje Z en un movimiento conocido como precesión, así, cuando B_0 sea aplicado al núcleo, este precesará alrededor del campo B_0 . La frecuencia precesional ν [MHz], llamada frecuencia de Larmor, está dada por:

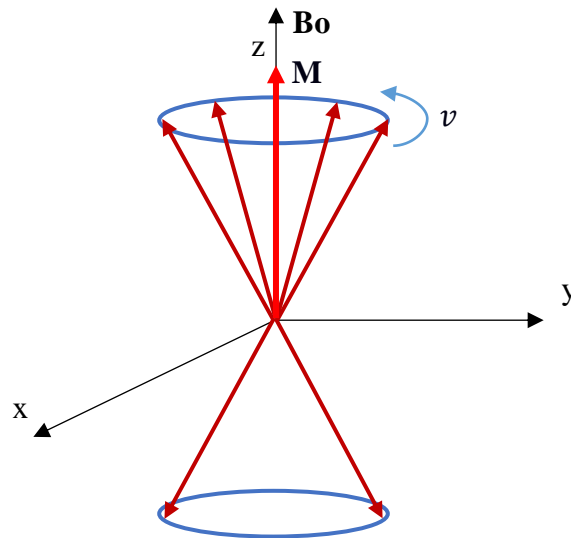
$$\nu = \frac{\gamma B_0}{2\pi} \quad (6)$$

Donde γ es la constante giromagnética [MHz/T] del isótopo que se está analizando y B_0 [T] es la magnitud del campo magnético aplicado. Considerando la materia como un conjunto de espines nucleares, se puede definir un momento magnético neto como la suma vectorial de los momentos magnéticos asociados a cada espín. Dado que los espines α tienen un menor estado de energía, habrá un ligero exceso de protones orientados en la dirección paralela al campo magnético B_0 , provocando un momento magnético \mathbf{M} como se representa en la *figura 10*. Este

vector magnetización es el que provee la señal medida por los dispositivos de RMN, Coates et al., (1999).

Figura 10.

Polarización y precesión de espines en presencia de un campo magnético B_0 .



Nota: Coates, G. R., Xiao, L., & Prammer, M. G. (1999). NMR Logging Principles & Applications.

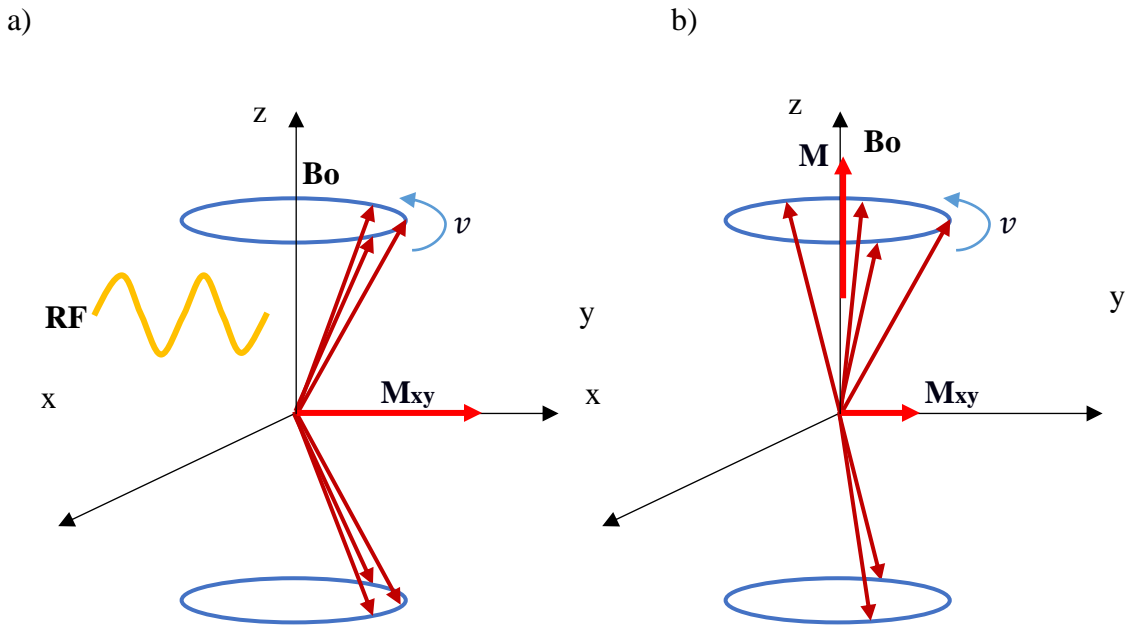
2.7.2 Pulsos de Radiofrecuencia (RF).

Un protón que se encuentra en un estado de menor energía puede hacer la transición a un estado de mayor energía en un fenómeno conocido como resonancia cuando recibe un pulso de radiofrecuencia (FR) cuya energía debe ser $\Delta E = h\nu$, es decir, cuando la frecuencia del campo magnético oscilatorio iguala la frecuencia de Larmor de los protones. En la que, ΔE [J] es la energía necesaria para pasar de un estado de energía a otro, h [J*s] es la constante de Planck y ν [MHz] es la frecuencia de precesión de los espines. Inicialmente al incidir un campo magnético B_0 , el vector magnetización se encuentra proyectado en el eje Z, razón por la cual las componentes en el plano

XY son nulas. Sin embargo, al incidir los pulsos de RF la componente en Z se hace nula, y el vector M se encuentra proyectado totalmente sobre el plano XY en coherencia de fase, *figura 11.a*. A partir del momento en que se retiran los pulsos de RF el vector M vuelve a su posición original disipando su energía haciendo que la componente en el plano XY vuelva a ser nula a causa de la pérdida de coherencia de fase en los espines como se observa en la *figura 11.b*.

Figura 11.

Comportamiento la magnetización por la incidencia del pulso de RF.



Nota: Coates, G. R., Xiao, L., & Prammer, M. G. (1999). NMR Logging Principles & Applications.

2.7.3 Tiempo de Relajación Transversal T_2 .

La relajación transversal es el proceso por el cual los espines nucleares disipan su energía debido a interacciones entre ellos mismos, por lo tanto, es una forma directa de entender los

procesos dinámicos a una escala molecular, ya que los tiempos característicos con los cuales se vuelve al equilibrio brindan información esencial del sistema, en consecuencia, conocer los mecanismos de interacción espín-espín permite un buen entendimiento de las propiedades intrínsecas del sistema analizado, Silletta (2015). El tiempo de relajación transversal T_2 teóricamente hace referencia al tiempo que le toma a la magnetización transversal en el plano XY caer un 37 % del valor original, Martinez (2016). La ecuación que representa la variación de las componentes XY del vector magnetización después de aplicar un pulso de RF es descrita a continuación.

$$M_{xy}(t) = M_{xy0} * e^{\frac{-t}{T_2}} \quad (7)$$

Dónde:

t = El tiempo que los protones están sometidos al campo magnético B_0 .

$M_{xy}(t)$ = La amplitud de la magnetización transversal al tiempo t .

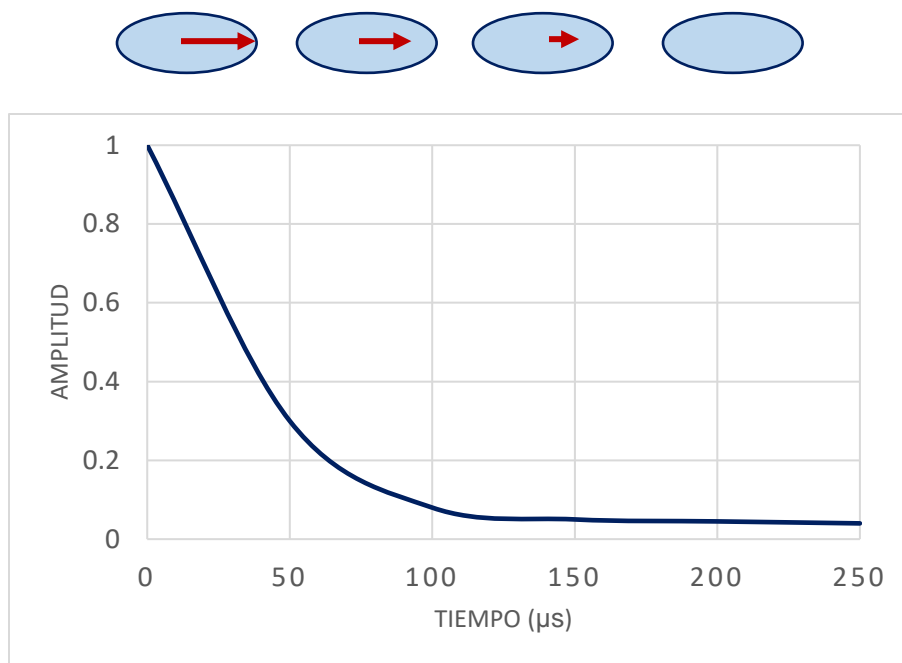
M_{xy0} = Es la magnitud de la amplitud de la magnetización transversal a $t = 0$.

2.7.4 Free Induction Decay (FID).

Al finalizar el pulso de RF en un experimento conocido como decaimiento de inducción libre FID (por sus siglas en inglés) en el que la magnetización transversal decae, el movimiento de precesión alrededor del eje Z induce naturalmente una corriente en la bobina del equipo de RMN la cual es amplificada y detectada por el espectrómetro. La *figura 12* representa el decaimiento de la señal en función del tiempo que es leída por el equipo de RMN.

Figura 12.

Curva de decaimiento exponencial de la relajación transversal T_2 .



Nota: Coates, G. R., Xiao, L., & Prammer, M. G. (1999). NMR Logging Principles & Applications.

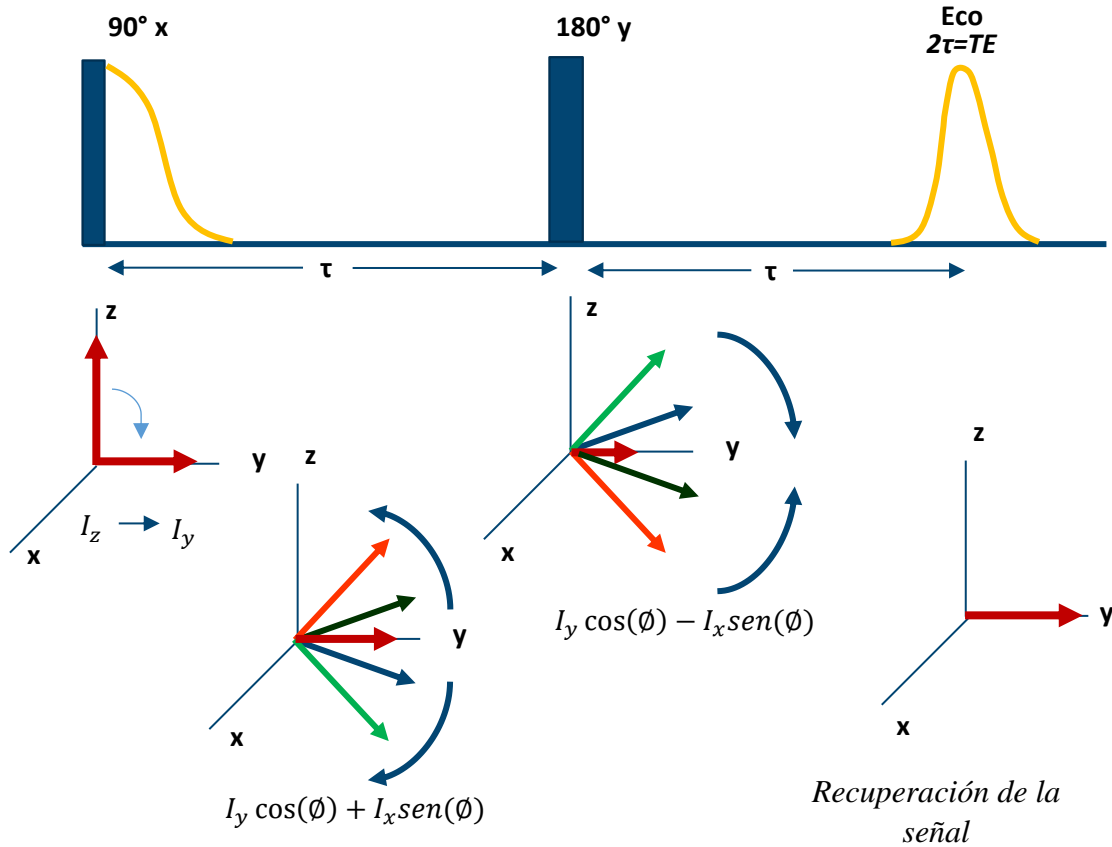
2.7.5 Secuencia Carr – Purcell – Meiboom - Gill (CPMG).

Con un único pulso de un experimento de FID los tiempos de relajación transversal son extremadamente rápidos del orden de microsegundos como se observa en la *figura 12*, con el que no se puede obtener información adecuada del sistema que se está analizando especialmente si son sistemas complejos de alta viscosidad, por consiguiente, se hace necesario aplicar un tren de pulsos en una secuencia conocida como CPMG, en la que inicialmente se aplica un pulso de RF de 90° que causa la rotación de la posición de equilibrio del espín I_z a I_y como se aprecia en *la figura 13*, una vez es quitado el pulso de RF los espines pierden la coherencia de fase como fue mencionado anteriormente y de esta manera tienen componentes tanto en Y como en X ($I_y \cos(\phi) +$

$I_x \text{sen}(\emptyset)$), siendo esta etapa donde disminuye la magnetización transversal. Posteriormente, un pulso de 180° es aplicado en el eje Y transcurrido un tiempo τ , el cual invierte la componente I_x del espín $(I_y \text{cos}(\emptyset) - I_x \text{sen}(\emptyset))$ dejando inalterado la componente I_y ya que el pulso se aplica sobre este eje, y que permite una refocalización de los espines después de un tiempo de 2τ provocando un eco de espín que es detectado por la bobina receptora del equipo y que se traduce en una señal. En los subsiguientes ecos la intensidad decae y la envolvente representa la caída de la magnetización de la señal que está determinada por la constante de decaimiento T_2 como se muestra en *la figura 14*.

Figura 13.

Secuencia de pulsos de un eco de espín y la correspondiente evolución de la magnetización.

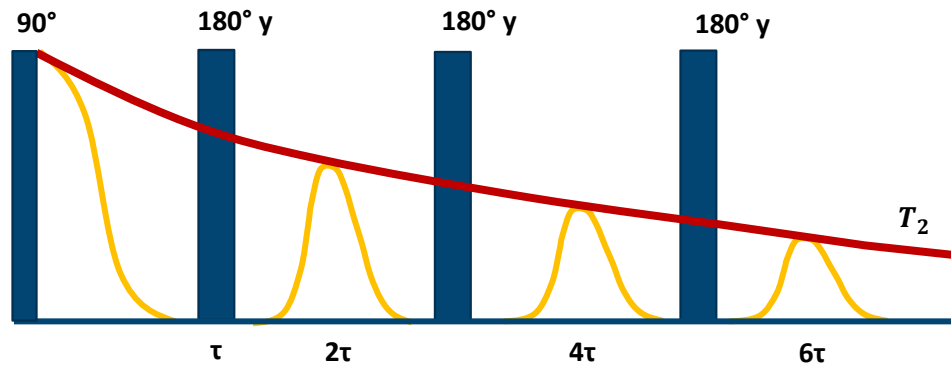


Nota: Silletta, E. V. (2015). Dinámica de fluidos en sistemas complejos mediante estudios de Resonancia Magnética. Universidad Nacional de Córdoba.

Sin embargo, hacer una lectura de T_2 es complejo desde la envolvente de decaimiento, razón por la cual, a estos datos se les realiza un proceso matemático para hallar la transformada inversa de Laplace y obtener la relación entre el valor de T_2 y la magnitud de la amplitud de la señal, de donde se obtienen los valores de Índice de Amplitud (AI) y de la relación del índice relativo de hidrogeno (RHI) ampliamente usado en la RMN, estos términos se detallan a continuación.

Figura 14.

Secuencia de pulsos de CPMG.



Nota: Silletta, E. V. (2015). Dinámica de fluidos en sistemas complejos mediante estudios de Resonancia Magnética. Universidad Nacional de Córdoba.

2.7.6 Índice de Amplitud (AI) e Índice Relativo de Hidrógeno (RHI).

La amplitud de la señal es proporcional a la densidad de protones de hidrogeno presentes en una muestra, Bryan et al., (2003). Por lo tanto, se definió un parámetro de RMN llamado índice de amplitud (AI) para relacionar la amplitud de RMN con la cantidad de fluido como se expresa en la ecuación 8. También se definió el índice relativo de hidrogeno (RHI) por sus siglas en inglés, el cual es una normalización del índice de amplitud para comparar diferentes fluidos con el agua, debido a que es la sustancia con mayor cantidad de protones de hidrogeno por unidad de volumen como se representa en la ecuación 9.

$$AI = \frac{\sum Ai}{masa} \quad (8)$$

$$RHI = \frac{AI_{oil}}{AI_{water}} \quad (9)$$

2.7.7 Estimación del Tiempo de relajación promedio T_{2ML} .

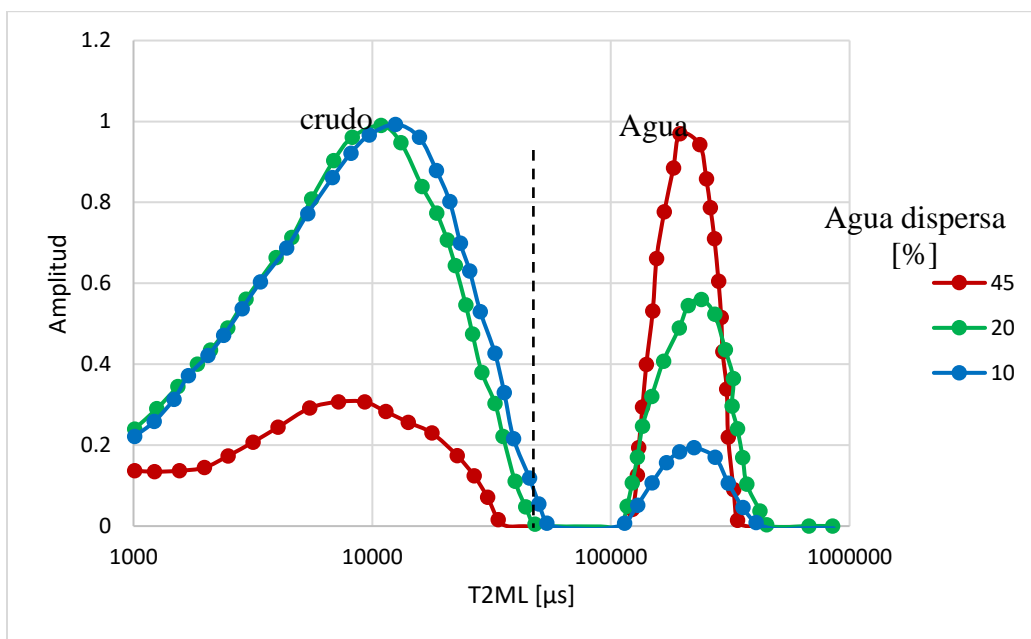
Para un fluido de un solo componente como el agua, el valor de T_{2i} corresponde al tiempo de relajación para ese componente. Por el contrario, como el crudo está compuesto de múltiples componentes, se utiliza la media geométrica T_{2ML} para describir el tiempo medio de relajación de todos los componentes, Straley et al., (1994). Para el realizar el cálculo de los tiempos de relajación se utiliza la siguiente expresión.

$$T_{2ML} = e^{\left(\frac{\sum A_i \ln T_{2i}}{\sum A_i}\right)} \quad (10)$$

Donde A_i es la amplitud de la señal para cada T_{2i} de la *figura 15*, que representa el comportamiento bimodal de un espectro de RMN después de realizar la transformada inversa de Laplace. Este espectro es característico de las emulsiones que difiere con el crudo y el agua en el cual existe un solo pico. De igual forma, se presenta el comportamiento que tienen las amplitudes para diferentes relaciones de agua dispersa, en la que se observa que mientras el espectro para un corte de agua de 10% la amplitud en el crudo es grande y la amplitud del agua es pequeña, para la emulsión que tiene un corte de agua del 45% la amplitud del agua representa un valor mayor que la del crudo. Por lo cual, el porcentaje de agua dispersa se ve reflejado en la lectura del espectro RMN y así su influencia en la estimación de la viscosidad.

Figura 15.

Espectro bimodal de RMN representativo de las emulsiones.



Nota Tomado de Fiorotti, T. A., Sad, C. M. S., Castro, E. R. V., & Barbosa, L. L. (2019). Rheological study of W/O emulsion by low field NMR. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 176(January), 421–427. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2019.01.076>

2.7.8 Revisión bibliográfica de correlaciones para la estimación de viscosidad a partir de RMN.

Tabla 2.

Revisión bibliográfica de correlaciones para la estimación de viscosidad a partir de RMN

(Straley et al., 1994)	<p>Este modelo fue desarrollado usando muestras de aceites con un rango de viscosidades de entre 0.7 y 1000 cp. Se basa en la relación inversa que existe entre</p>	$T_{2ML} = \frac{1200}{\mu^{0.9}}$
------------------------	---	------------------------------------

el tiempo de relajación transversal T_{2ML} y la viscosidad. Sin embargo la relación no es recíproca directa debido a que el exponente empírico de la viscosidad es 0.9, lo que modela esta relación como una ley de potencia.

(Kleinberg & Vinegar, 1996)

Señalan que debería ser posible correlacionar el espectro de RMN y la viscosidad del aceite a partir de un gráfico de viscosidad medida frente a T_{2ML} para viscosidades que varían de 10 a 1000 cp. El modelo es similar al de (Straley et al., 1994) excepto que se incluye el parámetro de temperatura en la correlación.

$$\mu = \frac{1200}{T_{2ML}} \left(\frac{T + 273}{298} \right)$$

(G. LaTorraca et al., 1999)

Determinan que el modelo de Kleinberg et al., (1996) no funcionará para aceites pesados teniendo como máximo un valor de viscosidad de 12200 cp. Sin embargo, se puede observar una señal medible para viscosidades de hasta 100000 cp. Por lo tanto, presentan su propio modelo para determinar la viscosidad a partir de registros de RMN diseñada específicamente para su propio conjunto de aceites pesados en un

$$\mu = \left(\frac{2210 + 459TE^2}{T_{2ML} - (TE + 0.5)} \right) \left(\frac{T + 273}{298} \right)$$

rango de 1000 a 100000 cp, teniendo en cuenta el hecho de que T_2 es función del tiempo de eco TE utilizado.

(J Bryan et al., 2002)

Establecieron que la intensidad de la señal magnética es directamente proporcional a la cantidad de hidrógeno que hay en una unidad de volumen fijo de muestra. La temperatura no es un parámetro de entrada requerido para este modelo, ya que los cambios de viscosidad con la temperatura se incorporan en los parámetros RHI y T_{2ML} , que también cambian con la temperatura. Esta correlación cubre una amplia gama de viscosidades de aceites que varían desde menos de 1 cp hasta los 3000000 cp y fue desarrollado a un rango de temperaturas que van desde los 25 °C hasta los 80 °C.

$$\mu = \frac{1150}{(RHI)^{4.55} * T_{2ML}}$$

(J Bryan et al., 2002)

Para investigar el efecto del agua emulsionada sobre la viscosidad, a muestras de crudos pesados se le agregaron fracciones de agua dispersa que varían del 15 al 52%. Adicionaron un polinomio como un factor de corrección en

$$\mu = \frac{1.15}{(RHI)^{4.55} * T_{2ML}} \cdot \frac{1}{(1 - x_w)^{4.46}}$$

función de la fracción de agua emulsionada a la correlación previamente publicada por Bryan et al., (2002), logrando un mejor ajuste en la viscosidad calculada cuando los cortes agua son superiores al 11% a diferencia de solo el modelo de aceite deshidratado.

(Sandor et al., 2016) Esta correlación fue desarrollada para crudos pesados y extrapesados que contienen componentes estructuralmente complejos de alto peso molecular como asfáltenos y resinas, en el cual el movimiento molecular se ve obstaculizado significativamente y el tiempo de relajación puede sufrir una desintegración no exponencial.

$$\mu = T_K \left(\frac{9.2}{T_{2ML} - 0.96TE - 0.86} \right)^{\frac{1}{-0.087TE+0.9}}$$

3. Metodología y diseño experimental

3.1 Diseño experimental

En el diseño experimental para la preparación de emulsiones directas (W/O) se establecen las variables involucradas en el fenómeno de emulsificación in situ que interactúan en un proceso de inyección de vapor, entre las cuales se consideran el corte de agua, la calidad del vapor y la temperatura de formación de la emulsión la cual representa la temperatura del vapor saturado en fondo de pozo. Estas variables permitirán una réplica exacta del fenómeno de emulsificación a escala de laboratorio para generar muestras representativas del fluido emulsionado, con el objetivo de analizar su comportamiento reológico y determinar tanto los valores de viscosidad como la cantidad de agua encapsulada por el crudo cuando es sometido a las condiciones de saturación del vapor. A continuación, en la *tabla 3* se presentan las tres variables que han sido consideradas con los respectivos niveles escogidos.

Tabla 3.

Número de niveles de cada variable involucrada en el proceso.

Factor	Nivel
Corte de Agua [%]	10 ^{10,16}
	40 ¹⁶
Temperatura de formación de emulsión [°C]	270 ^{1,2}
	300 ^{1,2}

Factor	Nivel
Calidad de Vapor [%]	10
	20

Debido a que el objetivo es estudiar el efecto que tienen las variables consideradas en el experimento denominadas factores sobre las variables de respuesta, se ha estructurado un diseño factorial 2^3 en el que se tienen en cuenta dos niveles de prueba para cada factor y así poder establecer los factores o la posible combinación de factores que más incidencia tiene sobre las variables de respuesta, en la cual se consideran la variación de viscosidad y la cantidad de agua emulsionada de cada muestra respecto al crudo deshidratado tomado como el caso base Gutiérrez Pulido et al., (2008). La *tabla 4* muestra los diferentes escenarios que fueron estudiados y las combinaciones de las variables involucradas para un total de 8 corridas experimentales.

Tabla 4.

Estructura del diseño factorial 2^3 .

Tiempo de Prueba: 5 días		
Temperatura T (°C)	Corte de Agua Cw (%)	Calidad de Vapor X (%)
270	10	10
		20
	40	10
		20
300	10	10
		20
	40	10
		20

Cabe destacar que todos los valores del diseño experimental han sido seleccionados conforme a un rango de valores típicos de los parámetros asociados a un proceso de inyección cíclica de vapor, exceptuando la calidad del vapor cuyo valor es bajo por la limitante en el volumen de los reactores y que no permiten su expansión. El único parámetro que permanece constante es el tiempo de prueba que hace referencia al tiempo que toma cada experimento y replica la etapa de remojo que es de aproximadamente 5 días Ahmed et al., (2012), tiempo en el cual ocurre el calentamiento de la formación, sin embargo, es la etapa en la que el crudo se emulsifica Sasaki et al., (2002), Mohammadzadeh et al., (2009), Ezeuko et al., (2012).

3.2 Metodología

La presente investigación tiene como objetivo estimar la viscosidad de un crudo pesado colombiano de la cuenca del Valle Medio Magdalena y de sus emulsiones mediante dos metodologías. La primera, es a partir de una prueba de reología convencional que se realiza con un reómetro Anton Paar MCR 302 e implica la deformación del fluido por la acción del esfuerzo de corte aplicado. La segunda, es una prueba estática a partir de una espectroscopia de RMN de bajo campo que se lleva a cabo con un equipo Minispec 7.5, para finalmente realizar un análisis comparativo entre las dos metodologías.

3.2.1 Preparación de las muestras.

La muestra de crudo deshidratado que se utilizó para la preparación de las emulsiones corresponde al mismo tipo de crudo pesado que se encuentra en un yacimiento que es apto para

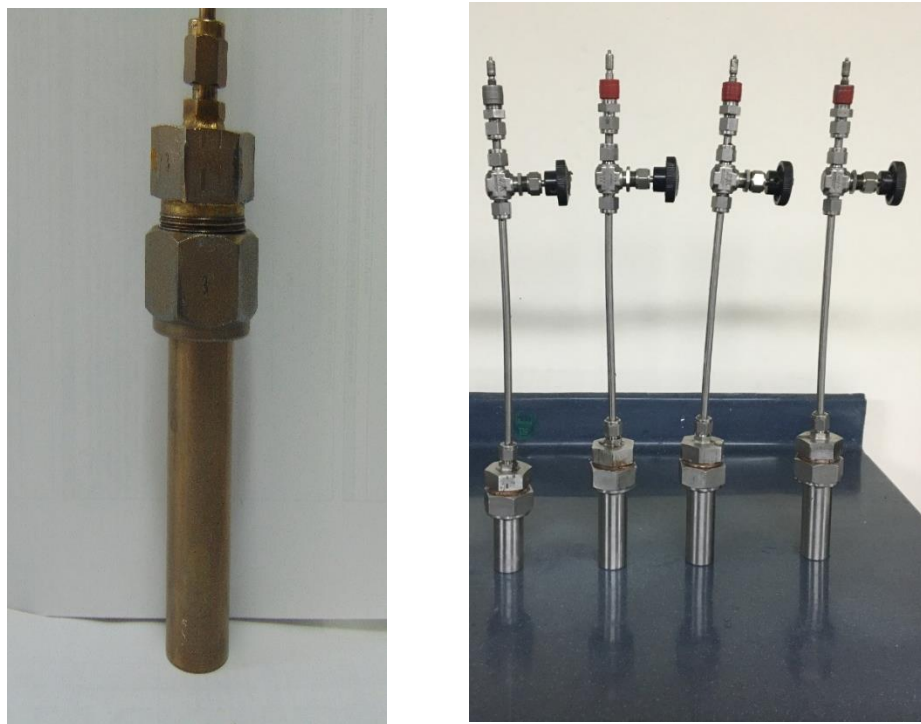
aplicar un proceso de inyección cíclica de vapor, según el screening presentado en la *tabla N° 1*. Por lo tanto, es una muestra de crudo de 12.5 °API con un contenido de agua menor al 1 % v/v. La muestra de agua para llevar a cabo los experimentos corresponde a un agua desionizada sin componentes de NaCl o cationes divalentes que puedan afectar el valor de viscosidad de las emulsiones.

3.2.2 Montaje experimental para la formación de emulsiones.

Se presenta el procedimiento para la generación de las emulsiones y los equipos de laboratorio que componen la presente investigación. Para la formación de las emulsiones por contacto agua crudo a condiciones de una inyección de vapor se usaron microrreactores tipo *batch* en el cual no existe flujo de entrada ni de salida. En pocas palabras, es esencialmente un recipiente en el que se permite la ocurrencia del fenómeno de emulsificación in situ. Durante las pruebas, los microrreactores se sumergen en un baño de arena (Al_2O_3) a la temperatura establecida que permanece constante desde el inicio del experimento en el que se adaptan cuatro microrreactores por prueba, correspondientes a las cuatro combinaciones de cada corrida experimental de 270 y 300 °C. A continuación, en la imagen de la izquierda se aprecia únicamente el microrreactor en el que se cargan el crudo y el agua; a la derecha, se observa el microrreactor con un tubing al que se le adapta una válvula de seguridad (negra) y una válvula de enfuche rápido (rojo) por donde se inyectan y purgan los gases.

Figura 16.

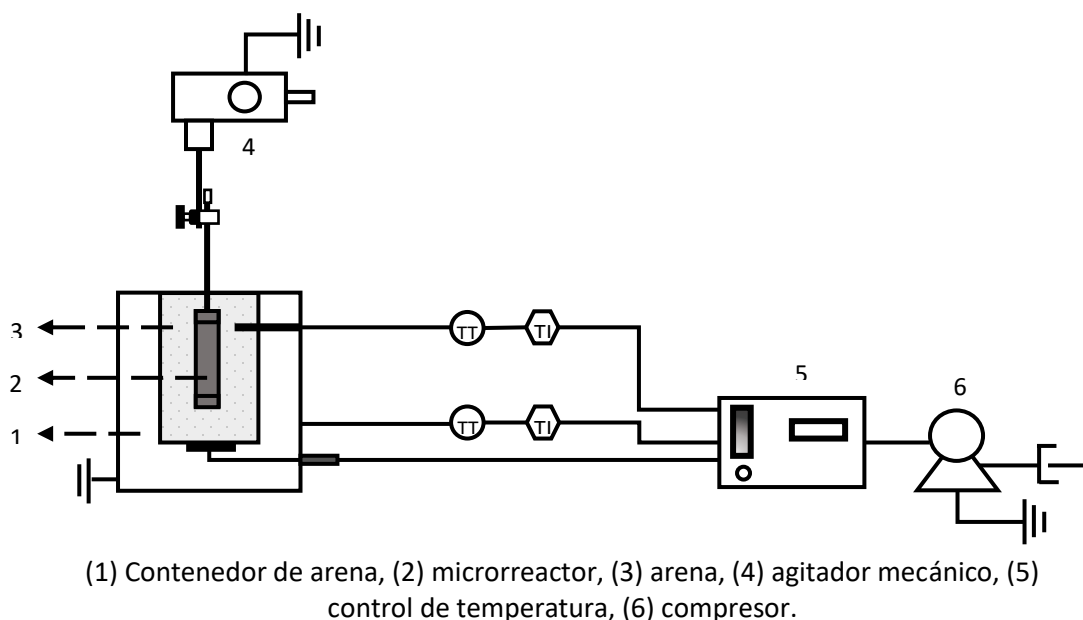
Microrreactor tipo batch.



El equipo de calentamiento funciona con un sistema de biela que transmite un movimiento periódico vertical para generar un mejor contacto entre los componentes que se encuentran dentro del reactor, el cual es monitoreado por medio de un medidor de temperatura digital. Además, posee un compresor que suministra una corriente de aire al sistema térmico para evitar el estancamiento de la arena. La configuración del equipo de calentamiento se muestra en la *figura 17*. León et al., (2020).

Figura 17.

Esquema del equipo de calentamiento Fluidized Bath.



Nota: León, A. Y., Guzmán M, A., Picón, H., Laverde C, D., & Molina V, D. (2020). Reactivity of Vacuum Residues by Thermogravimetric Analysis and Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy. *Energy and Fuels*, 34(8), 9231–9242

3.2.3 Protocolo experimental.

El protocolo que se siguió para la formación de emulsiones se explica a continuación:

Paso 1. Se mide la capacidad de los reactores con una balanza electrónica debido a que los cálculos máscicos son más exactos que los volumétricos. Para ello, su utiliza agua con una densidad aproximada de 1 g/cm³ a 25 °C, debido a que el volumen de un fluido es equivalente a la masa cuando la densidad del agua es de 1 g/cm³. La masa medida es de 23 y 26 gramos, correspondiente al volumen de los reactores.

Paso 2. Para determinar la cantidad de muestra que se debe agregar a los reactores, a partir de una cantidad de masa de crudo establecida se calcula la cantidad de agua que se debe adicionar según los cortes de agua de la *tabla 2*. Con la definición de corte de agua se procede a hacer los cálculos.

Paso 3. Dado que el protocolo está diseñado para la generación de vapor húmedo, se debe considerar el aumento de volumen específico del vapor como consecuencia del cambio de fase cuando este se encuentra dentro de la envolvente de saturación. Por lo tanto, el volumen que queda libre en el reactor debe ser suficiente para que el vapor se expanda a la calidad especificada. En la *tabla 5* se especifica la combinación de las variables para cada emulsión.

Tabla 5.

Especificaciones de las condiciones de carga de cada emulsión a 270 y 300 °C.

	Emulsión 2	Emulsión 3	Emulsión 4	Emulsión 6
Corte de agua Cw (%)	40	40	10	10
Calidad de vapor x (%)	10	20	10	20

Teniendo en cuenta las apreciaciones anteriormente mencionados se determina la cantidad de muestra que se debe adicionar a los reactores para cumplir con los valores de corte de agua y calidad de vapor a cada una de las temperaturas de prueba. Además, el nombre de la emulsión hace referencia al número del reactor en que se cargó cada muestra.

Tabla 6.

Cantidad de masa agregada de cada componente para cargar los reactores a 270 °C.

CARGA	Emulsión 2	Emulsión 3	Emulsión 4	Emulsión 6
Masa de crudo (g)	6,5	3,5	15	10
Masa de agua (g)	4,33	2,4	2	1,15

Tabla 7.

Cantidad de masa agregada de cada componente para cargar los reactores a 300 °C.

CARGA	Emulsión 2	Emulsión 3	Emulsión 4	Emulsión 6
Masa de crudo (g)	6,51	4,51	15	13
Masa de agua (g)	4,41	3	1,8	1,51

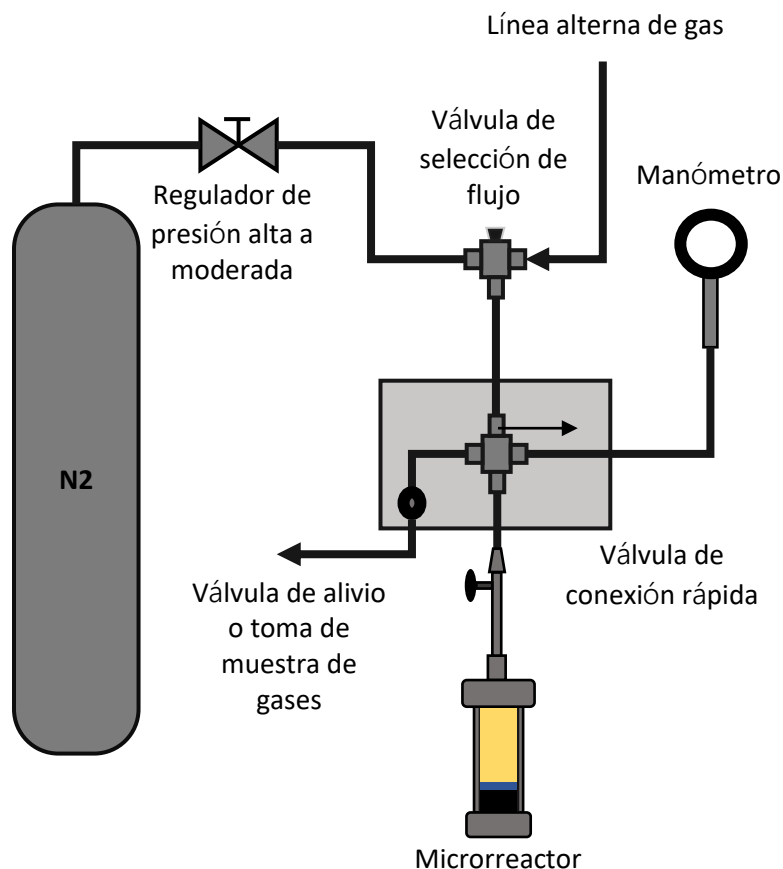
Paso 4. La presión de saturación del vapor a 270 °C es de 800 psi, y a 300 °C es de 1250 psi. Para llegar a estas condiciones de saturación únicamente por calentamiento es físicamente imposible. Por consiguiente, se debe calcular la presión inicial de carga del sistema para llegar a la presión objetivo, lo cual se realiza con la ecuación de estado de los gases ideales. La presión de carga es de 440 y 650 psi para las condiciones de saturación de 270 y 300 °C respectivamente. Es importante especificar que la presurización del reactor se lleva a cabo con nitrógeno gaseoso cuya presión mínima de miscibilidad es superior a los 5000 psi, Paula et al., (2017). En efecto, la composición del crudo no cambia y por ende la viscosidad no se verá afectada por este gas. La

figura 18 esquematiza el equipo utilizado para cargar los reactores cuyos componentes además de las líneas de flujo lo constituye una válvula reguladora de presión, una válvula de selección de flujo cuando se carga más de dos gases, una válvula de conexión al reactor, una válvula de alivio que se puede utilizar para recolección de gases y un manómetro digital.

Paso 5. Por último, se establece un método de verificación de hermeticidad bajo agua para determinar que los reactores den sello adecuadamente. De presentarse burbujas se debe nuevamente sellar los reactores repitiendo el paso de la presurización. Posteriormente, en el equipo de calentamiento se adaptan cuatro reactores correspondientes a las cuatro combinaciones de cada corrida experimental de 270 y luego las de 300 °C

Figura 18.

Esquema del equipo de inyección de nitrógeno.



3.2.4 Prueba de Reología.

Para el estudio del comportamiento reológico del crudo y sus emulsiones se utilizó un reómetro rotacional Anton Paar MCR 302 con una configuración de platos paralelos adaptado a un baño térmico para mantener una temperatura constante de 40 °C. El procedimiento se estableció según la norma ASTM D2196-18 variando la velocidad de deformación de 0,1 a 100 [s⁻¹] a cantidades de muestra de aproximadamente 2 mL. En la *figura 19* se presenta el equipo de reología.

Figura 19.

Reómetro Anton Paar MCR 302 del laboratorio de fluidos complejos y fenómenos de transporte del PTG.

**3.2.5 Prueba de RMN de bajo campo.**

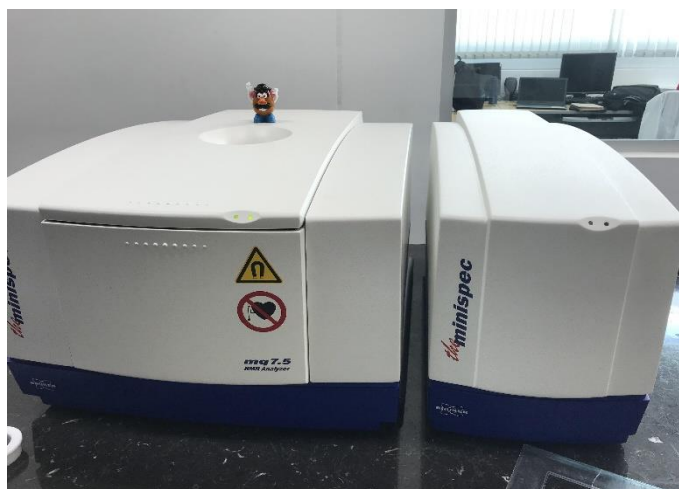
Para hallar el tiempo de relajación transversal T_2 del crudo y sus emulsiones se hizo una prueba CPMG en un equipo Minispec 7.5 que se muestra en la *figura 20*. Posee un rango hasta de 7,5 [MHz] de frecuencia de resonancia y un campo magnético de 0,17 Tesla. La temperatura de la prueba es de 40 ° C, debido a que es la temperatura óptima para el funcionamiento del campo magnético que posee el equipo.

Lo primero que se debe hacer en la prueba de resonancia es pesar las muestras, dado que deben tener la misma cantidad de masa para que exista congruencia entre la amplitud de la señal

que es atribuible a determinada densidad de protones y que tienen relación directa con una cantidad de masa en específico para así poder comparar los resultados. Antes de pasar las muestras por el espectrómetro es necesario dos cosas. La primera, realizar un *Daily Check* que es un proceso de la calibración del equipo, de lo contrario los datos arrojados no serán confiables. Lo segundo, es calentar todas las pruebas en un baño térmico y dejarlas 20 minutos para asegurar su acondicionamiento a una temperatura de 40 ° C. Después, se establecen los parámetros de entrada de adquisición del equipo, por un lado, está el *application configuration table* donde se establece el valor de tau (τ) y el total de número de ecos. Por otro lado, están los parámetros de medición *parameter dialog* donde se establece el número de Scans, seguido del *Recycle Delay*, y por último el valor del Gain, el cual ajusta la amplificación de la señal en el receptor y depende proporcionalmente de la cantidad de masa o población de protones que se presente en la muestra. Razón por la cual se utilizó la opción de *tune gain* del equipo para todas las muestras y posteriormente se seleccionó el valor de la prueba de mayor densidad de protones, y con este valor de gain se pasó cada muestra. En la *tabla 8* se presentan las especificaciones y valores de cada parámetro.

Figura 20.

Equipo utilizado para la prueba CPMG Minispec 7.5 del laboratorio de RMN del PTG.



Los resultados de esta prueba representan la caída de la magnetización de la señal. Desde una aplicación llamada CONTIN se procede a realizar el tratamiento de los datos, que mediante un modelo matemático genera la transformada inversa de Laplace, la cual relaciona los valores de la amplitud con los valores de T_2 .

Tabla 8.

Parámetros de la prueba CPMG.

Parámetro	Valor	Unidades	Definición
τ	0.0576	ms	Es el tiempo de separación entre cada pulso.
Número de Ecos	6000	-	Número de puntos tomados para la prueba.
Scans	32	-	Define la adquisición de puntos y la relación señal/ruido de la medición. El sistema evaluará dicho número de veces el valor real del punto.

Parámetro	Valor	Unidades	Definición
Recycle Delay	18	s	Es el tiempo permitido entre cada scan, con el cual se permite la magnetización de la muestra. Su valor debe ser mayor o igual a $5 \cdot T_1$ en un rango entre 0,01-42,9 [s]
Gain	67	dB	Ajusta la amplificación de la señal en el receptor, depende proporcionalmente de la cantidad de masa o población de protones que se presente en la muestra.

4. Resultados

Antes de presentar los resultados cabe destacar que las muestras de crudo emulsionado fueron inspeccionadas cinco días después de terminado el experimento con el objetivo de establecer un equilibrio termodinámico entre las fases líquida y gaseosa, además de asegurar la estabilidad de la emulsión. De modo que, el total de tiempo para cada corrida experimental de las cuatro pruebas de cada temperatura fueron de diez días, es decir, cinco días en el equipo de calentamiento y cinco días más de la estabilización de las muestras.

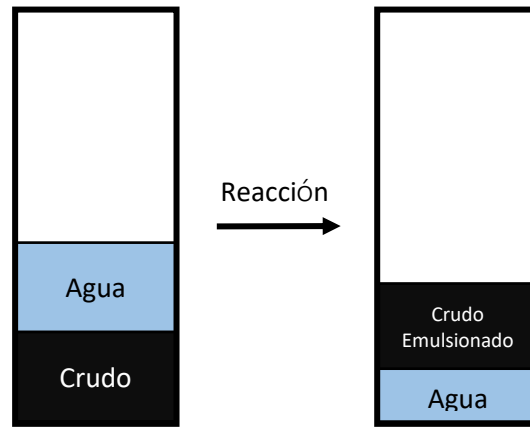
4.1 Características del crudo emulsionado.

Se realizó un análisis cualitativo una vez se destaparon los reactores en el que se observó claramente burbujas de gas tanto en las muestras preparadas a 270 como en las de 300 °C como se observa en las *figuras 22 y 23* respectivamente. Las burbujas de gas se puede atribuir a la presencia

de CO₂, H₂, H₂S, CH₄, e hidrocarburos de bajo peso molecular (R-CH₃). Muraza et al., (2015). Verificado por una pérdida de masa del crudo al finalizar los experimentos. En la *figura 21* se presenta un esquema de antes y después del experimento.

Figura 21.

Fases de los fluidos al final del experimento.



Nota: Adaptado de: Jia, Zhao, Yang, Ibatullin, & Gao, (2016). Experimental Measurements of Bitumen-Water Aquathermolysis during a Steam-Injection Process. Energy and Fuels.

Figura 22.

Muestras de crudo emulsionado de los experimentos a 270 °C.









Emulsión 4		Emulsión 6	
Cw = 10 %	X = 10 %	Cw = 10 %	X = 20 %
			
Emulsión 2		Emulsión 3	
Cw = 40 %	X = 10 %	Cw = 40 %	X = 20 %

Figura 23.

Muestras de crudo emulsionado de los experimentos a 300 °C.

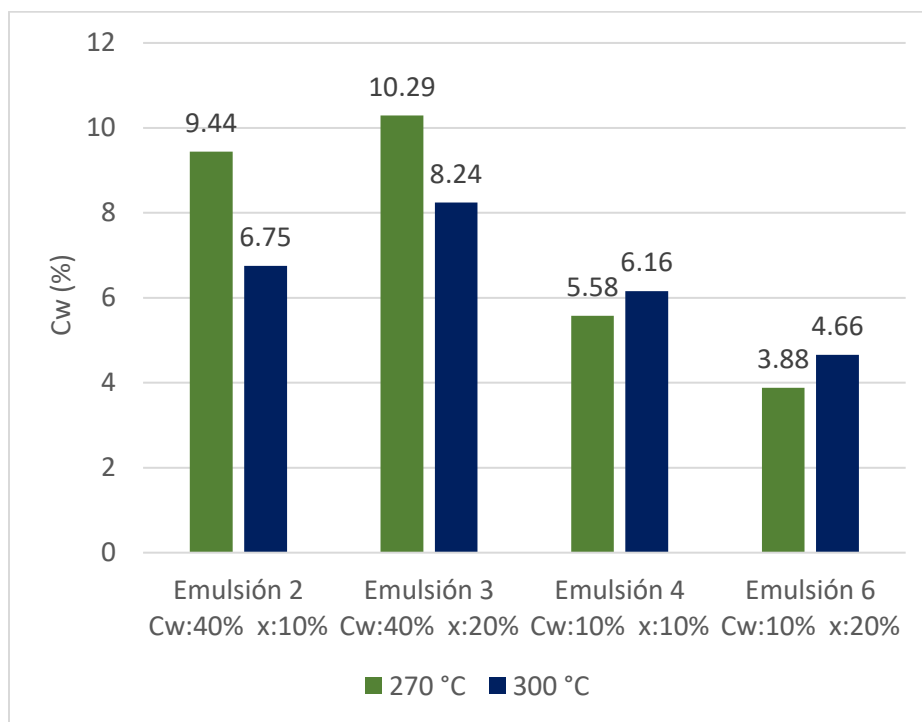
Emulsión 4		Emulsión 6	
C _w = 10 %	X = 10 %	C _w = 10 %	X = 20 %
			
Emulsión 2		Emulsión 3	
C _w = 40 %	X = 10 %	C _w = 40 %	X = 20 %
			

4.2 Cantidad de agua emulsionada.

Es importante destacar que la cantidad de agua con la que se cargaron los microreactores según los valores de corte de agua del 10 y 40 % se hizo asumiendo que toda se iba a emulsionar. Verdaderamente los experimentos comienzan con un crudo deshidratado cuyos resultados de corte de agua al final de los experimentos se reportan en la *figura 24*. La fase acuosa no se apreció hasta que se hizo el trasvasado de las muestras en la que fluyó el agua que no se emulsionó, la cual se empleó para determinar la cantidad de agua emulsionada a partir de la diferencia entre la masa de agua que se agregó inicialmente y así determinar los valores de corte de agua del crudo cuando es sometido a las condiciones de una inyección cíclica de vapor.

Figura 24.

Cortes de agua del crudo sometido a las condiciones de un proceso de inyección de vapor.



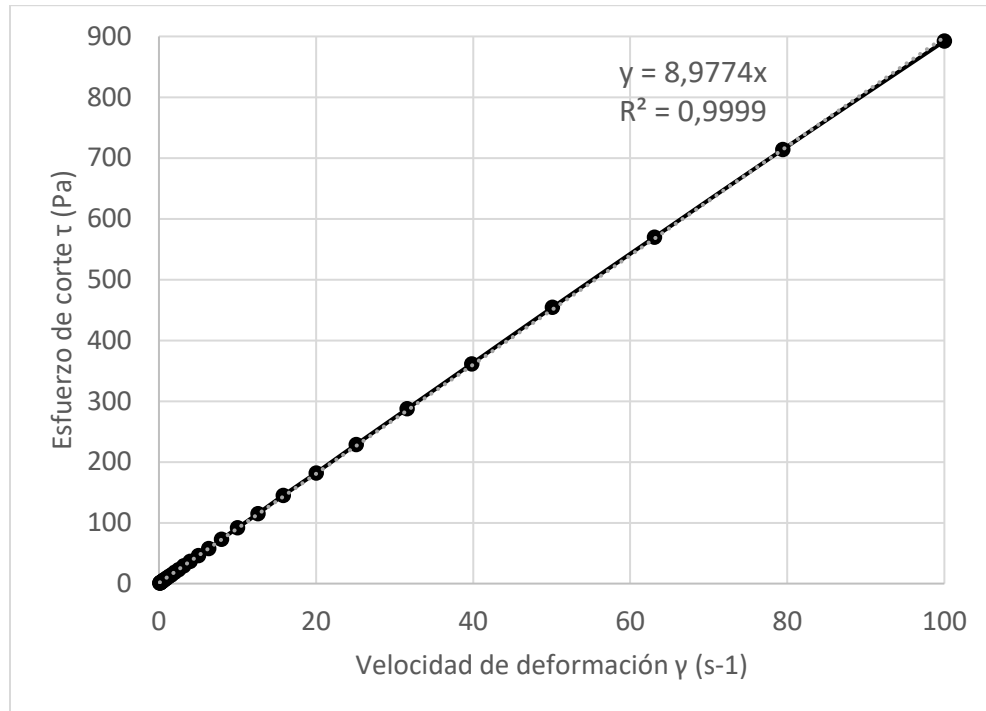
Es claro que a mayor cantidad de agua en los reactores mayor probabilidad de encapsulación de burbujas como se aprecia en las emulsiones 2 y 3 que fueron cargadas con más agua, comparadas con las emulsiones 4 y 6 que presentan un menor corte de agua y que se cargaron con menos agua. A continuación se expone el análisis reológico del crudo y sus emulsiones cuyo resultados son la base del análisis de varianza y la comparación con los resultados de resonancia magnética nuclear de bajo campo.

4.3 Análisis reológico del crudo y las emulsiones.

La *figura 25* representa la relación entre el esfuerzo de corte y la velocidad de deformación que determina la clasificación reológica del crudo base deshidratado, en el que su comportamiento se considera newtoniano porque el coeficiente de determinación R^2 en la regresión lineal es mayor a 0.99 Farah et al., (2005).

Figura 25.

Relación entre el esfuerzo de corte y la velocidad de deformación del crudo base.



Por definición, la viscosidad para un fluido newtoniano es el valor de la pendiente, es decir, de 8977.4 mPa-s. Además, este valor debe permanecer constante cuando la velocidad de deformación aumenta, comportamiento que se corrobora con una gráfica de viscosidad-velocidad de deformación como se observa en la *figura 26*. El resultado del crudo base deshidratado es fundamentalmente importante debido a que es tomado como el caso base para establecer el cambio que éste tiene cuando se emulsiona a las condiciones de un proceso de inyección de vapor. En las *figuras 27 y 28* se presentan los resultados de las pruebas de viscosidad de las emulsiones de 270 y 300 °C respectivamente.

Figura 26.

Comportamiento de la viscosidad del crudo base según la velocidad de deformación.

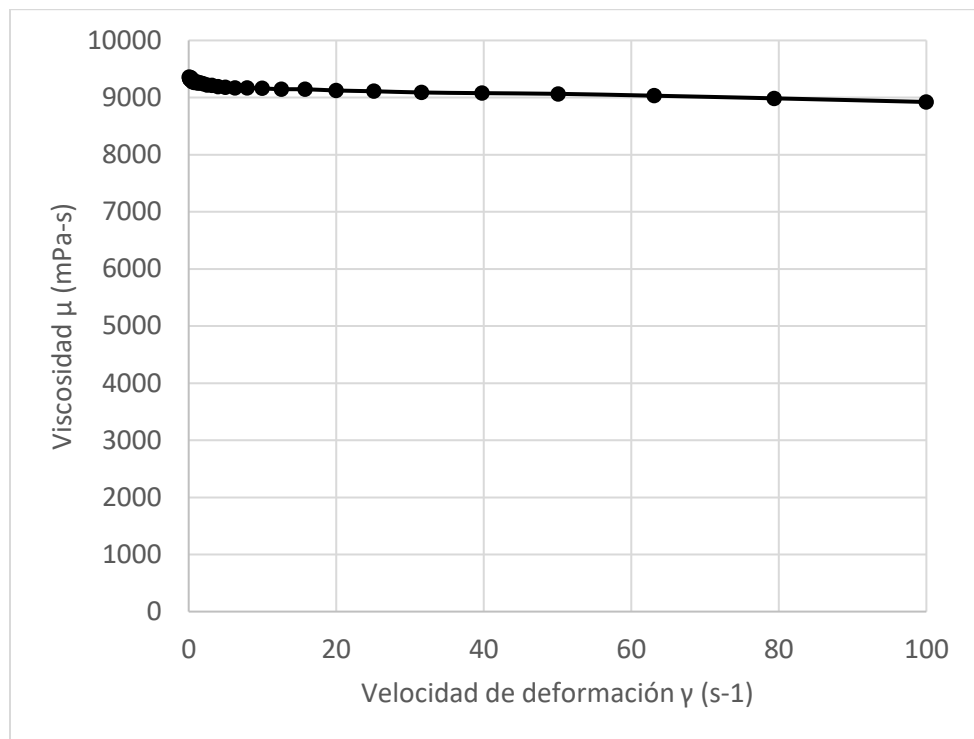


Figura 27.

Comportamiento de la viscosidad de las emulsiones a 270 °C según la velocidad de deformación.

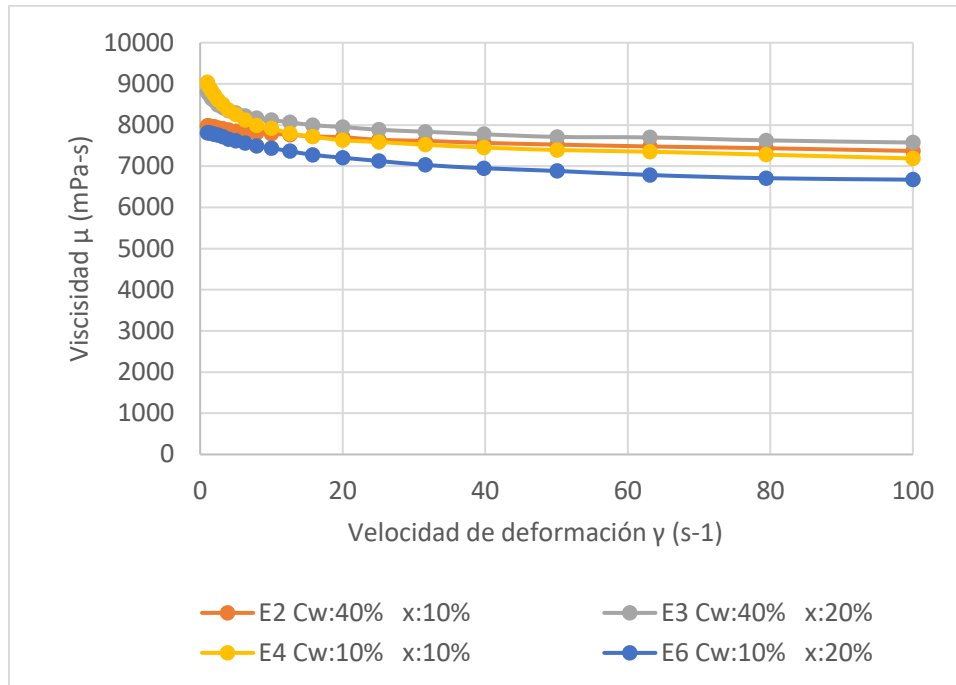
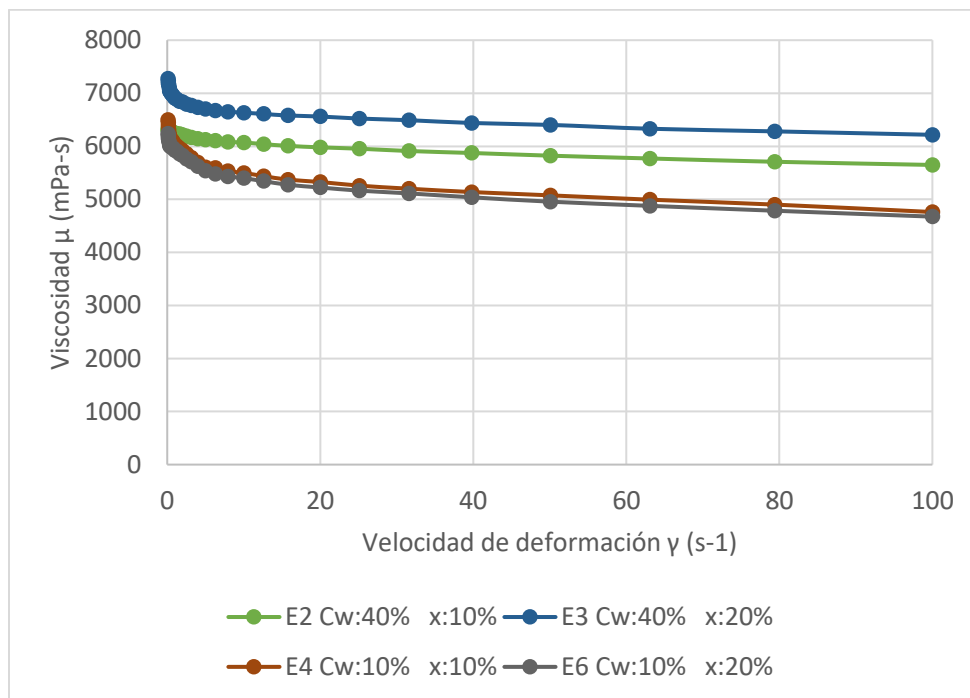


Figura 28.

Comportamiento de la viscosidad de las emulsiones a 300 °C según la velocidad de deformación.



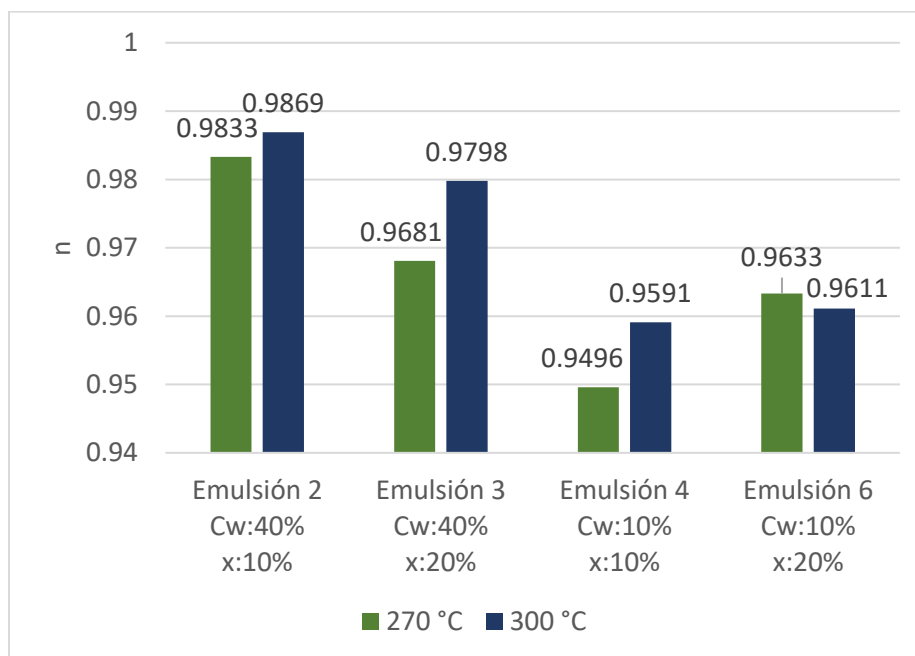
A diferencia del crudo que exhibe un comportamiento newtoniano, las emulsiones formadas a ambas temperaturas muestran un comportamiento pseudoplástico, es decir, reductoras de cizallamiento que disminuyen su viscosidad al aumentar la velocidad de deformación Bryan et al., (2005), replicando los resultados obtenidos por Neto et al., (2019), Hippmann et al., (2018), Fiorotti et al., (2019). Para establecer el grado de pseudoplasticidad y así la desviación del comportamiento newtoniano que sufren las emulsiones, a partir de la linealización de la ecuación de Ostwald de Waele se determina el coeficiente pseudoplástico n . En la *figura 29* se muestran los resultados.

Es claro que existe una relación entre la cantidad de agua emulsionada reportada en la *figura 24* y los resultados de los coeficientes de pseudoplasticidad de la *figura 29*. Mientras las

emulsiones 2 y 3 que contienen un mayor de corte agua poseen un comportamiento pseudoplástico menos marcado, las emulsiones 4 y 6 con un menor contenido de agua presentan una mayor desviación del comportamiento newtoniano.

Figura 29.

Coefficientes de pseudoplasticidad de las emulsiones.



4.4 Análisis de varianza del diseño factorial propuesto.

A causa de que la viscosidad de las emulsiones no es un valor constante debido a su comportamiento pseudoplástico, para realizar el análisis de varianza y poder evaluar el efecto que tienen los factores sobre la variable de respuesta, se tomó la mediana de los datos del primer y segundo cuartil de una tabla de viscosidad contra velocidad de deformación que corresponde a los valores de viscosidad de 1 a 100 s⁻¹ como consecuencia de una estabilización del comportamiento

reológico, contrario a los datos de 0.01 a 1 s⁻¹ en el cual el fluido genera una resistencia al flujo mostrando valores de viscosidad más dispersos. En la *tabla 9* se presentan los valores de viscosidad en mPa-s de la variable de respuesta con los que se hace el análisis de varianza.

Tabla 9.

Resultados de la variable de respuesta en el análisis de varianza.

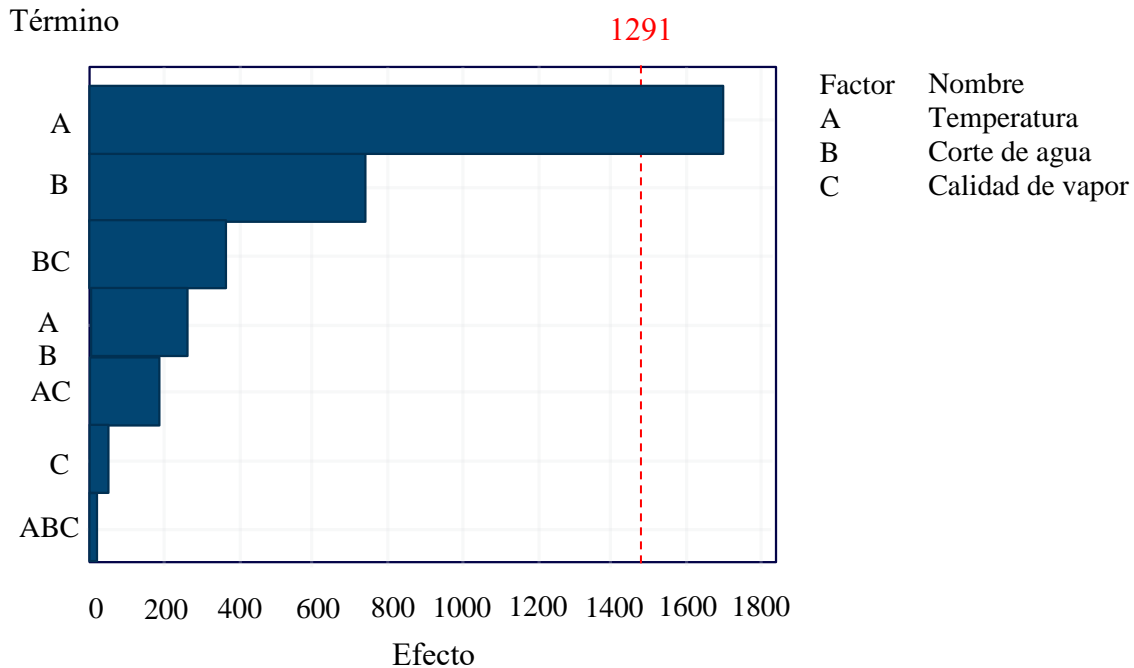
	270 °C	300 °C
Emulsión 2 Cw:40% x:10%	7591,05	5979,8
Emulsión 3 Cw:40% x:20%	7807,05	6561,6
Emulsión 4 Cw:10% x:10%	7487,9	5327,5
Emulsión 6 Cw:10% x:20%	6991,15	5223,6

Para el análisis de los efectos se realiza un diagrama de Pareto que permite visualizar cuáles factores tienen un mayor impacto sobre la variable de respuesta como se muestra en la figura 30 Gutiérrez Pulido et al., (2008). La línea roja de referencia indica que el único factor que influye sobre la viscosidad es la temperatura, además, se observa también que tanto la calidad de vapor como alguna combinación de los factores tampoco influye en la viscosidad.

Figura 30.

Diagrama de Pareto de los efectos no estandarizados.

*Diagrama de Pareto de los efectos
(La respuesta es Viscosidad $\alpha=0,05$)*

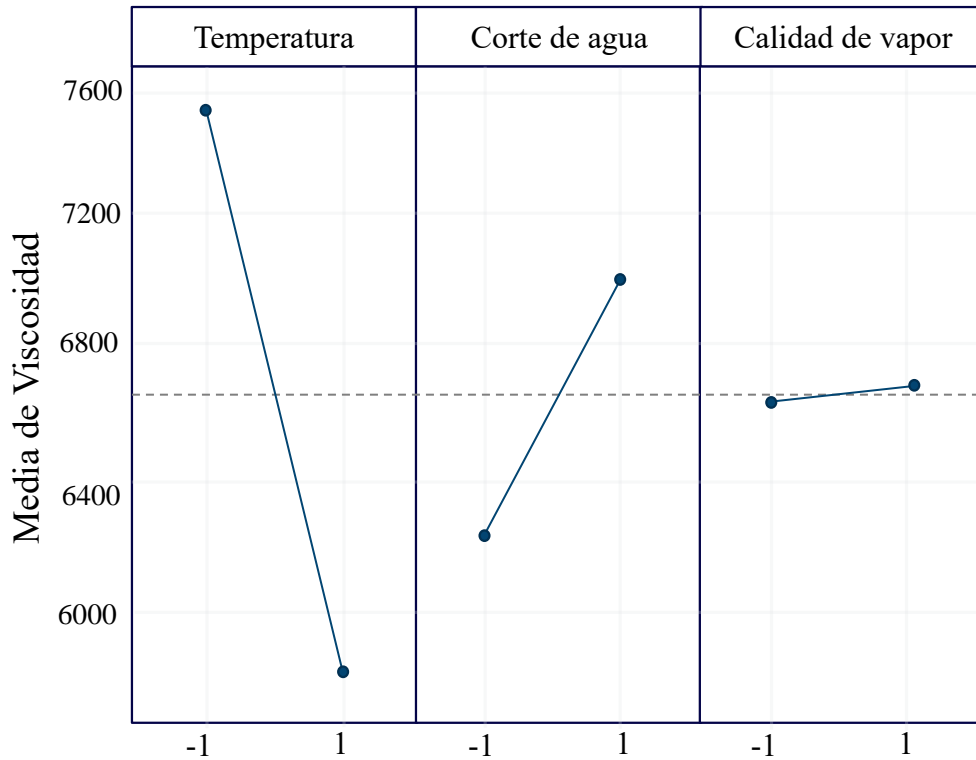


En la representación gráfica de los efectos individuales cuando pasan de un nivel bajo a un nivel alto, es decir, cuando la temperatura (A) pasa de 270 a 300 °C, el corte de agua (B) de 10 al 40 % y la calidad de vapor (C) de 10 al 20 %, *figura 31*, se observa cómo la viscosidad baja considerablemente cuando la temperatura aumenta. Si bien el efecto del corte agua en el diagrama de Pareto muestra que no es un factor estadísticamente significativo, en la gráfica de efectos individuales se aprecia que el aumento de este factor aumenta el valor de viscosidad de una manera importante. Por otra parte, como la calidad de vapor no tiene ningún efecto sobre la variable de respuesta, se realizará un nuevo análisis de varianza sin este factor con el objetivo de analizar mejor el efecto del corte de agua.

Figura 31.

Diagrama de los efectos principales sobre la variable de respuesta.

*Gráfica de efectos principales para Viscosidad
(Medias ajustadas)*



La interacción de los efectos no son tenidos en cuenta en el análisis debido a una propiedad de jeraquías, dado que al no considerarse el factor C tampoco puede existir alguna otra combinación que lo contenga, es decir, las interacciones AC, BC y ABC no deben ser tenidas en cuenta.

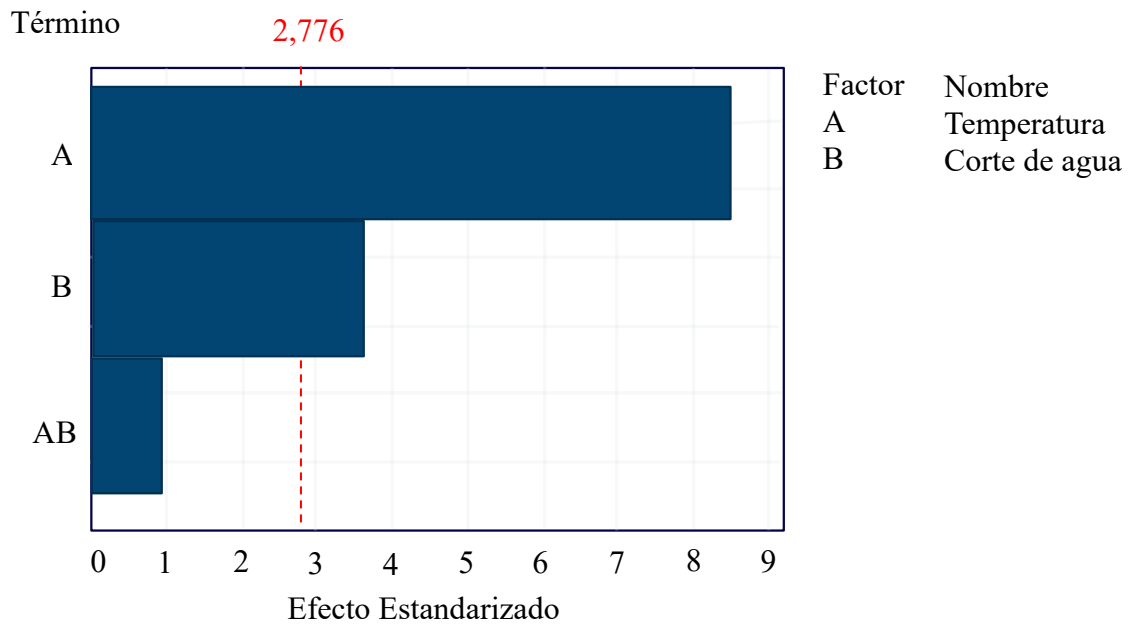
En un nuevo diagrama de Pareto de los efectos estandarizados como se aprecia en la *figura 32*, además de la temperatura es claro que el corte de agua también tiene un efecto significativo en

el valor de viscosidad de las emulsiones, por lo tanto, son los dos factores que se tendrán en cuenta en los análisis posteriores y con los cuales se establecerán las respectivas conclusiones.

Figura 32.

Diagrama de Pareto de los efectos estandarizados.

*Diagrama de Pareto de los efectos estandarizados
(La respuesta es Viscosidad $\alpha=0,05$)*



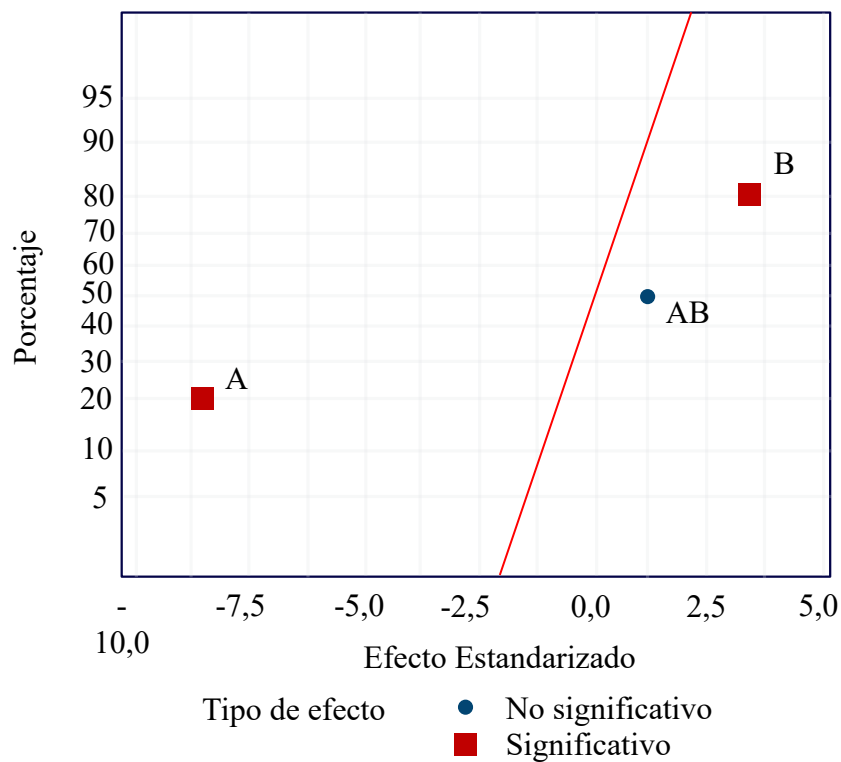
En el diagrama de Pareto se representa el valor absoluto de los efectos, lo cual hace que no sea posible determinar cuál es la incidencia de un factor sobre la variable de respuesta, por lo tanto, estadísticamente se demuestra el comportamiento físico de la viscosidad con una gráfica normal de los efectos estandarizados como se representa en la *figura 33*. El factor A, al estar a la izquierda de la línea de ajuste de distribución para el caso de que todos los efectos sean cero, es decir, cuando se confirma la hipótesis nula de que ningún factor tiene incidencia porque sus varianzas no son

significativas, indica que la viscosidad disminuye su valor cuando este factor pasa de un nivel bajo a un nivel alto, además, a mayor distancia de la línea de referencia indica que su incidencia sobre la variable de respuesta es alta. Para el corte de agua, al estar ubicado a la derecha indica que cuando este factor pasa de un nivel bajo a un nivel alto el valor de la viscosidad aumenta, pero al estar más cerca de la línea de ajuste su incidencia es menos marcada que la temperatura. Asimismo, se aprecia que la combinación de los factores AB no es estadísticamente significativa y representado por un círculo azul.

Figura 33.

Gráfica normal de los efectos estandarizados.

*Gráfica normal de los efectos estandarizados
(La respuesta es Viscosidad $\alpha=0,05$)*



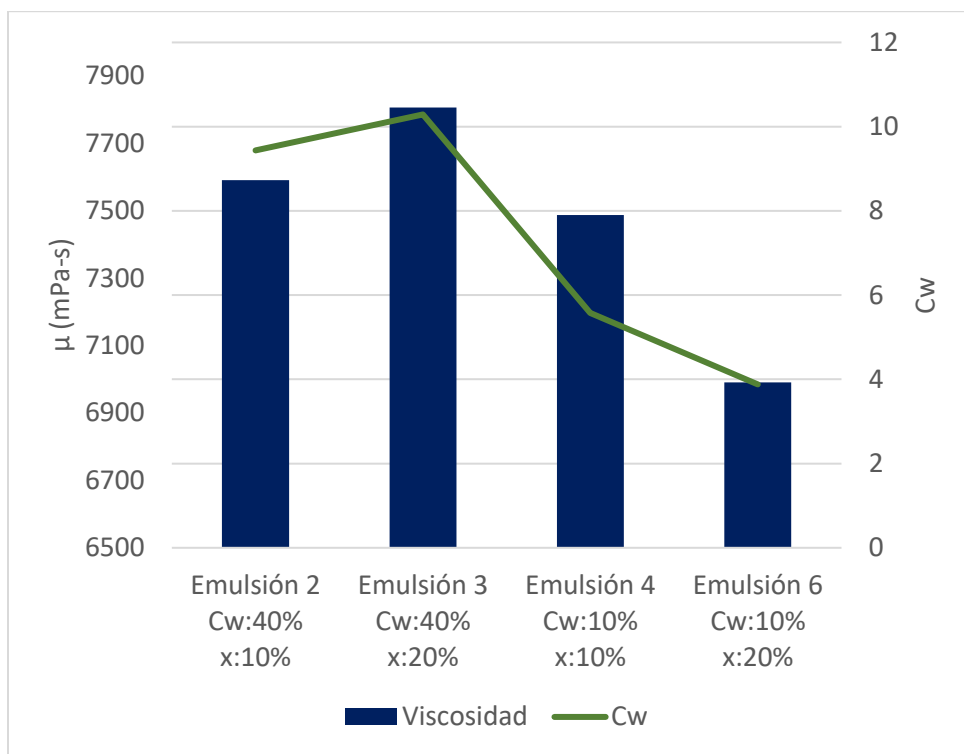
4.5 Efecto del corte de agua en la viscosidad de las emulsiones.

La formación de emulsiones estables de agua en aceite W/O promueve el aumento en los valores de viscosidad Neto et al., (2019) desde unos cientos de mPa-s a aproximadamente 100.000 mPa-s Fingas et al., (2009) al aumentar considerablemente la relación de volumen de agua Farah et al., (2005). En consecuencia, para establecer la diferencia entre las emulsiones formadas a la misma temperatura, es necesario comparar los resultados de viscosidad reportados en la *tabla 9* con los datos del corte de agua de las emulsiones estables reportados en la *figura 24*.

De la *figura 34* se puede establecer la relación directa que existe entre la cantidad de agua emulsionada y los valores de viscosidad, la emulsión 3 que contiene el mayor corte de agua simultáneamente presenta un aumento significativo en la viscosidad, por el contrario, la emulsión 6 con el menor corte de agua experimenta una menor viscosidad, entretanto, las emulsiones 2 y 4 exhiben valores intermedios tanto de viscosidad como de corte de agua.

Figura 34.

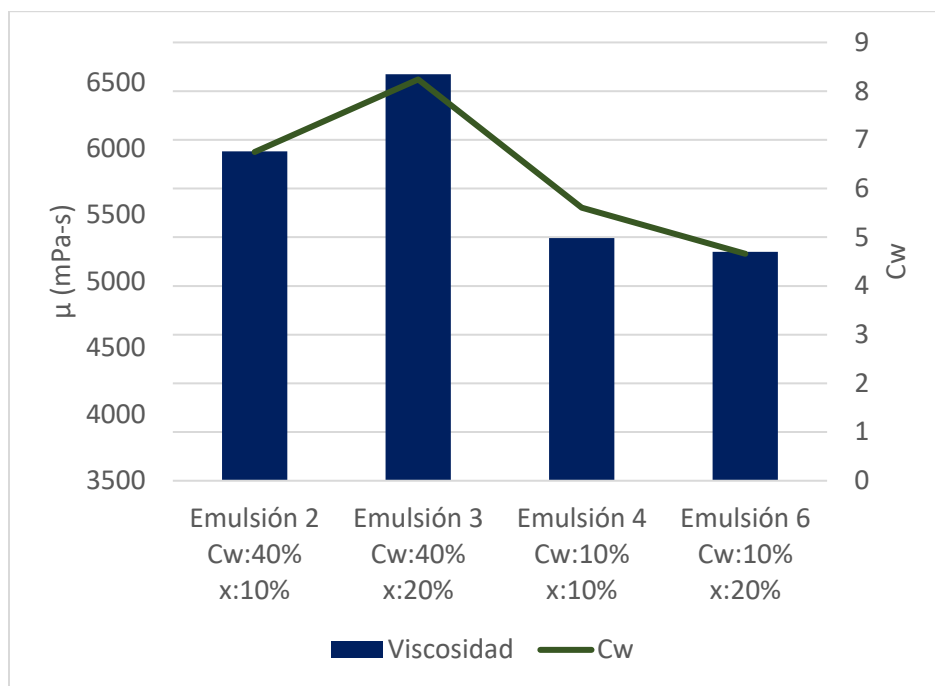
Relación entre el valor de viscosidad de las emulsiones de 270 °C y el corte de agua.



Los resultados de la viscosidad de las emulsiones formadas a 300 °C obedecen la misma relación, mientras la emulsión 3 presenta una mayor viscosidad porque posee un mayor corte de agua, seguidas de las emulsiones 2 y 4, la emulsión 6 vuelve a ser la de menor viscosidad con el menor contenido de agua como se aprecia en la *figura 35*.

Figura 35.

Relación entre el valor de viscosidad de las emulsiones de 300 °C y el corte de agua.



4.6 Efecto de las reacciones de acuatermólisis en los resultados de viscosidad de las emulsiones.

Si bien la diferencia entre los valores de viscosidad de las emulsiones se debe a la cantidad de agua emulsionada, contrario a lo expuesto por Fingas et al., (2009), Neto et al., (2019) Farah et al., (2005) la viscosidad de las emulsiones con respecto al crudo deshidratado no aumentó, y la razón fundamental de la diferencia en los resultados radica en las condiciones de formación de las emulsiones, mientras dichos investigadores generaron un fluido emulsionado a condiciones normales de laboratorio, el objetivo de esta investigación fue la emulsificación del crudo a las condiciones de saturación del vapor con temperaturas de 270 y 300 °C, valores que se encuentran dentro del rango de temperatura en el que ocurre las reacciones de acuatermólisis Jia et al., (2016).

Según Hyne (1986), la acuatermólisis se define como la interacción química entre el vapor de agua y compuestos orgánicos del petróleo crudo en una ventana de temperatura de 200 a 300 °C, en el que existe un rompimiento de las cadenas C-C, C-S, C-N, C-O, que conlleva a la producción de ácido sulfhídrico, hidrógeno, metano, dióxido de carbono e hidrocarburos de menor peso molecular, la reacción general se esquematiza a continuación:

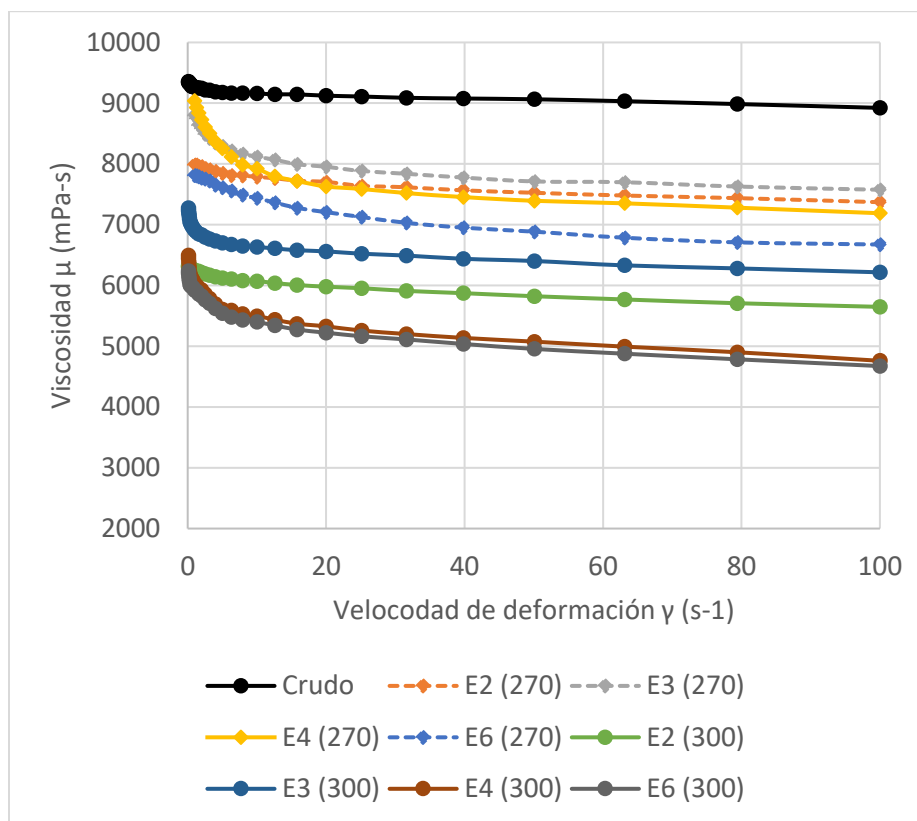


Debido a que el agua actúa como un donador de hidrógeno que previene la polimerización de los radicales libres que formarían moléculas más complejas con un mayor peso molecular Muraza et al., (2015), es que las emulsiones producto de la formación a altas temperaturas al estar compuestas por hidrocarburos más livianos, sus valores de viscosidad son menores que el crudo original deshidratado. Estos resultados son acordes a lo expuesto por Fan et al., (2004) en su estudio sobre los efectos catalíticos de los minerales del yacimiento en la acuatermólisis, en el que sometieron un crudo a temperaturas de 160 a 280 °C durante 48 horas de reacción con un 30 % en peso de agua, como resultado, la viscosidad descendía al igual que el peso molecular promedio del crudo cuanto mayor era la temperatura en el sistema.

Como consecuencia de las reacciones de acuatermólisis, es que el fluido emulsionado que se sometió a la temperatura más alta de 300 °C y por efecto de las reacciones de pirólisis, el crudo sufre un mayor rompimiento de las cadenas carbonatadas que finalmente incrementa los hidrocarburos saturados y aromáticos y disminuye el contenido de azufre, nitrógeno y carbono Arboleda et al., (2018), que provoca igualmente una mayor reducción de la viscosidad comparadas con las emulsiones que se formaron a 270 °C, como se puede apreciar en la *figura 36*.

Figura 36.

Comparación de la viscosidad entre el crudo y las emulsiones de 270 y 300 °C.



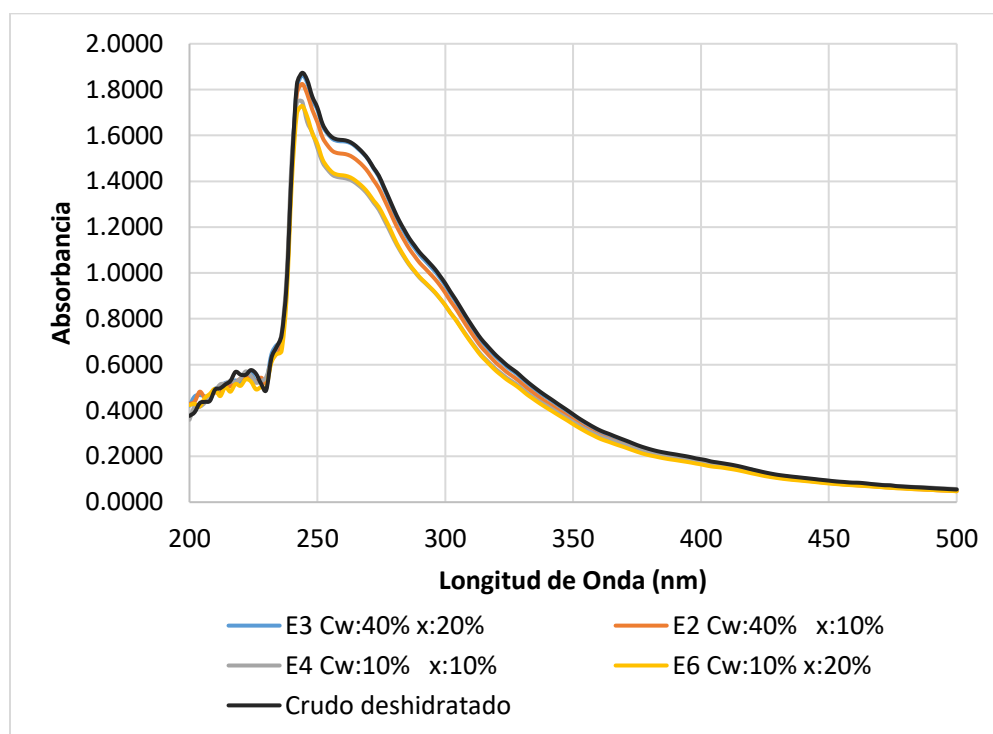
4.7 Caracterización de crudos y emulsiones usando espectroscopia UV-VIS.

Para verificar que el crudo cambia su composición molecular por efecto de las reacciones de acuatermolisis, se realizó una espectroscopia ultravioleta de luz visible (UV-VIS) al crudo base deshidratado y sus emulsiones. El principio físico de esta técnica son las transiciones electrónicas dentro de las moléculas y mide el nivel de absorbancia del componente para un respectivo valor de longitud de onda. Esta prueba provee información única acerca de los componentes aromáticos y poliaromáticos, dado que estos poseen un gran valor de absorbancia para una región de 200nm-400nm, Mahdi Hadi (2016), siendo posible una caracterización del contenido de azufre del

componente aromático del crudo, en el que a mayor absorbancia, mayor cantidad de azufre tendrá la muestra. En la *figura 37* se compara el UV-VIS del crudo deshidratado con las emulsiones preparadas a 270 °C, en el que se aprecia que las emulsiones tienen un menor contenido de azufre que el crudo debido a un menor valor de absorbancia, lo que significa que efectivamente hubo un cambio composicional por efecto de la temperatura y, por consiguiente, un rompimiento de las cadenas carbonatadas provocando un mejoramiento del crudo.

Figura 37.

Espectro ultravioleta del crudo y las emulsiones a 270 °C.

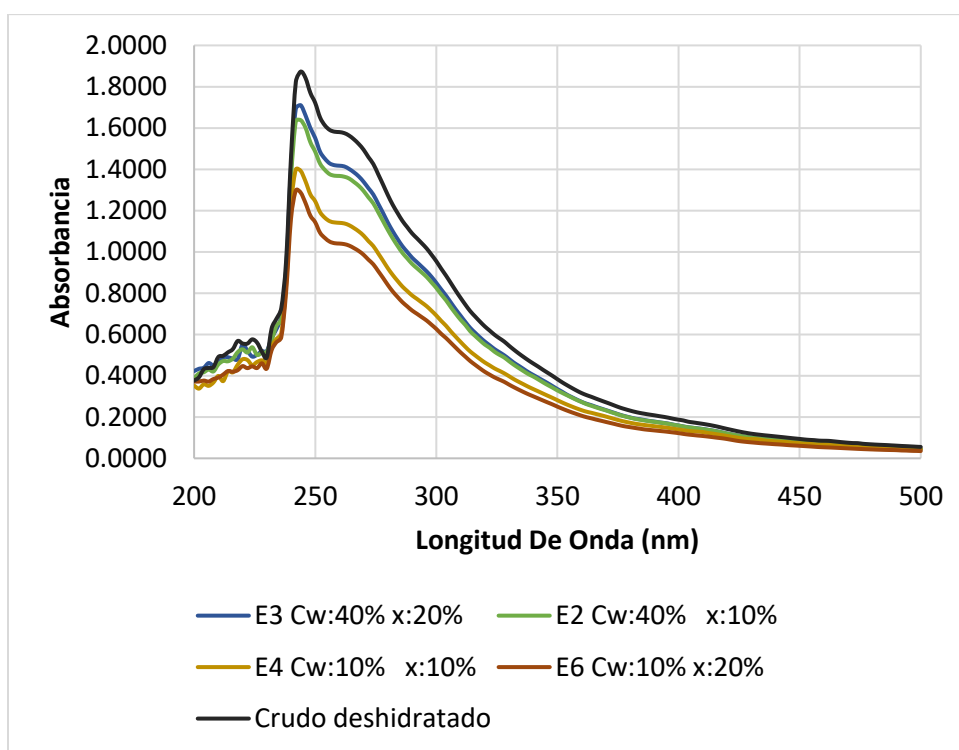


En el espectro ultravioleta de las emulsiones que se prepararon a 300 °C de la *figura 38*, se puede observar que los valores de absorbancia son incluso menores que las emulsiones formadas a 270 °C, y esto lleva a la conclusión que el crudo al haber sido sometido a una temperatura más

alta, sufre una mayor incidencia de las reacciones de pirolisis en la acuatermólisis, lo que provoca una mayor hidrodesulfuración de los componentes aromáticos de los asfaltenos, y que a su vez hace que estas emulsiones presenten una menor viscosidad en comparación con el crudo inicialmente sin tratar.

Figura 38.

Espectro ultravioleta del crudo y las emulsiones a 300 °C.



4.8 Caracterización mediante Resonancia Magnética Nuclear de bajo campo.

De las pruebas de CPMG se obtiene la caída de la magnetización de la señal, representada en la *figura 39*. Se puede observar que la caída de la magnetización en el agua sucede de manera gradual, mientras que en el crudo y sus emulsiones el decaimiento es de forma abrupta. Esto se ve

Figura 40.

Espectro del crudo después de aplicar la Transformada inversa de Laplace.

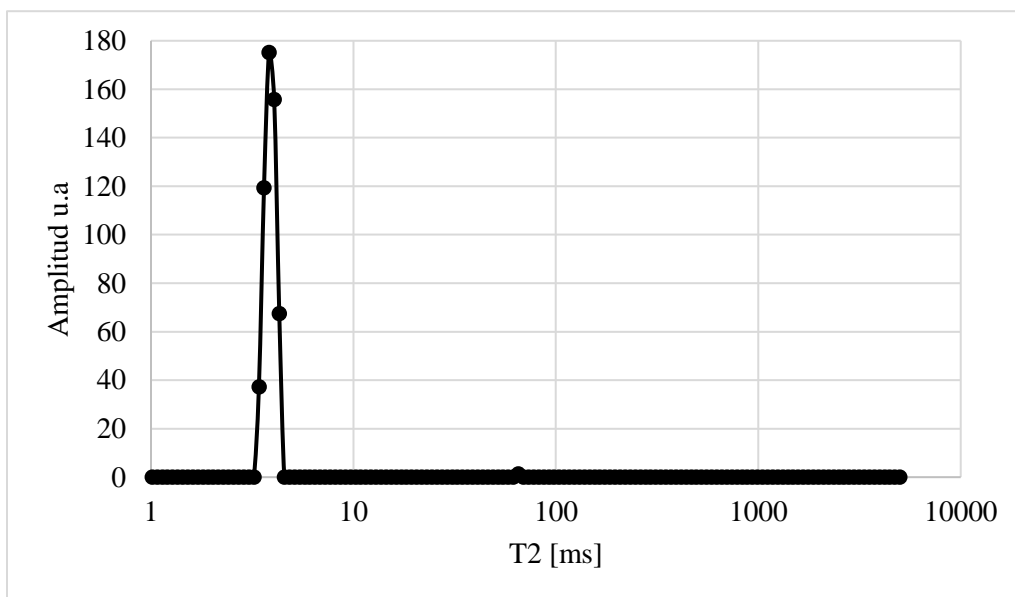
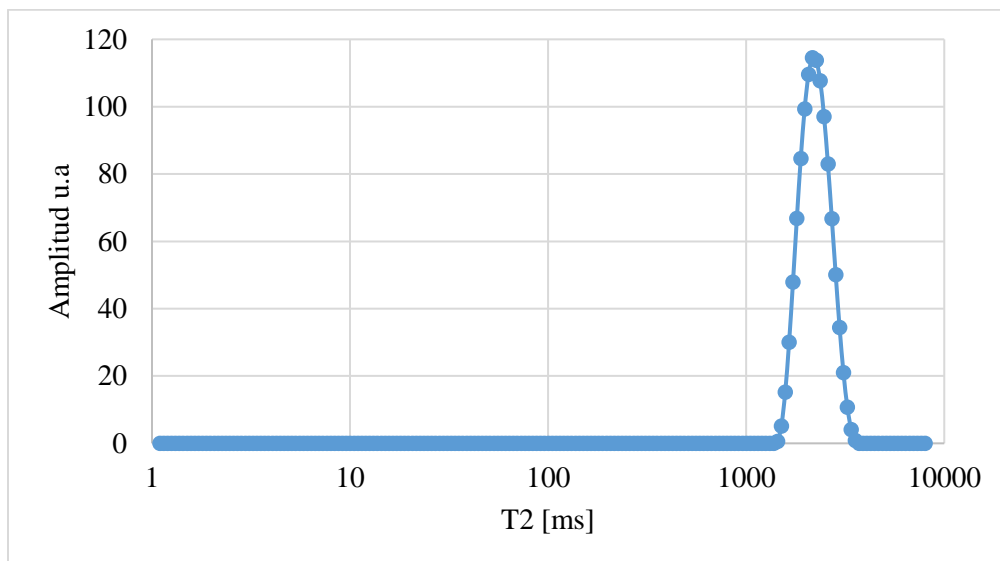


Figura 41.

Espectro del agua después de aplicar la Transformada inversa de Laplace.



De los espectros mostrados en *las figuras 40 y 41* se aprecia lo estipulado anteriormente con el análisis de la gráfica de la caída de magnetización, mientras el crudo posee un tiempo de relajación transversal menor a los 10 ms, el agua se relaja por encima de los 1000 ms. Para estimar los valores de viscosidad del crudo y las emulsiones se utilizó la correlación de Bryan et al., (2003), teniendo en cuenta que cubre un amplio rango de viscosidades que varían de 10 hasta 90.000 cp con un coeficiente de correlación superior al 95%, adaptándose a los rangos de viscosidad de los crudos colombianos y en específico al crudo utilizado en esta investigación. Se obtuvieron los valores de índice de amplitud, RHI y T_{2ML} que se reportan en la *tabla 10* para estimar la viscosidad. En el cual, el T_{2ML} hallado es consistente con el valor reportado por Barbosa et al., (2013) en su investigación de la determinación de propiedades físicas de fracciones de petróleo aplicando RMN de bajo campo con un valor de T_{2GM} de 3,8 [ms] para un crudo de 13,1 ° API. La viscosidad estimada a través de RMN es de 8953,89 mPa-s, que comparado con el valor obtenido por reología de 8977,40 mPa-s arroja un error de tan solo 0.26%. Los errores asociados a estas medidas se deben principalmente a la no homogeneidad del campo magnético y el tratamiento matemático.

Tabla 10.

Valores de los parámetros de para la estimación de viscosidad.

	(ms)	RMN, g
0.480	3.56	5.000
0.498	3.58	3.939
0.482	4.30	3.953
0.489	4.33	3.948

4.9 Estimación de la viscosidad de las emulsiones usando espectroscopia de RMN de bajo campo.

Teniendo en cuenta que el valor de T_{2ML} es inverso a la viscosidad, de los datos obtenidos en la reología se espera que la emulsión 3 tenga un menor valor de T_{2ML} , ya que es la muestra con mayor viscosidad. En orden descendiente, el valor de tiempo de relajación transversal serían la emulsión 3, 2, 4 y 6 respectivamente. Lo que se comprobó y se reporta en las *tablas 11 y 12*, en la que se presentan los valores de T_{2ML} obtenidos en la prueba CPMG.

Tabla 11.

Resultados de la prueba CPMG Emulsiones 270 ° C.

$\tau = 0,0576$ ms	Amplitud	T_{2ML} [ms]	Gain [dB]	Masa [g]
Emulsión 2	1388,15	3,80	67	3,975
Emulsión 3	1390,92	3,58	67	3,939
Emulsión 4	1397,26	4,30	67	3,953
Emulsión 6	1372,01	4,33	67	3,948
Agua	2793,011	3391,79	67	3,937

Tabla 12.

Resultados de la prueba CPMG Emulsiones 300 ° C.

$\tau = 0,0567$ ms	Amplitud	T_{2ML} [ms]	Gain [dB]	Masa [g]
Emulsión 2	787,59	4,30	67	3,40
Emulsión 3	778,96	4,15	67	3,41
Emulsión 4	781,12	5,31	67	3,42

$\tau = 0,0567 \text{ ms}$	Amplitud	$T_{2ML} \text{ [ms]}$	Gain [dB]	Masa [g]
Emulsión 6	869,81	4,51	67	3,41
Agua	1622,01	3712,42	67	3,418

Los resultados de las tablas denotan la importancia de la masa. Se puede observar que las emulsiones de 300 ° C al poseer menor cantidad de masa poseen una menor amplitud, esto se debe a que a una menor masa también hay una menor densidad de protones. Por otro lado, el espectro de RMN muestra el comportamiento bimodal correspondiente a las emulsiones. El pico del crudo es más representativo en comparación con la amplitud del agua, debido a los bajos valores de corte de agua presentes en las muestras, comportamiento que se observa en las *figuras 42 y 43*.

Figura 42.

Espectro de las emulsiones de 270 ° C.

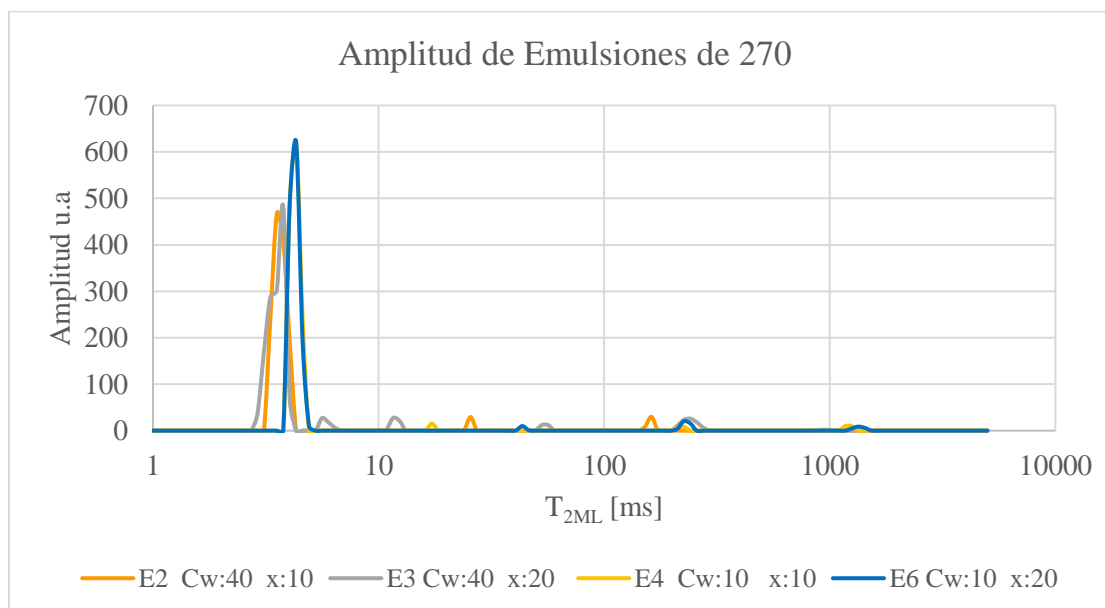
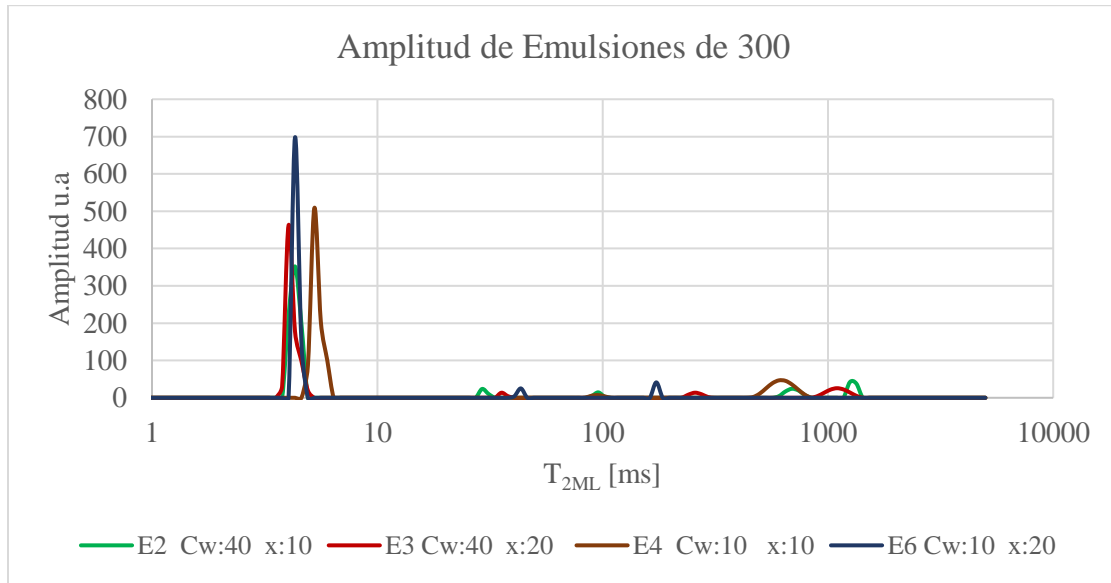


Figura 43.

Espectro de las emulsiones de 300 ° C.



De los espectros de las *figuras 42 y 43* se toman los datos para estimar la viscosidad. En las *tablas 13 y 14* se reporta los resultados de la viscosidad usando RMN, donde se pueden apreciar también el valor de RHI, T_{2ML} necesarios para la correlación de Bryan et al., (2003).

Tabla 13.

Resultados de la estimación de la viscosidad con RMN para las emulsiones de 270 ° C.

Emulsiones 270	viscosidad RMN (mPa-s)	RHI	valor de T_{2ML}, ms
2	7373,24	0,495	3,80
3	7592,02	0,498	3,58
4	7368,79	0,482	4,301
6	6823,17	0,489	4,334

Tabla 14.

Resultados de la estimación de la viscosidad con RMN para las emulsiones de 300 ° C.

Emulsiones	viscosidad	RHI	valor de
300	RMN (mPa-s)		T_{2ML}, ms
2	5970,60	0,505	4,30
3	6586,59	0,498	4,15
4	5141,16	0,498	5,31
6	5029,85	0,519	4,51

Cabe resaltar que, los picos observados entre la amplitud del crudo y la correspondiente al agua en los espectros de *las figuras 42 y 43*, son los tiempos de relajación de micro-gotas de agua debido a una relajación superficial que sucede entre la interfase agua-crudo Bryan et al., (2002).

Las *figuras 44 y 45* muestran la relación que tienen el valor de la viscosidad con el valor de T_{2GM} y el RHI respectivamente. Si bien la relación no es proporcional, si se denota que hay una relación inversa, cumpliendo con lo reportado en la literatura, y aunque estos parametros por independiente no muestran una relación marcada, ambos influyen en el valor de la viscosidad, lo que conlleva a que la viscosidad con respecto a los parametros RMN son de una correlación multivariable.

Figura 44.

Comparación de la viscosidad mediante métodos convencionales, con el valor del T2ML.

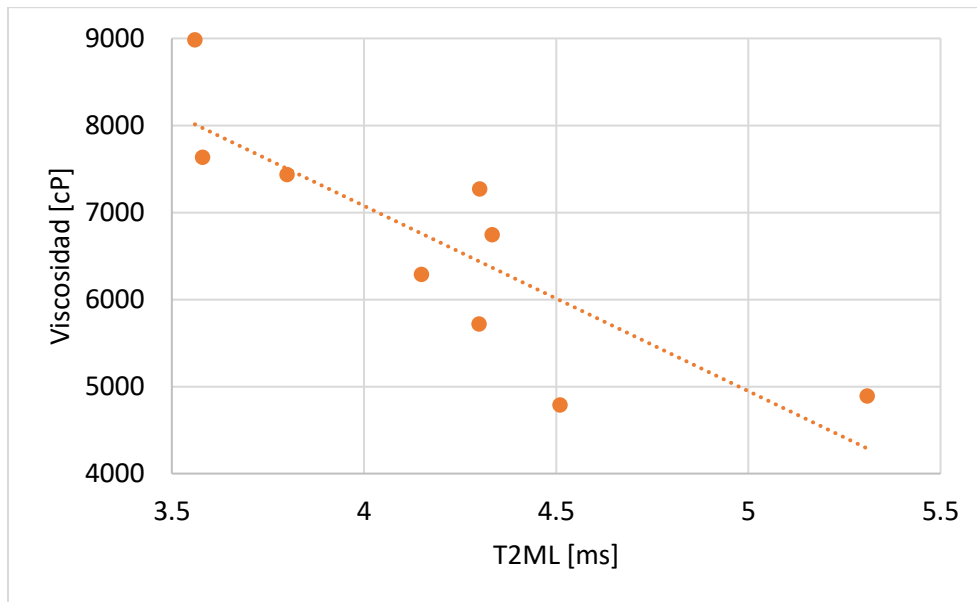
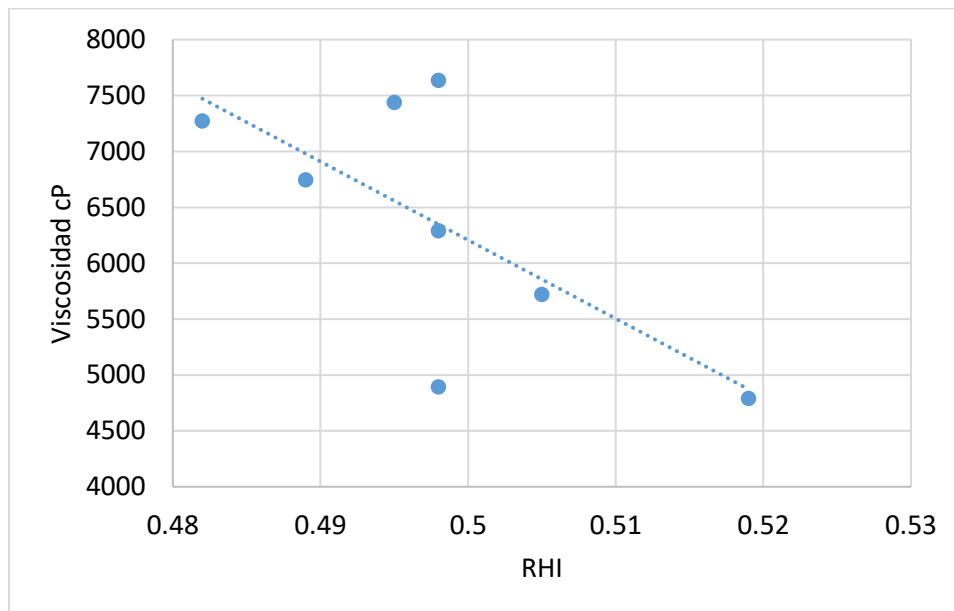


Figura 45.

Gráfica de la comparación de la viscosidad mediante métodos convencionales, con el valor del RHI.



5. Análisis de Resultados

Se debe enfatizar que la correlación utilizada para la estimación de viscosidad de las emulsiones es la misma que se usó para el crudo deshidratado, debido a que Bryan et al. (2002) observaron que esta correlación tiene un buen ajuste cuando las emulsiones poseen un valor de corte de agua menor al 11%, como es el caso de las emulsiones obtenidas en la presente investigación. Por este motivo, y para efecto de hacer un análisis comparativo con los valores de viscosidad obtenidos a través de RMN, el comportamiento pseudoplástico de las emulsiones se puede aproximar a un comportamiento newtoniano por su bajo contenido de agua. Para determinar el valor de viscosidad absoluta de las emulsiones, se lee las pendientes de las rectas de la gráfica de esfuerzo de corte contra velocidad de deformación que se muestran en las *figuras 46 y 47*.

Figura 46.

Esfuerzo de corte contra velocidad de deformación de las emulsiones a 270 °C.

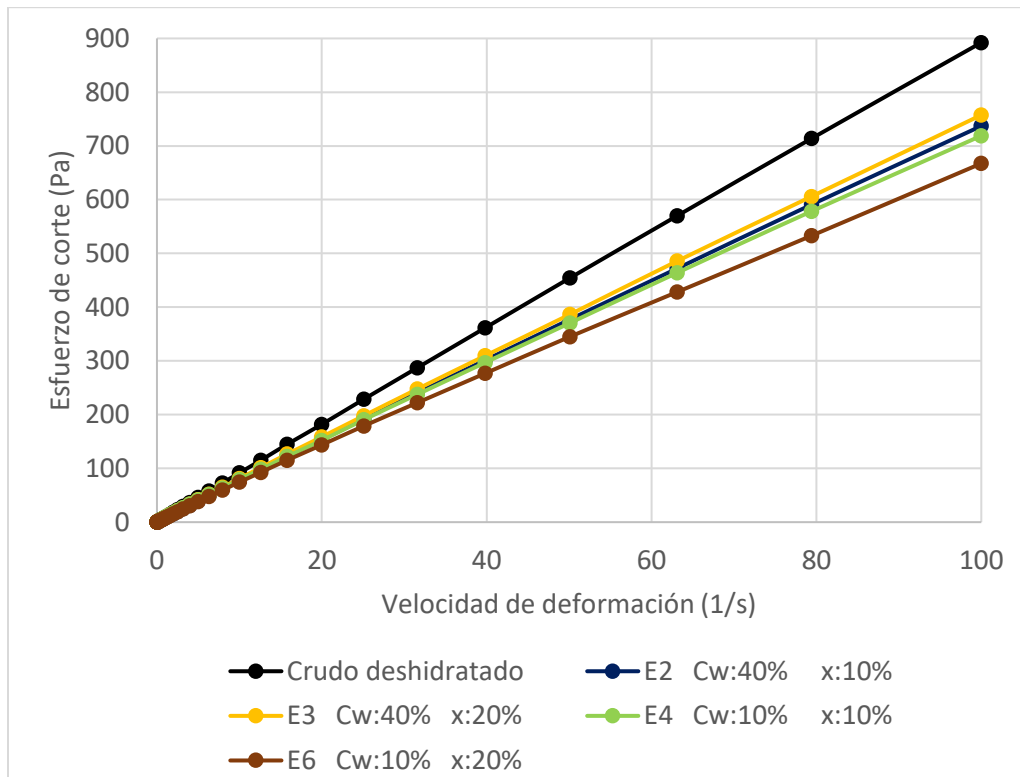
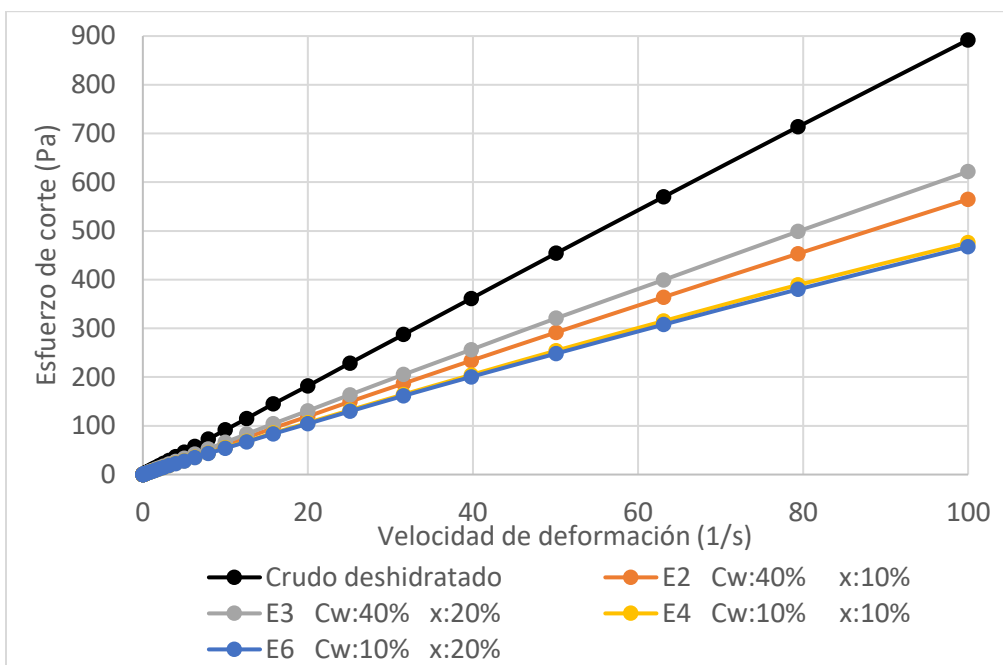


Figura 47.

Esfuerzo de corte contra velocidad de deformación de las emulsiones a 300 °C.



En las *tablas 15 y 16* se presentan los resultados de la viscosidad obtenidos con el reómetro, además de la viscosidad a partir de RMN, con el error relativo entre los dos valores.

Tabla 15.

Resultados de la estimación de viscosidad para las emulsiones de 270 °C.

Emulsiones 270	viscosidad reómetro (mPa-s)	viscosidad RMN (mPa-s)	Error, %
2	7436,9	7373,24	0,86
3	7634,7	7592,02	0,56
4	7272,1	7368,79	1,33
6	6743,8	6823,17	1,18

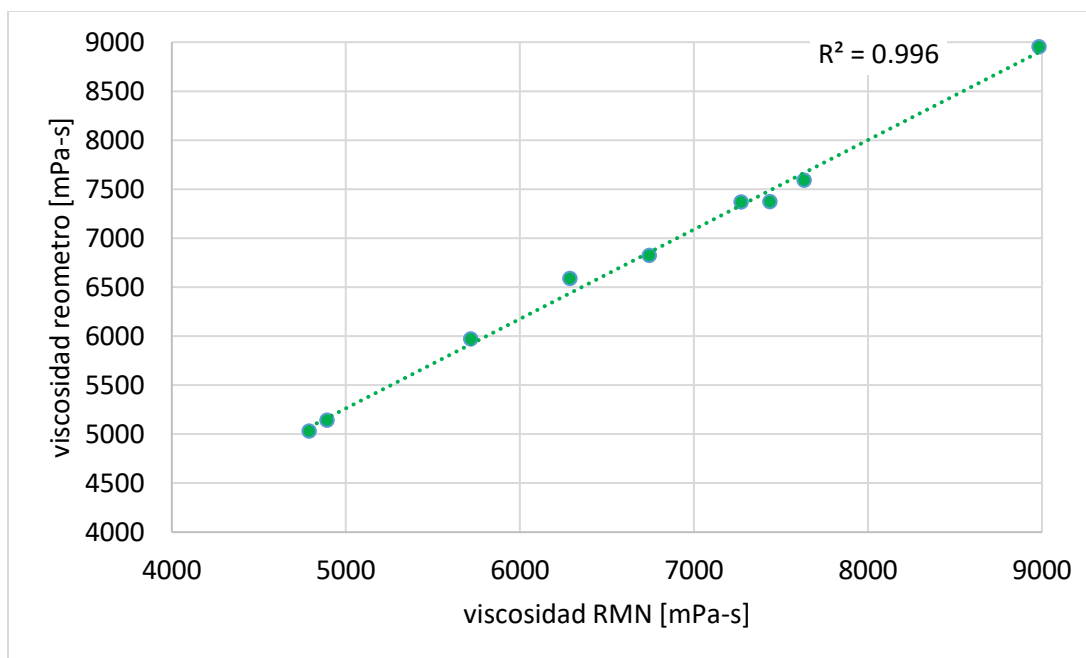
Tabla 16.

Resultados de la estimación de viscosidad para las emulsiones de 300 ° C.

Emulsiones 300	viscosidad reómetro (mPa-s)	viscosidad RMN (mPa-s)	Error, %
2	5719,2	5970,60	4,39
3	6288,3	6586,59	4,74
4	4892,4	5141,16	5,08
6	4790,1	5029,85	5,00

Figura 48.

Gráfica de la comparación de la viscosidad mediante métodos convencionales, con la viscosidad estimada por RMN.



La comparación de los valores de viscosidad obtenidos mediante el análisis reológico que representa los métodos convencionales, con los estimados de la RMN que se muestra en la *figura*

48 se observa que existe una clara correlación, por lo cual, se comprueba que se puede estimar la viscosidad mediante RMN que genera menos costos y ahorra tiempo, además de que no afecta la integridad de la muestra.

Por último, en la literatura se ha publicado que las emulsiones aumentan su viscosidad a medida que el corte de agua también aumenta Farah et al., (2005). Esto se evidencia en la presente investigación porque las emulsiones generadas tanto a 270 °C como a 300 °C al poseer un mayor corte de agua también reportan un mayor valor de viscosidad. De igual forma, diversos autores en sus estudios demuestran que las emulsiones al tener más cantidad de agua poseen una mayor viscosidad respecto a un crudo deshidratado Farah et al., (2005), Hippmann et al., (2018). Sin embargo, en este proyecto ocurre lo contrario, esto es debido a que la formación de las emulsiones no se dieron a las condiciones de presión y temperaturas ambientales como se reporta en la literatura, sino a condiciones de un proceso de inyección de vapor en la que ocurren reacciones de acuatermólisis Hyne (1986), los cuales cambian la composición del crudo base utilizado como se demostró en la prueba UV-VIS y que al final hace que disminuya la viscosidad.

5.1 Modelos estadísticos mediante regresión lineal múltiple.

Con la intención de representar mediante una ecuación matemática que reproduzca la relación existente entre los parámetros de la espectroscopia de RMN de bajo campo y la viscosidad medida por reología, se realizaron modelos estadísticos que correlacionan los datos suministrados por la prueba CPMG que se reportan en la *tabla 17*. Basados en los resultados reportados en las gráficas 40 y 41 en el que existe una clara relación entre los parámetros RHI y T₂ con la viscosidad medida, pero al mismo tiempo se evidencia una notable dispersión entre los datos, se realizó un

análisis de distribución de los parámetros de RHI y T₂ por medio del software STATGRAPHICS centurion, en el que la variación de los resultados sugiere que los modelos que se propongan debe incluir ambas variables para un mejor ajuste. Por ende, se realizaron dos regresiones multivariadas, una lineal y la otra no lineal. En la *figura 49* se representa los resultados de la distribución de los parámetros de la RMN respecto a la viscosidad medida.

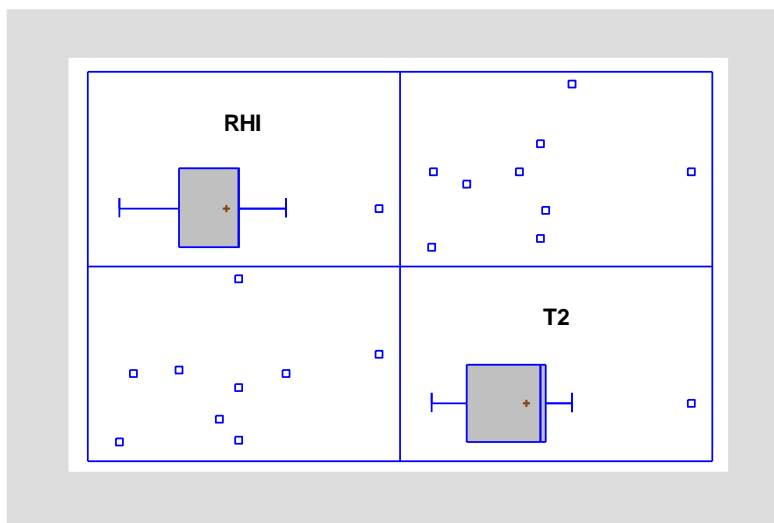
Tabla 17.

Datos utilizados para el cálculo por medio de regresión, de la viscosidad del crudo con parámetros RMN.

	RHI	T_{2ML}	Viscosidad Calculada reología
		(ms)	(mPa-s) Y _{exp}
Crudo	0.480	3.56	8977.40
E2 270	0.495	3.80	7436.90
E3 270	0.498	3.58	7634.70
E4 270	0.482	4.30	7272.10
E6 270	0.489	4.33	6743.80
E2 300	0.505	4.30	5719.20
E3 300	0.498	4.15	6288.30
E4 300	0.498	5.31	4892.40
E6 300	0.519	4.51	4790.10

Figura 49.

Distribución de parámetros RMN con respecto a la viscosidad.



Para generar el modelo se definió como variable dependiente aquella que se quería predecir, es decir, la viscosidad. Las variables independientes fueron el índice relativo de hidrógeno (RHI) y el tiempo de relajación transversal (T_{2ML}) dado que influyen sobre la variable dependiente. Los modelos obtenidos para realizar la comparación son los siguientes:

5.1.1 Modelo por regresión lineal multivariable (RLM).

Las correlaciones se construyeron con los nueve datos que se reportan en la *tabla 16* en la que cada muestra se asume como un crudo diferente basados en los resultados de UV-VIS, cuya composición después de los experimentos cambia.

$$\mu = 45508.5 - 64369.7 * RHI - 1651.04 * T_{2ML}$$

Esta correlación tiene un vapor-p de 0.0001 y un coeficiente de correlación R^2 de 0.9802

5.1.2 Regresión no lineal multivariable (RNLM).

Con el objetivo de mejorar el coeficiente de correlación se realizó una RNLM en la que las potencias de las variables independientes mejoran el ajuste de las predicciones.

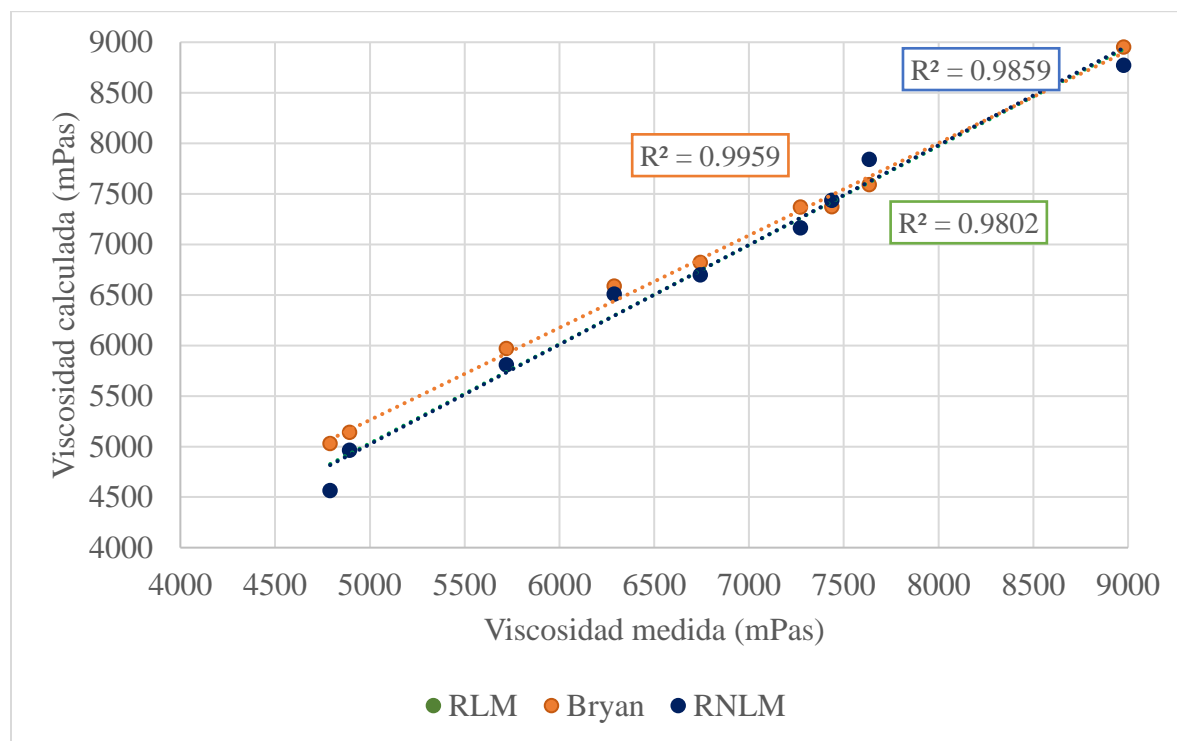
$$\mu = 24833.25 + (13705.96 * RHI * T_{2ML}) + (580.69 * T_{2ML}^2)$$

Esta correlación con un valor-p de 2.80375E-06 y un R² de 0.9859. Si bien no hay una mejora considerable si se concluye que los modelos son estadísticamente significativos, en consecuencia, las correlaciones propuestas tienen aplicabilidad para crudos con un rango de viscosidad de 4500 a 9000 mPa-s.

Una representación gráfica de las correlaciones propuestas y el modelo tomado como referencia Bryan et al., (2002) se expresa en la *figura 50*, en el eje vertical se encuentran los valores de viscosidad en mPa-s calculados con las correlaciones previamente establecidas y en el eje horizontal se encuentra el valor de viscosidad en mPa-s experimental hallados con el reómetro.

Figura 50.

Gráfica de distribución de parámetros RMN con respecto a la viscosidad.



Para determinar el buen ajuste del modelo se puede realizar respecto a su valor-p, el cual está definido como la probabilidad de que un valor estadístico calculado sea posible dada una hipótesis nula cierta, es decir, ayuda a diferenciar resultados que son productos del azar del muestreo, el cual, define la fiabilidad del estudio en este caso, al ser menor de 0.05 para ambos modelos quiere decir que tienen una correlación mayor al 95%.

5.1.3 Regresión lineal multivariable (RLM) para el contenido de agua.

En la revisión del trabajo se ha descrito la influencia de la cantidad de agua en el crudo en las diferentes etapas de la producción de petróleo, por este motivo, dando un alcance mayor a la

investigación, se planteó generar un modelo para predecir dicho contenido de agua con los datos de la prueba RMN de bajo campo. Cabe resaltar que la RMN es de corto tiempo y ha mostrado grandes ventajas en la industria para diferentes cálculos de propiedades como la densidad, viscosidad y entre otros (Fiorotti et al., 2019), teniendo en cuenta los valores tomados de la *tabla 18*, y usando el software explicado previamente se desarrolló un modelo donde la variable independiente es la cantidad de agua (w) en porcentaje en peso y las variables independientes son RHI y T_{2ML}. La cantidad de agua calculada se basó en la relación existente entre la masa de agua emulsionada (haciendo referencia al resultado del balance de masa dado en la prueba de formación de emulsiones) y la cantidad de masa de toda la muestra.

Tabla 18.

Datos utilizados para el cálculo por medio de regresión, de la cantidad de agua en el crudo.

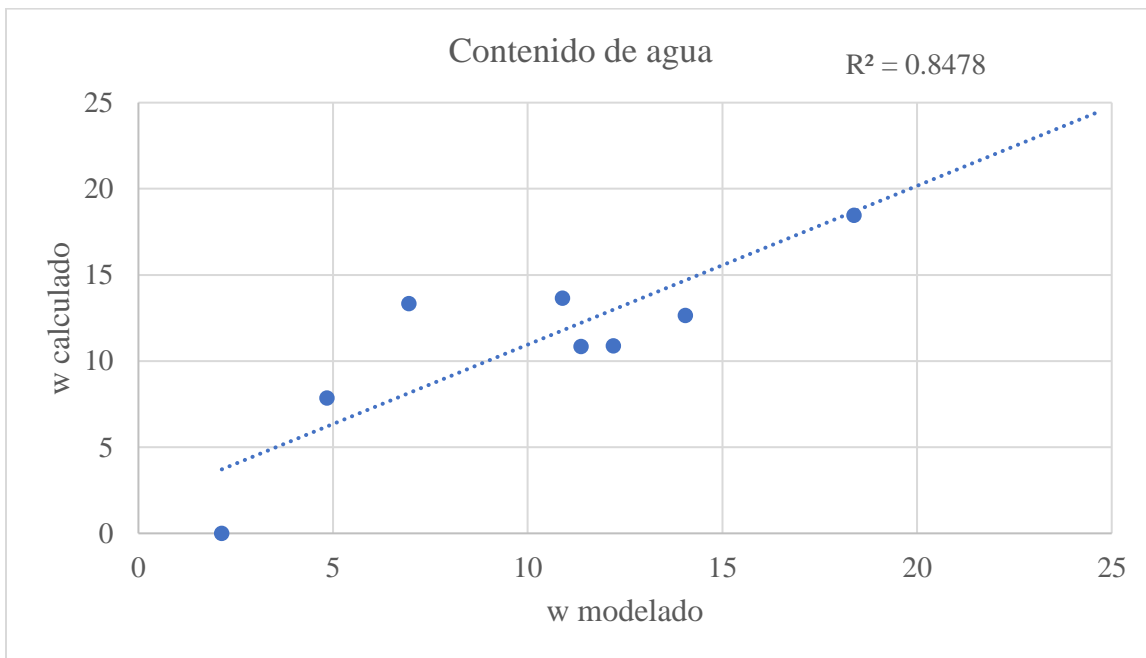
RHI	T_{2ML}	Masa prueba	Cantidad de agua emulsionada	w calculado
	(ms)	RMN, g	(g)	%
0.480	3.56	5.000	0.00	0.00
0.495	3.80	3.975	0.53	13.33
0.498	3.58	3.939	0.31	7.87
0.482	4.30	3.953	0.54	13.66
0.489	4.33	3.948	0.43	10.89
0.505	4.30	3.400	0.43	12.65
0.498	4.15	3.410	0.37	10.85
0.498	5.31	3.420	0.86	25.15
0.519	4.51	3.410	0.63	18.48

El resultado de la correlación teniendo en cuenta los nueve puntos de la *tabla 19* es el siguiente:

$$W = -105.104 + 150.106 * RHI + 10.2733 * T_{2ML}$$

Figura 51.

Relación entre los datos calculados y modelados para la cantidad de agua emulsionada con los 9 puntos.



Haciendo una comparación entre los datos calculados y modelados representados en la *Figura 51*, la cantidad de agua emulsionada calculada mostrada en *la tabla 19*, con la desarrollada en el modelo dan un valor de R cuadrado de 84.94% y un valor-p de 0.034.

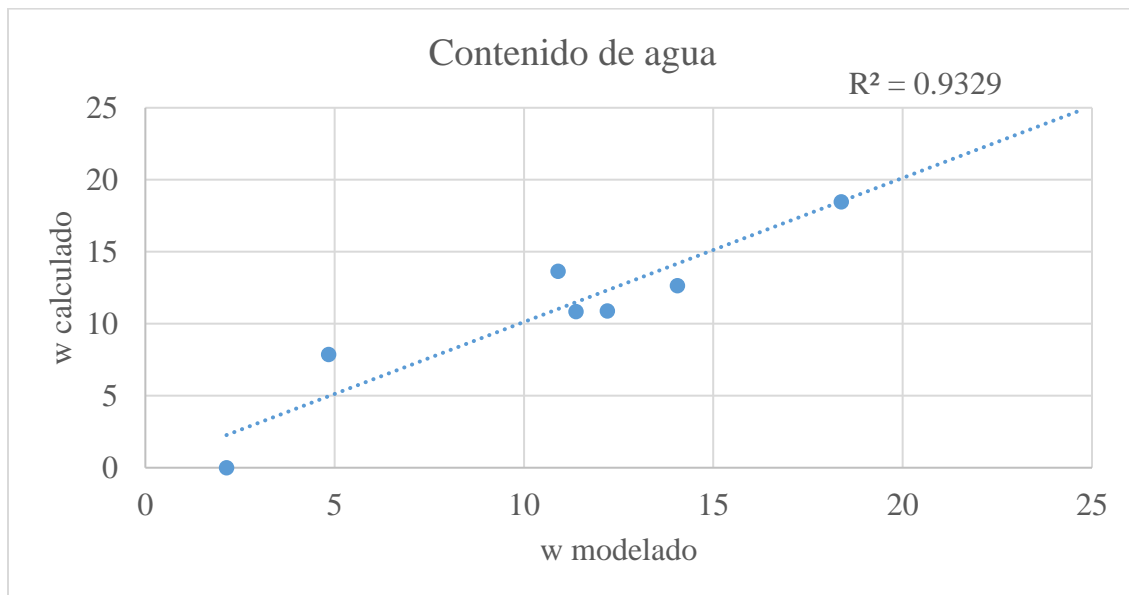
Aunque el anterior modelo presenta una correlación aceptable, se procedió a eliminar el dato con mayor dispersión por sugerencia del software STATGRAPHICS centurion para que el

modelo generado arroje una mejor relación. Representado en la siguiente ecuación y en la *figura 52*.

$$W = -104.532 + 137.525 * RHI + 11.4562 * T_{2ML}$$

Figura 52.

Relación entre los datos calculados y modelados para la cantidad de agua emulsionada con los 8 puntos.



El valor de R cuadrado mejoró a 93.29%, el ajuste de este valor es más adecuado para explicar la variabilidad de la cantidad de agua (w). El valor-p del nuevo modelo es de 0.0012, ya que el valor-p es menor de 0.05, se determina que estadísticamente hay una alta confiabilidad en los datos.

6. Conclusiones

1. Del análisis cualitativo de las muestras y el estudio de la cantidad de agua emulsionada, se evidenció que el protocolo experimental para el procedimiento de formación de emulsiones a escala de laboratorio, reproduce el fenómeno de emulsificación in situ a condiciones de un proceso de inyección de vapor. Si bien los cortes de agua no son significativamente altos, pueden ser suficientes para presentar problemas de corrosión en el transporte por tuberías y en procesos de refinación.

2. El espectro de resonancia magnética nuclear del crudo al evidenciar un solo pico demuestra que no existe presencia de agua antes comenzar el experimento. Por el contrario, el espectro del crudo después de haber sido sometido al proceso de emulsificación, exhibe dos picos que confirma los resultados del cálculo por balance de masas en el que efectivamente el crudo tuvo una encapsulación de agua.

3. Según los resultados de la reología realizados al crudo deshidratado, se puede establecer que presenta un comportamiento newtoniano para el rango de velocidades de deformación de 0,01 a 100 s^{-1} a una temperatura de $40 \text{ }^{\circ}\text{C}$, lo que conlleva a tener un único valor de viscosidad absoluta que puede ser comparado con los resultados de RMN con tan solo un error relativo del 0,26 %.

4. El estudio de las emulsiones mostró que su comportamiento pseudoplástico es acorde a lo reportado en la literatura en el cual la viscosidad disminuye al aumentar la velocidad de deformación. Sin embargo, por el bajo contenido de agua emulsionada y para comparar con los

valores de viscosidad estimados por RMN, se pueden aproximar a un comportamiento newtoniano obteniéndose errores menores al 5,08 % respecto a los valores de la reología convencional.

5. De acuerdo con lo reportado en la literatura en la cual la viscosidad de las emulsiones aumenta conforme se incrementa el contenido de agua en relación con el crudo deshidratado, los resultados obtenidos evidencian lo contrario, en consecuencia, queda demostrada la fuerte incidencia que tienen las reacciones de acuatermólisis en los resultados de viscosidad, producto de las reacciones de pirolisis que rompen las cadenas carbonatadas generando hidrocarburos de menor peso molecular. No obstante, se demostró que las curvas de viscosidad contra velocidad de deformación se ubican en una posición más alta cuanto mayor es la cantidad de agua emulsionada, comportamiento que exhiben para las dos temperaturas de emulsificación utilizadas en el experimento.

6. Las correlaciones propuestas en esta investigación no tenían como objetivo mejorar las correlaciones presentadas en la literatura, por el contrario, el coeficiente de determinación R^2 cercano a uno es conforme a los bajos errores que se han conseguido en la estimación de la viscosidad del crudo deshidratado y sus emulsiones, en consecuencia, se determina que la Resonancia Magnética Nuclear de bajo campo como método alternativo, se constituye en una opción técnica y económicamente viable frente a los métodos convencionales, debido a que es rápido, no destructivo y disminuye los errores ligados a los procedimientos técnicos de un análisis reológico.

7. Recomendaciones

1. No existe evidencia clara de que la calidad del vapor afecte la cantidad de agua emulsionada, principalmente porque los valores de 10 y 20 % son muy cercanos. Por lo tanto, para investigar a mayor profundidad si este parámetro tiene incidencia, se recomienda utilizar reactores con una mayor capacidad para alcanzar calidades más altas que se acerque a los valores típicos de una inyección de vapor.

2. Se sugiere realizar una cromatografía de gases para identificar y cuantificar los componentes de hidrocarburos livianos y de gas de ácido sulfhídrico que resultan de las reacciones de acuatermolisis para tener mayor certeza del cambio composicional que sufre el crudo.

3. Con el propósito de mostrar el agua emulsificada en el crudo, se recomienda llevar a cabo un análisis de micrografía por microscopía óptica para determinar la estabilidad de la emulsión después de haber sido formada, así como para caracterizar el tamaño y distribución de las gotas de agua en el aceite.

4. Si bien el modelo generado para predecir la cantidad de agua emulsionada es estadísticamente confiable, se recomienda realizar una mayor cantidad de experimentos con crudos emulsionados para poseer una mayor cantidad de datos y con ello hacer una mejor validación del modelo, debido a que en la presente investigación solo se usaron 8 datos.

Referencias Bibliográficas

Ahmed, T. (2012). *Introduction to Enhanced Oil Recovery* (pp. 541–585). <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-385548-0.00006-3>

Ahmed, T., & Meehan, D. N. (2012). Introduction to Enhanced Oil Recovery. *Advanced Reservoir Management and Engineering*, 541–585. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-385548-0.00006-3>

Al Hadabi, I., Sasaki, K., & Sugai, Y. (2016). Effect of Kaolinite on Water-in-Oil Emulsion Formed by Steam Injection during Tertiary Oil Recovery: A Case Study of an Omani Heavy Oil Sandstone Reservoir with a High Kaolinite Sludge Content. *Energy and Fuels*, 30(12), 10917–10924. <https://doi.org/10.1021/acs.energyfuels.6b01822>

Alvarado, C. Douglas, A. (2013). Recuperación Térmica de Petróleo. *Journal of Chemical Information and Modeling*, 53(9), 1689–1699. <https://doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004>

Arboleda, J., Castillo, Á., & Muñoz, S. (2018). Estudio de la acuatermolisis catalítica en procesos de upgrading de crudos pesados como método complementario en el recobro térmico de hidrocarburos. *Revista Fuentes El Reventón Energético*, 16(1), 57–69. <https://doi.org/10.18273/revfue.v16n1-2018005>

Barbosa, L. L., Kock, F. V. C., Silva, R. C., Freitas, J. C. C., Lacerda, V., & Castro, E. V. R. (2013). Application of low-field NMR for the determination of physical properties of petroleum fractions. *Energy and Fuels*, 27(2), 673–679. <https://doi.org/10.1021/ef301588r>

Bird, R. (2012). Fenómenos de transporte. *Saudi Med J*, 33, 3–8. <https://doi.org/10.1073/pnas.0703993104>

Borges, B., Del Carpio, E., De Navarro, C. U., & Ortega, N. (2014). Caracterización morfológica y espectroscópica de asfaltenos provenientes de diferentes crudos. *Revista*

Latinoamericana de Metalurgia y Materiales, 34(2), 218–229.

- Bryan, J., Kantzas, A., & Bellehumeur, C. (2002). Viscosity Predictions for Crude Oils and Crude Oil Emulsions Using Low Field NMR. *Proceedings - SPE Annual Technical Conference and Exhibition*, 11–21. <https://doi.org/10.2523/77329-ms>
- Bryan, J., Kantzas, A., & Bellehumeur, C. (2005). Oil-Viscosity Predictions From Low-Field NMR Measurements. *SPE Reservoir Evaluation & Engineering*, 8(01), 44–52. <https://doi.org/10.2118/89070-PA>
- Bryan, J., Kantzas, A., & Bellehumeur, C. (2002). Using Low Field NMR To Predict Viscosities of Crude Oils and Crude Oil Emulsions. *Sca*, 39(January 2002), 1–12.
- Bryan, J., Mirotchnik, K., & Kantzas, A. (2003). Viscosity Determination Of Heavy Oil And Bitumen Using NMR Relaxometry. *Journal of Canadian Petroleum Technology*, 42(7), 29–34. <https://doi.org/10.2118/03-07-02>
- Bryan, Jonathan, Kantzas, A., & Bellehumeur, C. (2005). Oil-viscosity predictions from low-field NMR measurements. *SPE Reservoir Evaluation and Engineering*, 8(1), 44–52. <https://doi.org/10.2118/89070-PA>
- Coates, G. R., Xiao, L., & Prammer, M. G. (1999). *NMR Logging Principles & Applications* (p. 253). [https://doi.org/10.1016/S0950-1401\(02\)80008-8](https://doi.org/10.1016/S0950-1401(02)80008-8)
- Dolz, M., Delegido, J., Casanovas, A., & Hernández, M. J. (2005). A low-cost experiment on Newtonian and non-Newtonian fluids. *Journal of Chemical Education*, 82(3), 445–447. <https://doi.org/10.1021/ed082p445>
- Ezeuko, C. C., Wang, J., & Gates, I. D. (2012). *SPE 157830 Investigation of Emulsion Flow in SAGD and ES-SAGD*.
- Fan, H., Zhang, Y., & Lin, Y. (2004). The catalytic effects of minerals on aquathermolysis of heavy oils. *Fuel*, 83(14-15 SPEC. ISS.), 2035–2039. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2004.04.010>

- Farah, M. A., Oliveira, R. C., Caldas, J. N., & Rajagopal, K. (2005). Viscosity of water-in-oil emulsions: Variation with temperature and water volume fraction. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 48(3–4), 169–184. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2005.06.014>
- Farouq Ali, S. M. (1974). Heavy oil recovery - Principles, practicality, potential, and problems. *Society of Petroleum Engineers - SPE Rocky Mountain Regional Meeting, RMR 1974*. <https://doi.org/10.2523/4935-ms>
- Fingas, M., & Fieldhouse, B. (2009). *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects Studies on crude oil and petroleum product emulsions : Water resolution and rheology*. 333, 67–81. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2008.09.029>
- Fiorotti, T. A., Sad, C. M. S., Castro, E. R. V., & Barbosa, L. L. (2019). Rheological study of W/O emulsion by low field NMR. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 176(January), 421–427. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2019.01.076>
- González Roa, D., Muñoz Navarro, S., Barrios Ortiz, W., & Mercado Sierra, D. (2007). Problemas operacionales frecuentes durante procesos de inyección cíclica de vapor. In *Fuentes: El reventón energético* (Vol. 5, Issue 2, p. 2).
- Gutiérrez Pulido, H., & De la Vara Salazar, R. (2008). *Análisis y diseño de experimentos* (Segunda ed). McGRAW-HILL.
- Hashemi-Kiasari, H., Hemmati-Sarapardeh, A., Mighani, S., Mohammadi, A. H., & Sedaei-Sola, B. (2014). Effect of operational parameters on SAGD performance in a dip heterogeneous fractured reservoir. *Fuel*, 122, 82–93. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2013.12.057>
- Henández Alarcón, E. (2016). *Caracterización interfacial de emulsiones agua-aceite (W/O) estabilizadas por asfaltenos usando espectrometría de masas*.
- Hippmann, S., Ahmed, S. S., Fröhlich, P., & Bertau, M. (2018). Demulsification of water/crude oil emulsion using natural rock Alginite. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 553(March), 71–79. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2018.05.031>
- Hyne, J. B. (1986). Aquathermolysis : a synopsis of work on the chemical reaction between water (steam) and heavy oil sands during simulated steam stimulation. *AOSTRA Publication*

Series, no 50, 55, [27] leaves.

- Jia, N., Zhao, H., Yang, T., Ibatullin, T., & Gao, J. (2016). Experimental Measurements of Bitumen-Water Aquathermolysis during a Steam-Injection Process. *Energy and Fuels*, 30(7), 5291–5299. <https://doi.org/10.1021/acs.energyfuels.6b00346>
- Junpei Kumasaka, Kyuro Sasaki, Yuichi Sugai, Olalekan S. Alade, & Masanori Nakano. (2016). Measurement of Viscosity Alteration for Emulsion and Numerical Simulation on Bitumen Production by SAGD Considering In-situ Emulsification. *Journal of Earth Science and Engineering*, 6(1), 10–17. <https://doi.org/10.17265/2159-581x/2016.01.002>
- Kilpatrick, P. K. (2012). Water-in-crude oil emulsion stabilization: Review and unanswered questions. *Energy and Fuels*, 26(7), 4017–4026. <https://doi.org/10.1021/ef3003262>
- Kleinberg, R. L., & Vinegar, H. J. (1996). NMR properties of reservoir fluids. *Log Analyst*, 37(6), 20–32.
- LaTorraca, G. A., Stonard, S. W., Webber, P. R., Carlson, R. M., & Dunn, K. J. (1999). Heavy oil viscosity determination-using NMR logs. *SPWLA 40th Annual Logging Symposium 1999*, 3.
- LaTorraca, G., Stonard, S., Webber, P., & Dunn, K. (1999). Heavy oil viscosity determination using NMR logs. *SPWLA 40th Annual Logging Symposium*, 3.
- León, A. Y., Guzmán M, A., Picón, H., Laverde C, D., & Molina V, D. (2020). Reactivity of Vacuum Residues by Thermogravimetric Analysis and Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy. *Energy and Fuels*, 34(8), 9231–9242. <https://doi.org/10.1021/acs.energyfuels.0c00200>
- Mahdi Hadi, N. (2016). Determination of Absorption and Fluorescence Spectrum of Iraqi Crude Oil. *American Journal of Physics and Applications*, 4(3), 78. <https://doi.org/10.11648/j.ajpa.20160403.12>
- Martinez, J. (2016). *Estudio de los protocolos de laboratorio que permiten la evaluación de los procesos de Recoro Mejorado en los equipos de tomografía computarizada y Resonancia Magnética Nuclear.*

- Mohammadzadeh, O., & Chatzis, I. (2009). *IPTC 13403 Pore-level Investigation of Heavy Oil Recovery Using Steam Assisted Gravity Drainage (SAGD)*. 1–17.
- Muraza, O., & Galadima, A. (2015). Aquathermolysis of heavy oil: A review and perspective on catalyst development. *Fuel*, *157*, 219–231. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2015.04.065>
- Neto, D. M. C., Sad, C. M. S., Silva, M., Santos, F. D., Pereira, L. B., Corona, R. R. B., Silva, S. R. C., Bassane, J. F. P., Castro, E. V. R., Filgueiras, P. R., Romão, W., & Lacerda, V. (2019). Rheological study of the behavior of water-in-oil emulsions of heavy oils. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, *173*(September 2018), 1323–1331. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2018.10.016>
- Pal, R., Yan, Y., & Masliyah, J. (1992). Rheology of Emulsions. *Journal of the American Chemical Society*, 131–170. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100431-9.00017-6>
- Paula, A., Vargas, V., Xiomara, A., Castelblanco, R., Fernando, S., & Navarro, M. (2017). *Evaluación de la influencia de los gases de combustión en procesos de inyección continua de vapor utilizando generadores de vapor en fondo Evaluation of the influence of combustion gases in steamflooding process using downhole steam generators Avaliação d.* *30*(2), 65–77.
- Razavi, S. D., & Kharrat, R. (2009). Application of cyclic steam stimulation by horizontal wells in iranian heavy oil reservoirs. *Scientia Iranica*, *16*(2 C), 125–139.
- Reina Laiton, C. F. (2017). *Evaluación técnica de la inyección de vapor en forma continua en un campo de crudo pesado con alta saturación de agua inicial y empuje hidráulico. Cuenca de los Llanos Orientales, Colombia.* 85.
- Ronningsen, H. P. (1995). Correlations for predicting viscosity of W/O-emulsions based on North Sea crude oils. *SPE International Symposium on Oilfield Chemistry*. <https://doi.org/10.2118/28968-MS>
- Sandor, M., Cheng, Y., & Chen, S. (2016). Improved Correlations for Heavy-Oil Viscosity Prediction with NMR. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, *147*, 416–426. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2016.09.004>

- Sasaki, K., Akibayashi, S., Yazawa, N., Doan, Q., & Farouq Ali, S. M. (1999). Experimental modelling of the SAGD process - enhancing SAGD performance with periodic stimulation of the horizontal producer. *Proceedings - SPE Annual Technical Conference and Exhibition*, 1(March), 89–97. <https://doi.org/10.2523/56544-ms>
- Sasaki, Kyuro, Akibayashi, S., Yazawa, N., & Kaneko, F. (2002). Microscopic Visualization with High Resolution Optical-Fiber Scope at Steam Chamber Interface on Initial Stage of SAGD Process. *Proceedings - SPE Symposium on Improved Oil Recovery*, 1025–1032. <https://doi.org/10.2523/75241-ms>
- Silletta, E. V. (2015). *Dinámica de fluidos en sistemas complejos mediante estudios de Resonancia Magnética*. Universidad Nacional de Córdoba.
- Straley, C., Rossini, D., Morriss, C., & Wireline, S. (1994). Core analysis by low field nmr. *The Log Analyst*, 38(1), 43–56.
- Trebolle, R. L., De Paz, M. C., & Martinez, D. E. (1993). Parametric study of the design factors for cyclic steam injection in Lake Maracaibo oil fields. *Proceedings of the 1993 SPE International Thermal Operations Symposium*, 331–341. <https://doi.org/10.2523/25810-ms>
- Velásquez, I., & Pereira, J. (2014). *Emulsiones de agua en crudo. Aspectos generales*. 45–54.
- Zhao, D. W., Wang, J., & Gates, I. D. (2013). Optimized solvent-aided steam-flooding strategy for recovery of thin heavy oil reservoirs. *Fuel*, 112, 50–59. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2013.05.025>