

**ESTUDIO DEL ENSUCIAMIENTO GENERADO POR UN CRUDO PESADO
COLOMBIANO SOBRE UN ACERO AL CARBONO BAJO CONDICIONES DE
PRECALENTAMIENTO**

SANDRA MILENA CUERVO CAMARGO

MARITZA OROZCO PARRA

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS**

ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

BUCARAMANGA

2014

**ESTUDIO DEL ENSUCIAMIENTO GENERADO POR UN CRUDO PESADO
COLOMBIANO SOBRE UN ACERO AL CARBONO BAJO CONDICIONES DE
PRECALENTAMIENTO**

SANDRA MILENA CUERVO CAMARGO

MARITZA OROZCO PARRA

Trabajo de grado para optar al título de Ingeniero Químico

Director

**Dionisio Laverde Cataño
Ingeniero Químico, Ph.D**

Co-director

**Diego Armando Muñoz Pinto
Ingeniero Químico**

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER

FACULTAD DE INGENIERÍAS FISICOQUÍMICAS

ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

BUCARAMANGA

2014

DEDICATORIA

En primera instancia doy gracias a Dios porque es quien me permite seguir adelante y me dio una excelente familia que me ha guiado por un buen camino.

A mis padres, María Graciela y Manuel Antonio, quienes con gran esfuerzo me han dado una grandiosa vida y me han apoyado incondicionalmente, por sus consejos, sus enseñanzas y su amor incomparable.

A mis hermanos, Patricia, Mauricio y Freddy por siempre estar pendientes de mí y por ser los mejores ejemplos a seguir.

A una personita súper especial, Luis Carlos, por su compañía, su apoyo, sus consejos, su empuje y ese gran amor que me ha brindado por tantos años.

A mi compañera de trabajo y amiga, Maritza, por su colaboración, paciencia, apoyo y esfuerzo.

A mis amigos que durante el paso por la universidad vivimos tantos momentos y superamos tantas etapas que siempre llevaré en el corazón.

A todos mil gracias, porque sin ustedes esto no habría sido posible.

Sandra Milena Cuervo Camargo

DEDICATORIA

Después de vivir innumerables cosas a lo largo de toda mi formación en la universidad por fin cumplí mi meta y esto fue gracias a Dios por darme la vida y bendecirme con esta experiencia mediante la cual me he ido formando como persona y profesional.

A mi papá, mis hermanos y mis sobrinos, por ser el motor de mi vida, por sus enseñanzas, su apoyo y su amor incondicional.

A mis dos angelitos, mi mamá porque cuando niña me enseñó a ser fuerte ante las adversidades y a luchar por mis sueños, a mi hermanito porque siempre estuvo orgulloso de mí y de mis logros.

A mi compañera y amiga Sandra Milena Cuervo por su amistad, paciencia y apoyo en todo momento.

A mis amigos de la escuela y de la universidad por todos los momentos vividos buenos o malos, nos hicieron crecer como personas e hicieron que se fortaleciera el lazo de amistad. Es difícil poder mencionarlos a todos pero lo que si les puedo decir es mil gracias y siempre los llevaré en el corazón.

Finalmente a mis grandes amigas Jessica y Paola por apoyarme siempre a pesar de la distancia.

Maritza Orozco Parra

AGRADECIMIENTOS

Los autores quieren expresar sus más sinceros agradecimientos a:

Al Dr. Dionisio Laverde Cataño y al Ing. Diego Armando Muñoz pinto, quienes con su apoyo y constante dedicación nos guiaron durante todo el desarrollo de este proyecto.

Al Grupo de Investigaciones en Corrosión – GIC, por su colaboración y acompañamiento durante los ensayos experimentales.

A los diferentes laboratorios del Parque Tecnológico Guatiguará por su colaboración en las pruebas realizadas.

Al profesor de la escuela de Ingeniería Metalúrgica, Custodio Vasquez, por su colaboración y guía en el desarrollo de este proyecto.

TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCIÓN.....	16
2. DESCRIPCIÓN METODOLÓGICA.....	21
2.1 MATERIAL BASE	22
2.2 DESCRIPCIÓN DE LOS ENSAYOS PRELIMINARES.....	22
2.3 DESCRIPCIÓN DEL DISEÑO EXPERIMENTAL	23
2.4 DESCRIPCIÓN DEL MONTAJE REALIZADO	24
2.5 DESCRIPCIÓN DETALLADA DEL PROCESO.....	25
2.5.1 Acondicionamiento de los cupones de incrustación de acero al carbono SA 516-Gr70	25
2.5.2 Adecuación del reactor tipo batch	25
2.5.3 Puesta en marcha del ensayo experimental	25
2.5.4 Desmonte y limpieza del reactor	25
2.5.5 Recolección de muestras del crudo y caracterización del mismo.....	26
2.5.6 Limpieza de los cupones	26
2.5.7 Análisis gravimétrico	26
2.5.8 Análisis mediante SEM – EDS.....	26
2.5.9 Análisis mediante DRX	26
3. ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	28
3.1 CARACTERIZACIÓN DEL CRUDO.....	28
3.2 RESULTADOS DE ENSAYOS GRAVIMÉTRICOS	30

3.3 ANÁLISIS DE VARIABLES DEL DISEÑO DE EXPERIMENTOS GRAVIMÉTRICOS.....	33
3.4 CARACTERIZACIÓN POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO SEM – EDS	36
3.5 CARACTERIZACIÓN POR DIFRACTOMETRÍA DE RAYOS X – DRX.....	40
4. CONCLUSIONES.....	43
5. RECOMENDACIONES.....	44
CITAS BIBLIOGRÁFICAS	45
BIBLIOGRAFÍA.....	48
ANEXOS	49

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Condiciones de operación de pruebas preliminares	22
Tabla 2. Diseño experimental.....	23
Tabla 3. Resultados obtenidos en el análisis hecho al crudo respecto al contenido de sal y asfaltenos.....	28
Tabla 4. Resultados de ganancia en masa obtenidos mediante técnica gravimétrica.....	31
Tabla 5. Análisis de varianza para ganancia en masa [g] (ANOVA)	34

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Descripción global de las etapas secuenciales realizadas durante el trabajo	21
Figura 2. Montaje experimental.....	24
Figura 3. Consumo del contenido total de sal en el crudo bajo los lineamientos de la norma ASTM D3230 respecto a la temperatura	29
Figura 4. Variación del porcentaje total de asfaltenos bajo los lineamientos de la norma ASTM D2007-80 respecto a la temperatura.....	29
Figura 5. Imagen de los cupones de incrustación antes y después de ser expuestos al crudo.....	30
Figura 6. Variación en masa de los cupones de acero al carbono a diferentes tiempos de exposición y temperaturas de operación	32
Figura 7. Diagrama de pareto de las variables operacionales.....	34
Figura 8. Gráfica de interacción para la ganancia en masa.....	35
Figura 9. Imagen SEM de la formación de capa y acumulación de partículas sobre la superficie del cupón a temperatura de 300°C.....	36
Figura 10. Imágenes SEM de los depósitos formados sobre la superficie del metal a) 220°C b) 260°C	38
Figura 11. Difractograma de los depósitos formados sobre la superficie del metal a tiempo de exposición de 35 h y temperatura de 300°C.....	40
Figura 12. Difractograma de los depósitos formados sobre la superficie del metal a tiempo de exposición de 25 h y temperatura de 220°C.....	41

LISTA DE ANEXOS

ANEXO A: Análisis EDS de los depósitos formados sobre la superficie del metal a 300°C Y tiempos de exposición de 25, 30 y 35 horas	49
ANEXO B: Análisis EDS de los depósitos formados sobre la superficie del metal a 260°C Y tiempos de exposición de 25, 30 y 35 horas	50
ANEXO C: Análisis EDS de los depósitos formados sobre la superficie del metal a 220°C Y tiempos de exposición de 25, 30 y 35 horas	51

RESUMEN

TÍTULO: ESTUDIO DEL ENSUCIAMIENTO GENERADO POR UN CRUDO PESADO COLOMBIANO SOBRE UN ACERO LA CARBONO BAJO CONDICIONES DE PRECALENTAMIENTO.*

AUTORES: SANDRA MILENA CUERVO CAMARGO
MARITZA OROZCO PARRA**

PALABRAS CLAVES: Ensuciamiento, temperatura, crudo pesado

DESCRIPCIÓN: El ensuciamiento se define como la acumulación de material orgánico, productos de corrosión, coque, partículas y otros depósitos sobre la superficie de transferencia de calor. Este fenómeno, disminuye la eficiencia térmica de los intercambiadores de calor, causando serios problemas en el procesamiento de crudo en refinerías. Factores como la temperatura, composición química del crudo y mecanismos como corrosión, reacciones químicas, cristalización, depósito de materiales insolubles y la precipitación intervienen en el ensuciamiento. Para el desarrollo del presente trabajo se utilizó un reactor tipo batch con sistema de agitación a una presión de operación de aproximadamente 340 psi, con el fin de realizar un estudio sobre ensuciamiento generado en una superficie metálica de un acero al carbono SA 516 Gr 70, variando el tiempo de exposición del material con un crudo pesado y la temperatura. Para evaluar la formación de depósitos sobre la superficie del metal se realizaron ensayos gravimétricos y la caracterización de los cupones mediante SEM-EDS, DRX y se determinó la variación en el contenido total de sal y asfaltenos en el crudo. Los resultados obtenidos mostraron ganancia en masa para todos los cupones expuestos al crudo y la presencia de compuestos inorgánicos como sales, óxidos de hierro, compuestos orgánicos y metales en los depósitos formados. La interacción entre la temperatura y el tiempo de exposición al crudo tiene gran influencia en la formación de depósitos en una superficie de transferencia de calor.

* Proyecto de grado. Modalidad Investigación.

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: Dionisio Laverde Cataño, Ingeniero Químico, Ph.D. Co-director: Diego Armando Muñoz Pinto, Ingeniero Químico.

ABSTRACT

TITLE: STUDY OF FOULING GENERATED BY COLOMBIAN HEAVY CRUDE OIL ON A CARBON STEEL SURFACE UNDER PREHEATING CONDITIONS.*

AUTHORS: SANDRA MILENA CUERVO CAMARGO
MARITZA OROZCO PARRA**

KEYWORDS: Fouling, temperature, heavy crude

DESCRIPTION: The fouling is defined as the accumulation of organic material, corrosion products, coke particles and other deposits on the heat transfer surface. This phenomenon decreases the thermal efficiency of heat exchangers, causing serious problems in the processing of crude oil in refineries. Factors such as the temperature, chemical composition of crude and the mechanisms as corrosion, chemical reactions, crystallization, deposit of insoluble materials and the precipitation are involved in the fouling. A batch stirred tank reactor, at an operating pressure of approximately 340 psi, was used in order to study of fouling generated on a SA 516 Gr 70 carbon steel surface, varying the exposure time and temperature of the material using heavy crude oil. To evaluate the formation of deposits on the metal surfaces, the coupons were characterized by gravimetric tests, SEM-EDS and DRX so as to determine the variation of total salt and asphaltenes content in crude oil. The results showed coupons exposed to oil gained mass and the presence of inorganic compounds such as salts, iron oxides, organic compounds and metals in formed deposits. The interaction between temperature and time of exposure to crude oil has great influence on the formation of deposits on a heat transfer surface.

* Degree Project. Research Mode.

** Faculty of Physical-chemical Engineering. School of Chemical Engineering. Director: Dionisio Laverde Cataño, Chemical Engineer, Ph.D. Co-director: Diego Armando Muñoz Pinto, Chemical Engineer.

INTRODUCCIÓN

En la actualidad existen más de 660 refinerías de petróleo en todo el mundo, que producen más de 85 millones de barriles de productos refinados del petróleo por día. Cada refinería tiene una estructura física definida, así como determinadas características operativas y una economía particular [1]. La estructura de estas refinerías y sus características de funcionamiento están determinadas principalmente por requisitos de calidad, normativa, estándares ambientales y las especificaciones con los requisitos del mercado para los productos refinados del petróleo [2,3].

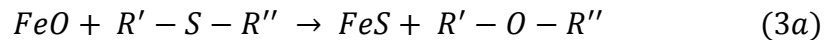
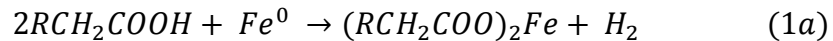
La conversión de petróleo en productos más valiosos implica muchas operaciones, tales como, destilación, craqueo catalítico, hidrotratamiento, etc. La primera etapa implica con frecuencia una columna de destilación atmosférica, a veces precedida por una columna pre-flash. A fin de proporcionar el fraccionamiento adecuado, la corriente de crudo debe ser alimentada en la columna de destilación atmosférica a aproximadamente 380°C. Con el objetivo de reducir el consumo de energía, el calor de las corrientes calientes de los productos secundarios y de recirculación se transfiere a la corriente de crudo en una serie de intercambiadores de calor, llamado tren de precalentamiento, el cual opera desde temperatura ambiente hasta alrededor de 300°C. El calentamiento final de la corriente de crudo se ejecuta en un horno antes de entrar a la columna [4]. Durante el funcionamiento del tren de precalentamiento, la eficacia térmica de los intercambiadores de calor disminuye debido a problemas en la superficie de transferencia de calor y, como consecuencia, aumenta los costos del combustible. Los grandes volúmenes de crudo procesado y el incremento en los costos de la energía han hecho que en las compañías petroleras den gran importancia al problema de la pérdida energética en el tren de precalentamiento [2]; por lo tanto, el presente estudio se enfoca en dicha unidad de proceso.

La mayor parte de los recursos de petróleo del mundo corresponden a hidrocarburos viscosos y pesados que son más costosos de producir y de refinar. Debido a la declinación en la producción de la mayoría de los yacimientos de petróleo convencionales, la atención de la industria en muchos lugares del mundo se está desplazando hacia la explotación de este tipo de crudo. Se define como crudo pesado aquel que tenga gravedad API < 20, viscosidad (10^3 a 10^6 cp) y contenga altas concentraciones de metales, sales, asfaltenos y contenido de azufre. Los crudos al ser calentados y transportados en los intercambiadores de calor producen un gasto energético debido a que se forma una capa por la acumulación de depósitos no deseados sobre la superficie de transferencia de calor, este fenómeno es conocido como fenómeno de ensuciamiento o fouling [5, 6,7]. Estos depósitos generan una reducción del área de flujo, causando un aumento de fricción y caída de presión en la superficie e interferencia en el proceso de producción [5,8,9].

El ensuciamiento en los intercambiadores de calor debido al paso de corrientes de crudo está relacionado con las propiedades de este fluido de alimentación tales como su naturaleza química, densidad, viscosidad, difusividad, entre otras. La naturaleza química, en particular, es un factor importante que afecta, en gran medida, la velocidad y el grado de ensuciamiento [10]; también influyen factores como: la presencia de catalizadores (FeS), la velocidad de flujo, la resistencia al ensuciamiento en función del tiempo, el acondicionamiento de la superficie y la temperatura [11], que según la mayoría de los estudios de ensuciamiento en refinerías de petróleo han informado de fuertes efectos del último factor mencionado dentro de un intercambiador [12,13]. Además, el ensuciamiento puede ser consecuencia de varios mecanismos, incluyendo reacciones químicas, corrosión, cristalización, depósito de materiales insolubles y la precipitación de materiales (en particular gomas de polímero y asfaltenos) a temperaturas superiores a 220°C. La parafina y el contenido de aromáticos del crudo, al igual que contaminantes tales como los óxidos de hierro y sulfuros de

hierro, pueden tener una influencia significativa en las tasas de precipitación [10,14].

La formación de sulfuro de hierro se produce mediante dos mecanismos diferentes dependiendo de la presencia o ausencia de oxígeno. Teniendo en cuenta el último caso mencionado, se presentan tres pasos en términos más simples que se muestran a continuación: en las ecuaciones 1a y 1b se describe la corrosión del hierro por los ácidos orgánicos (que se produce en la paredes de la tubería o en el equipo), la ecuación 2 corresponde a la descomposición térmica de las sales de ácido y las 3a, 3b a la descomposición de óxido de hierro con azufre orgánico o H₂S.



Estas reacciones pueden ocurrir en la superficie de transferencia de calor, lo que resulta en la acumulación de películas de FeS. Alternativamente, las reacciones 1b, 2 y 3b pueden ocurrir en el fluido, dando lugar a partículas de FeS que pueden depositarse posteriormente [15].

Los factores que influyen en el ensuciamiento por crudo son complejos y su interacción sigue siendo difícil de entender; además realizar un modelo detallado de las variaciones en la composición de la materia prima del crudo es arduo, lo que ha conllevado a la atracción y realización de estudios industriales y académicos en las últimas décadas acerca de este fenómeno [16].

Los depósitos pueden someterse a cambios estructurales en el tiempo que pueden afectar el comportamiento dinámico global del sistema. La exposición de la capa de suciedad de la pared a diferentes temperaturas durante periodos prolongados puede provocar transformaciones químicas que alteran la estructura y propiedades del depósito. Nelson *et al.*, [17], en sus primeros modelos de ensuciamiento por crudo describen el depósito inicial como el que implica un gel que cambia su estructura con el tiempo a un material más duro similar al coque.

T. R. Bott [18] sugieren que la precipitación de asfaltenos es la mayor contribución del crudo al ensuciamiento en el intercambiador de calor. La incompatibilidad de los asfaltenos con el crudo, ya sea a través de reacciones o de insolubilidad, causa la precipitación y la adherencia a las superficies de transferencia de calor. El paso de la corriente de petróleo por la pared caliente del intercambiador permite la carbonización que tendrá lugar con la formación de coque. Además, sugirió un mecanismo similar que implica resinas así como asfaltenos.

Watkinson and Hong [19] han demostrado que el ensuciamiento aumenta debido a un incremento en la temperatura de la superficie y disminuye con incrementos en la velocidad.

Un estudio similar fue presentado por Crittenden *et al.*, [20] en el cual observan que existe generalmente una temperatura mínima por debajo de la cual el ensuciamiento no seguirá adelante, y temperaturas superiores por encima de las cuales la tasa de depósito cae rápidamente con el aumento de la temperatura debido a los cambios en las reacciones químicas subyacentes.

Del mismo modo Macchietto, S *et al.*, [21] realizaron pruebas en un reactor discontinuo con micro-bomba (MBR) para evaluar el efecto que tiene la temperatura y el tiempo de residencia utilizando muestras de crudo en la formación y depósito de una fase sólida. Fueron tomados rangos de temperatura entre 280 y 390 °C y tiempos de residencia de hasta 24 horas. Se observó un

proceso de transformaciones químicas debido al calentamiento tanto en la fracción del crudo remanente en estado líquido y luego en depósitos sólidos. En el primero, los resultados indican que el crudo se hace cada vez más pesado, ya que se calienta, incluso en el extremo inferior del rango de temperatura donde no se observaron depósitos sólidos en el MBR. La cantidad de depósitos obtenidos en cada serie ha mostrado una fuerte dependencia con la temperatura y tiempo de residencia. Concluyeron que a temperaturas superiores a 280°C y largos tiempos de residencia, favorecen el depósito de sólidos.

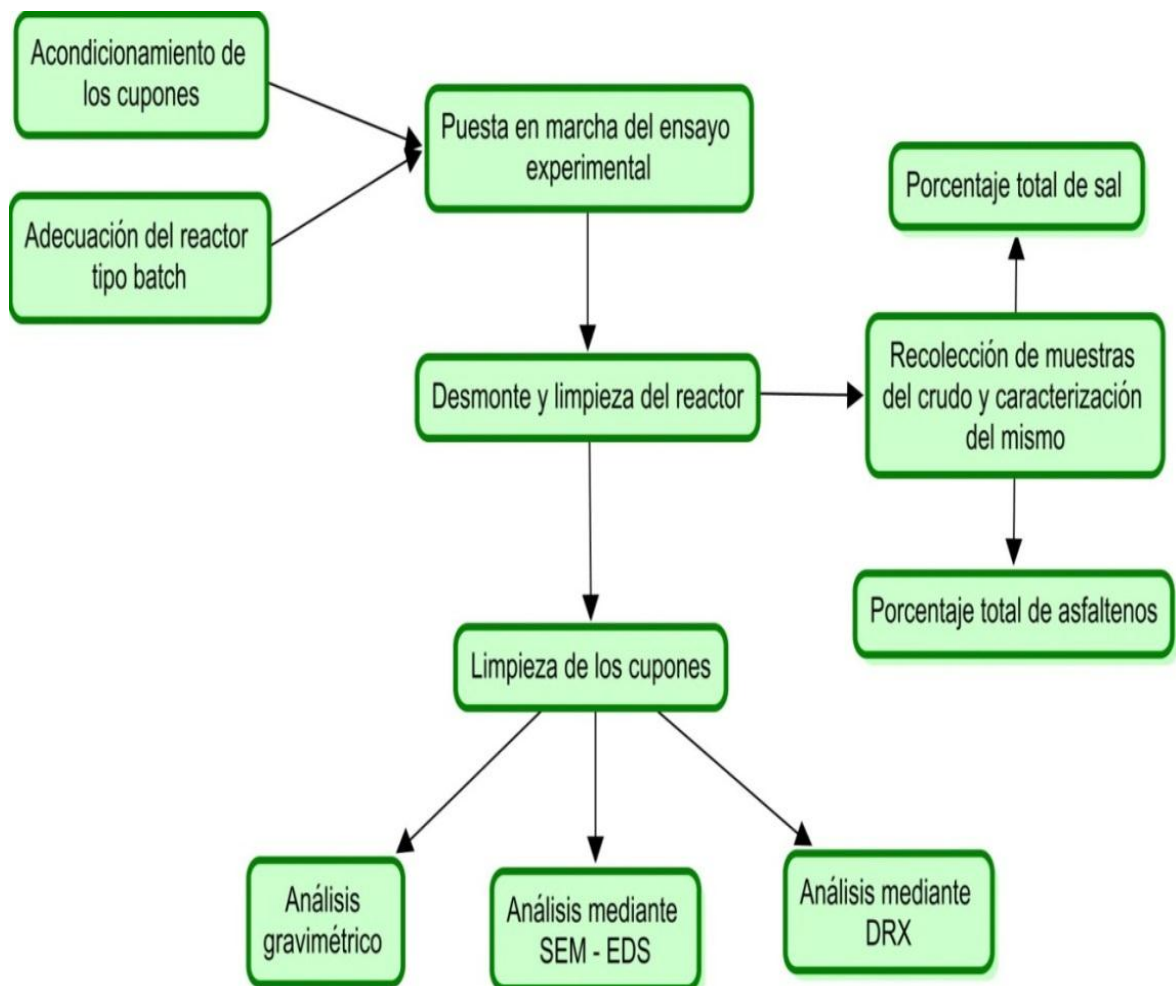
El presente trabajo está basado en el estudio del ensuciamiento causado por un crudo colombiano sobre un acero al carbono utilizando un reactor tipo batch con sistema de agitación para simular condiciones de precalentamiento. Se plantea como objetivo evaluar el efecto de la temperatura sobre el ensuciamiento generado en una superficie metálica variando el tiempo de exposición del material con el fluido de trabajo, analizando tanto el cupón expuesto como la composición del crudo. Finalmente, mediante técnicas gravimétricas, de microscopía y de difracción de rayos X, se concluirá si existe formación de depósitos sobre la superficie del cupón, al igual que cambios en el porcentaje total de sal y asfaltenos presentes en el crudo mediante la caracterización del mismo.

2. DESCRIPCIÓN METODOLÓGICA

El estudio del fenómeno del ensuciamiento se realizó en un reactor tipo batch con sistema de agitación, usando un crudo pesado colombiano sobre un acero al carbono.

La Figura 1 representa la metodología planteada para la realización del presente proyecto. Posteriormente, se explicarán cada una de las etapas que la componen (Sección 2.4).

Figura 1. Descripción global de las etapas secuenciales realizadas durante el trabajo.



2.1 MATERIAL BASE

El material de los cupones utilizados para la investigación fue el acero al carbono SA 516-Gr70 cuya composición en porcentaje en peso es 0,27%C; 1,20%Mn; 0,035%P; 0,035%S y 0,40%Si [26].

2.2 DESCRIPCIÓN DE LOS ENSAYOS PRELIMINARES

Las pruebas preliminares se hicieron con el fin de establecer y corroborar los parámetros de trabajo; se realizaron pruebas a diferentes condiciones, seguidas de su respectiva repetición para tener mayor certeza y poder fijar cuantitativamente los parámetros a utilizar, como la velocidad de agitación y la adecuación del cupón (número de lija a utilizar); además de las variables como la temperatura y el tiempo de exposición (tabla 1).

Tabla 1. Condiciones de operación de pruebas preliminares.

PRUEBA	CONDICIONES				
	Tiempo [Horas]	Temperatura [°C]	Presión [psi]	Velocidad de agitación [rpm]	Adecuación del cupón [# lija]
1	98	180	340	600	120
2	25	300	340	15	120
3	25	300	340	15	600

De acuerdo a las condiciones de operación en refinería, se usó una presión de operación de aproximadamente 340 psi. La prueba 1 se hizo con el fin de evaluar si a esas condiciones se producía el fenómeno del ensuciamiento, tomando la máxima velocidad de agitación proporcionada por el reactor y una temperatura media, puesto que el crudo se calienta desde la temperatura ambiente hasta alrededor de los 300°C en el tren de precalentamiento; debido a que no se obtuvo ensuciamiento en la pieza metálica a estas condiciones, se procedió a realizar la prueba 2 donde se redujo la velocidad de agitación y se aumentó la temperatura,

dado que a menor velocidad de agitación y mayor temperatura, aumenta la probabilidad de que aparezca depósitos sobre el metal; bajo estas condiciones se obtuvo ensuciamiento. De igual manera mediante las pruebas 2 y 3 se seleccionó la adecuación del cupón y se fijó su tiempo de secado a temperatura ambiente, dicho acero se acondicionó a lija 120 debido a que no hubo variaciones en el análisis gravimétrico con respecto al uso de la lija 600.

En general, la finalidad de realizar estas pruebas preliminares consistió en encontrar condiciones de ensuciamiento y, de esta forma, establecer las condiciones de trabajo.

2.3 DESCRIPCIÓN DEL DISEÑO EXPERIMENTAL

Las pruebas experimentales obedecen a un diseño de tipo 3^k . Del diseño experimental se obtienen 9 pruebas, utilizando tres puntos de experimentación por variable (tabla 2). Se realizaron repeticiones al azar.

Tabla 2. *Diseño Experimental.*

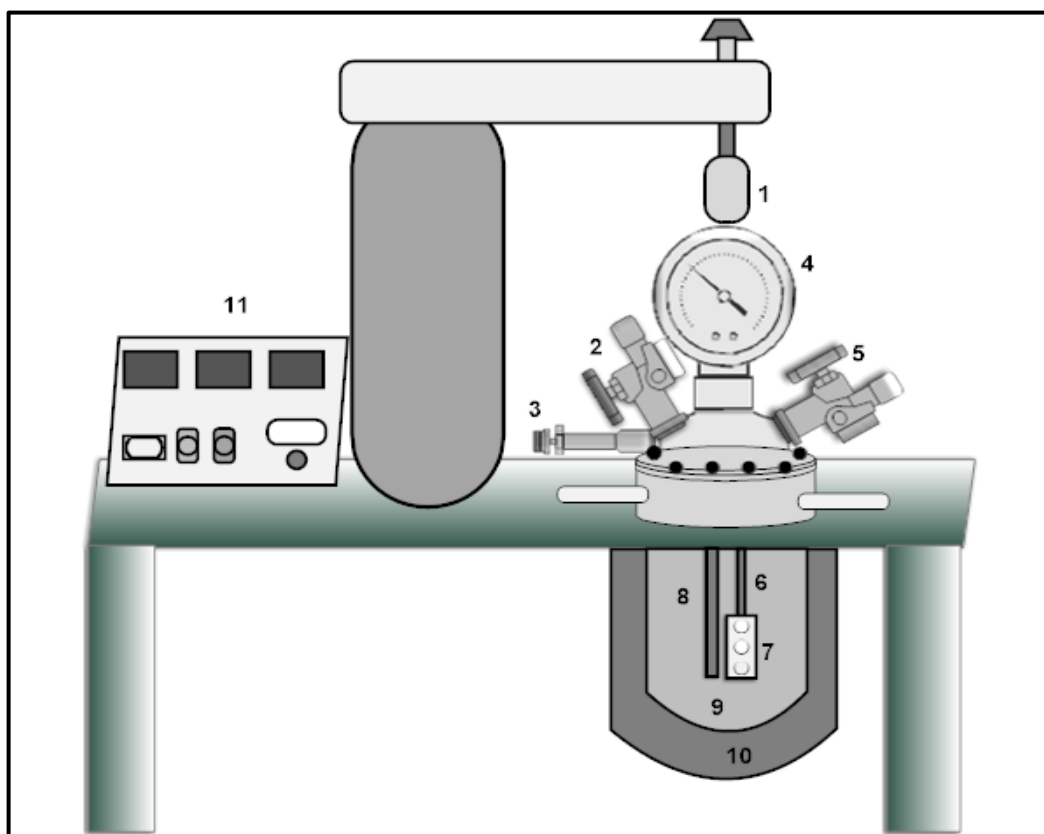
		Temperatura			
		Bajo	Medio	Alto	
		0 [220°C]	1 [260°C]	2 [300°C]	
Tiempo	Bajo	0 [25h]	(0,0)	(0,1)	(0,2)
	Medio	1 [30h]	(1,0)	(1,1)	(1,2)
	Alto	2 [35h]	(2,0)	(2,1)	(2,2)

Donde los puntos resaltados en color rojo fueron las pruebas que se repitieron.

2.4 DESCRIPCIÓN DEL MONTAJE REALIZADO

Para el desarrollo de las pruebas se llevó a cabo el montaje que se muestra en la figura 2.

Figura 2. Montaje experimental.



1. Unidad Magnética
2. Válvula de liberación de gas
3. Transductor de presión
4. Manómetro
5. Válvula de entrada de gas
6. Eje agitador
7. Porta cupones
8. Termocupla
9. Cilindro
10. Calentador
11. Controlador del reactor

2.5 DESCRIPCIÓN DETALLADA DEL PROCESO

2.5.1 Acondicionamiento de los cupones de incrustación de acero al carbono SA 516-Gr70

La superficie a evaluar no debe presentar raspaduras o variaciones en las condiciones de la superficie metálica original. Para ello se realizó el procedimiento de limpieza de los cupones según las normas NACE SP0775 -2013 [22] y ASTM G1 [23].

2.5.2 Adecuación del reactor tipo batch

Una vez estaban listos los cupones, se hizo la respectiva instalación en el porta cupones, de tal manera que quedaran totalmente inmersos en el crudo. El crudo se depositó antes de introducir los cupones en el reactor en un volumen que no superara las $\frac{3}{4}$ partes del total del cilindro. Se selló el reactor con un torque de 50 Lb/ft en los tornillos de sujeción y se instaló el sistema de enfriamiento al igual que los sistemas de control de presión, temperatura y velocidad de agitación para, posteriormente, establecer estas condiciones de operación en el tablero de control del reactor. Antes de dar inicio al ensayo experimental se realizó pruebas de fuga de nitrógeno y agua.

2.5.3 Puesta en marcha del ensayo experimental

El reactor fue puesto en funcionamiento bajo las condiciones de operación estipuladas y, una vez se estabilizó la temperatura en el punto de control, aproximadamente transcurridas 2 horas y media después de encendido el equipo, se dió inicio a la prueba. Se verificó que las condiciones de la prueba no variaran durante el desarrollo de la misma.

2.5.4 Desmonte y limpieza del reactor

Transcurrido el tiempo de prueba se apagó el equipo, se dejó enfriar hasta que la temperatura llegara a 100°C; en ese punto se despresurizó abriendo la válvula de

salida de gases, luego se dejó hasta que la temperatura llegara a 60°C y se procedió a hacer el respectivo desmonte; ese proceso duraba aproximadamente 2 horas y media. Los cupones se dejaron secar en el porta cupones a temperatura ambiente durante 2 horas y luego se limpió el reactor con varsol.

2.5.5 Recolección de muestras del crudo y caracterización del mismo

Para cada prueba se tomó una muestra de crudo del cilindro para hacerles su respectivo análisis de caracterización en el cual se cuantificaron las cantidades en porcentaje de sal y asfaltenos bajo los lineamientos de las normas ASTM D3230 [24] y ASTM D2007-80 [25], respectivamente.

2.5.6 Limpieza de los cupones

Se realizó de acuerdo a las normas NACE SP0775 -2013 [20] y ASTM G1 [23].

2.5.7 Análisis gravimétrico

Una vez limpios los cupones después de cada prueba, se pesaron para luego comparar esos pesos con los iniciales y poder verificar la ganancia en masa de los mismos. Se utilizó una balanza analítica AE240 de cuatro cifras decimales.

2.5.8 Análisis mediante SEM – EDS

Esta técnica se utilizó para estudiar la superficie del cupón e identificar la composición elemental de su ensuciamiento. Fue utilizado el microscopio electrónico de barrido de emisión de campo QUANTA FEG 650.

2.5.9 Análisis mediante DRX

Esta técnica se utilizó para identificar la formación de compuestos mayores, menores y trazas presentes en la muestra. Este análisis se le realizó a los cupones con el fin de conocer el nombre común de la sustancia, su fórmula química y sistema cristalino. Fue utilizado el Difractómetro de rayos-X marca

BRUKER modelo D8 DISCOVER con Geometría DaVinci, con incidencia rasante, cuyo ángulo de incidencia fue de 2°.

Mediante las técnicas de gravimetría, microscopía electrónica de barrido (SEM – EDS), difracción de rayos x (DRX) y la determinación del porcentaje total de sal y asfaltenos en el crudo, se evaluó el efecto de la temperatura sobre el ensuciamiento generado en una superficie metálica de acero al carbono SA 516 Gr 70 variando el tiempo de exposición con el fluido de trabajo.

3. ANÁLISIS DE RESULTADOS

3.1 CARACTERIZACIÓN DEL CRUDO

Se analizaron las muestras tanto de crudo inicial como las recolectadas después de cada prueba al tiempo mayor de exposición (35 horas) para observar la variación en el contenido de sal y asfaltenos respectivamente.

Tabla 3. Resultados obtenidos en el análisis hecho al crudo respecto al contenido de sal y asfaltenos.

Muestra	Salinidad [PTB] 25°C	Consumo salinidad [PTB]	Asfaltenos [%peso]	Variación Asfaltenos [%peso]
Pi	9,9	0	1,92	0
P1	6,50	3,4	2,48	0,56
P2	7,60	2,3	2,70	0,78
P3	7,70	2,2	4,19	2,27

Dónde:

Pi: Crudo inicial.

P1: Crudo remanente de la prueba realizada a temperatura de 220°C.

P2: Crudo remanente de la prueba realizada a temperatura de 260°C.

P3: Crudo remanente de la prueba realizada a temperatura de 300°C.

De acuerdo a los resultados presentados en la tabla 3, se calculó el consumo del contenido de sal y la variación del contenido de asfaltenos presentes en el crudo respecto al contenido inicial reportado, de esta forma se obtienen las figuras 3 y 4, respectivamente.

Figura 3. Consumo del contenido total de sal en el crudo bajo los lineamientos de la norma ASTM D3230 respecto a la temperatura.

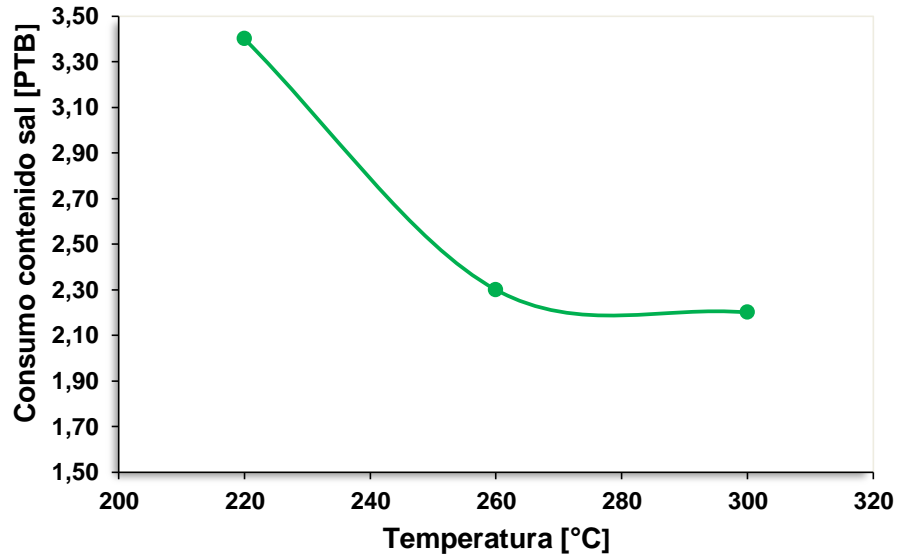
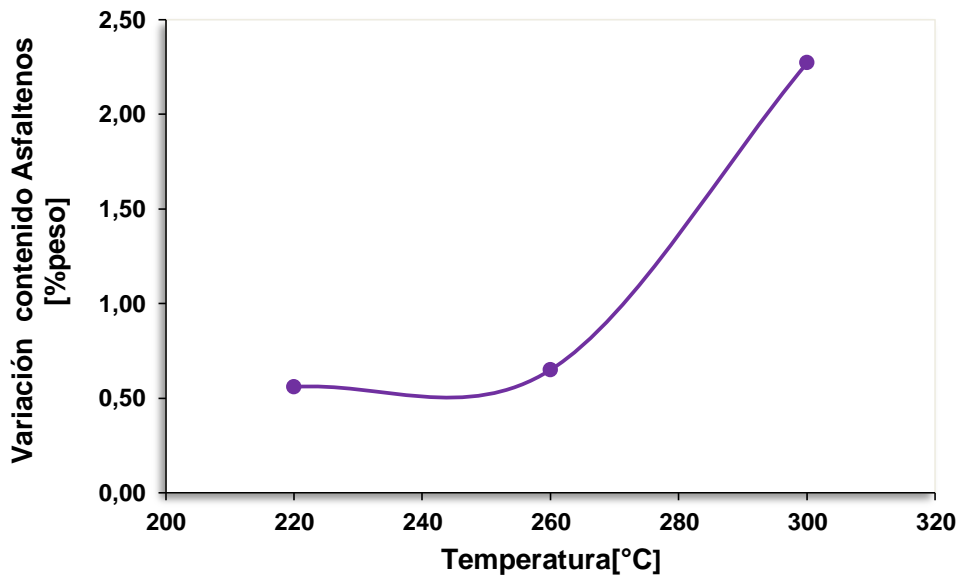


Figura 4. Variación del porcentaje total de Asfaltenos bajo el lineamiento de la norma ASTM D2007-80 respecto a la temperatura.



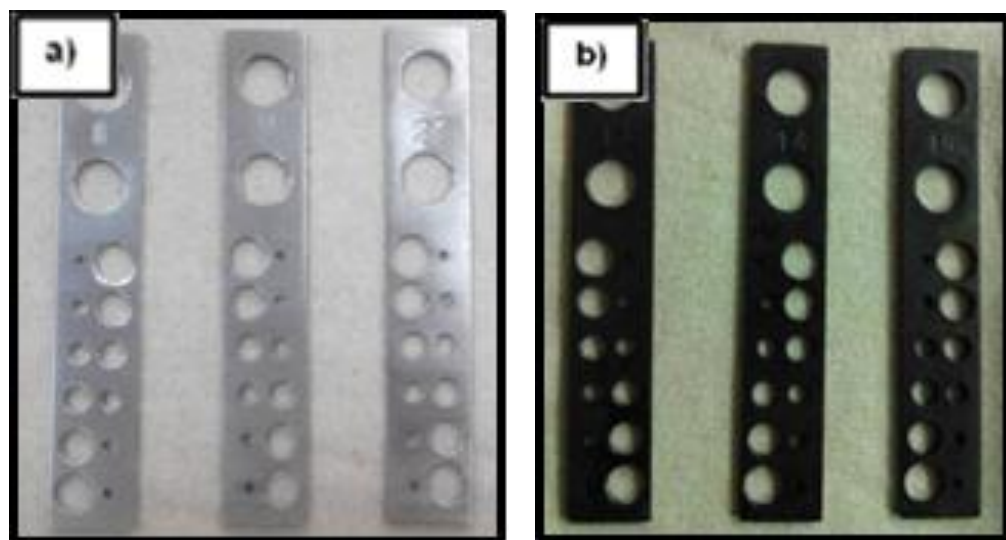
La diferencia entre el contenido de sal inicial y el obtenido en el análisis hecho al crudo es mayor cuando la temperatura es de 220°C, debido a que a esta

temperatura hay más precipitación de sales como cloruros de sodio, calcio y magnesio sobre la superficie del metal. Entre los 260°C y 300°C la variación es menor ya que en este rango de temperaturas otros compuestos diferentes a las sales cambian en el crudo. Por otro lado, la variación en el contenido de asfaltenos aumenta en mayor proporción cuando la temperatura se encuentra entre los 260 a 300°C, dado que un aumento en la temperatura afecta la solubilidad de los asfaltenos haciendo que estos se precipiten y depositen tanto en el crudo de prueba como en los cupones. Además, según estudios de Irwin A. Wiehe [27] los cambios en las condiciones termodinámicas del sistema, es decir, presión, temperatura y/o composición del crudo, son los responsables de que las resinas se transfieran a la fase líquida, por lo que los asfaltenos quedan en libertad de precipitarse.

3.2 RESULTADOS DE ENSAYOS GRAVIMÉTRICOS

La técnica gravimétrica se utilizó con el fin de determinar la ganancia en masa causada por el ensuciamiento sobre los cupones de acero al carbono y de esta forma, evidenciar la existencia de los depósitos.

Figura 5. Imagen de los cupones de incrustación antes y después de ser expuestos al crudo.



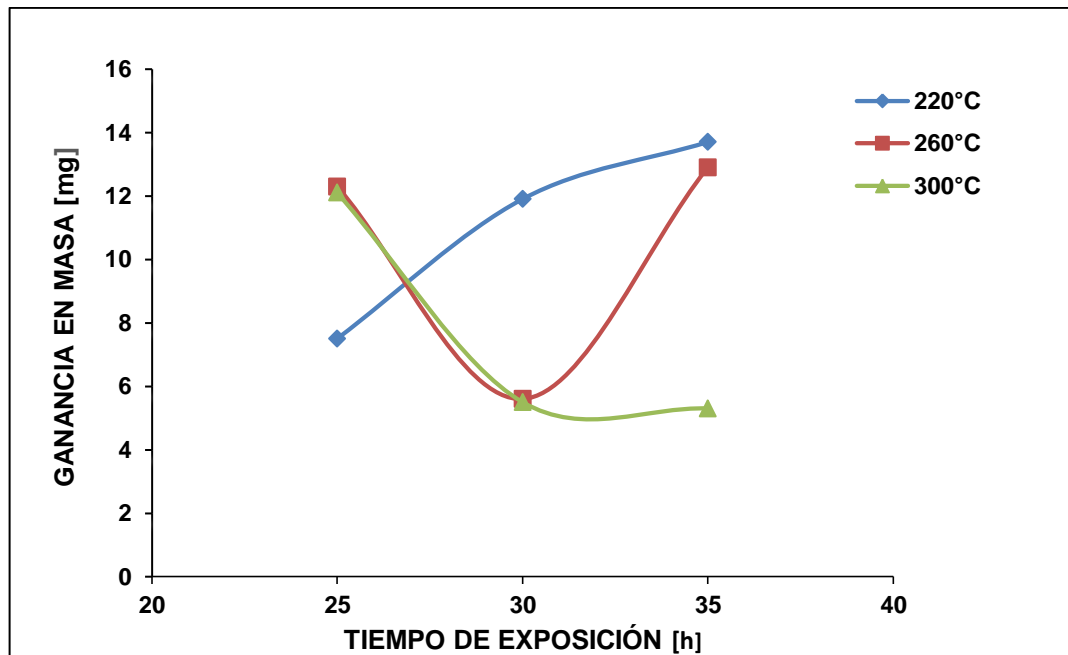
La figura 5 muestra los cupones antes y después de ser expuestos al crudo, estos son llamados cupones de incrustación debido a la presencia de huecos de diferentes tamaños por toda la superficie, con el fin de aumentar la probabilidad de que se acumulen depósitos sobre la pieza metálica. En la figura 5.b se observa la superficie de los cupones que tiene una apariencia de color oscuro debido a los depósitos formados y que, posteriormente fueron analizados por microscopia electrónica de barrido SEM – EDS y difracción de rayos x - DRX.

Tabla 4. Resultados de ganancia en masa obtenidos mediante técnica gravimétrica.

CONDICIONES 15rpm, 340psi	GANANCIA EN MASA(mg)		
	220°C	260°C	300°C
25h	7,5	12,3	12,1
30h	11,9	5,6	5,5
35h	13,7	12,9	5,3
25h	7,1	-	-
30h	-	5,3	-
35h	-	-	5,1

La tabla 4 muestra los resultados de los ensayos gravimétricos realizados a los cupones que obtuvieron mayor ganancia en masa en cada prueba al ser inmersos en el crudo pesado a diferentes condiciones de trabajo, donde los valores resaltados en rojo representan las pruebas que se repitieron. Se observa, en general, que el material presenta ganancia en masa durante todos los tiempos de exposición debido a la formación de depósitos de tipo orgánico e inorgánico sobre la superficie del material.

Figura 6. Variación en masa de los cupones de acero al carbono a diferentes tiempos de exposición y temperaturas de operación.



Como se observa en la figura 6, a la temperatura de 220°C la ganancia en masa aumenta a medida que se incrementa el tiempo de exposición debido a la formación de depósitos de tipo inorgánico como sales que se adhieren a la superficie del metal, lo cual se evidencia en la figura 3 en donde a esta temperatura el contenido de sal se reduce en comparación con el contenido total inicial reportado, demostrando por ende un consumo de la misma. Por otra parte, a los 260°C la ganancia en masa va disminuyendo de las 25 a 30 horas debido a que se está produciendo desprendimientos de los depósitos que se incrustan en la superficie del cupón, y de las 30 a 35 horas los nuevos depósitos formados se depositan sobre el metal haciendo que la ganancia en masa vuelva a incrementarse. A la temperatura mayor de prueba, la ganancia en masa con el transcurrir del tiempo va disminuyendo ya que los depósitos formados no se adhieren al cupón sino que se quedan en el crudo, además se establecen otros mecanismos diferentes de ensuciamiento, como la precipitación de asfaltenos en el crudo y las reacciones químicas lo cual es descrito por Crittenden *et al.*, [18] en

el cual observan que existe generalmente una temperatura mínima por debajo de la cual el ensuciamiento no seguirá adelante, y temperaturas superiores por encima de las cuales la tasa de depósito cae rápidamente con el aumento de la temperatura debido a los cambios en las reacciones químicas subyacentes y la precipitación de asfaltenos.

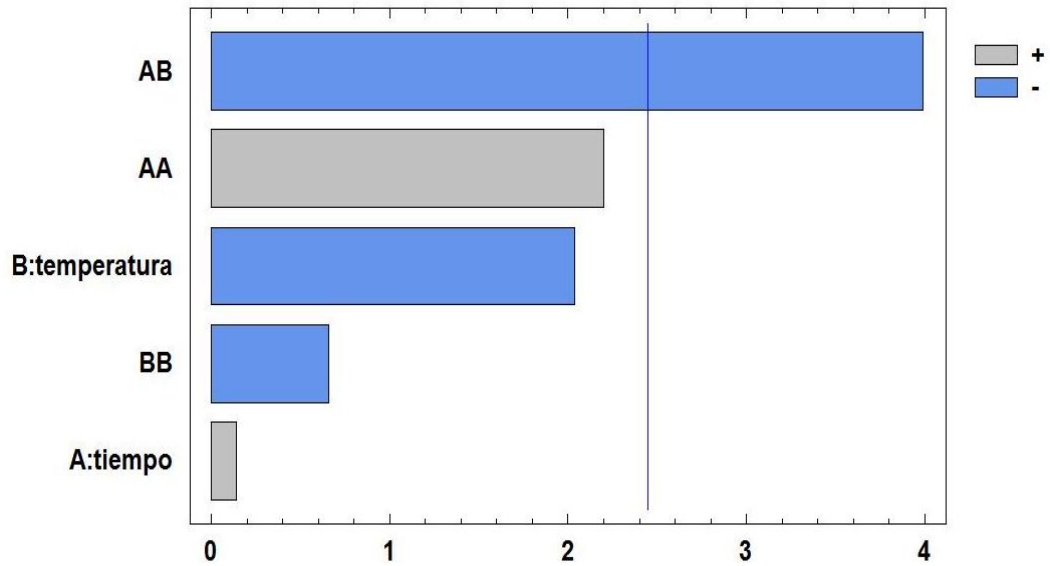
Otros estudios como los de Mengyan Yang *et al.*, [28] han encontrado que al aumentar el tiempo de exposición de la superficie de transferencia calor con el fluido de trabajo, aumenta el ensuciamiento, lo cual es observado en el incremento de la ganancia en masa a las 35 horas; sin embargo, aunque existe ganancia en masa ésta va disminuyendo a medida que aumenta la temperatura, debido a que como se ha dicho anteriormente, los compuestos tanto orgánicos como inorgánicos forman diferentes sustancias que al transcurrir el tiempo no se adhieren a la superficie del cupón sino que se quedan en el crudo, lo cual se puede evidenciar con el incremento en la variación del porcentaje de asfaltenos en el crudo mostrado en la figura 4. Otro factor influyente es la disposición del cupón en el porta cupones, dado que esta era vertical.

Este resultado se asemeja a los obtenidos por Osamah A. *et al.*, [29] en donde según estudios realizados, afirman que existe dos tipos de ensuciamiento predominante: el inorgánico y el orgánico; además, deducen que bajo condiciones típicas, tales como cambios en la temperatura o composición, puede producirse un aumento en la precipitación de asfaltenos.

3.3 ANÁLISIS DE VARIABLES DEL DISEÑO DE EXPERIMENTOS GRAVIMÉTRICOS

La ganancia en masa relacionada en la figura 6 se analizó por medio de un software estadístico con el fin de establecer una correlación entre los datos tiempo de exposición del material con el crudo y la temperatura. La variable dependiente es la ganancia en masa [mg] y las variables independientes tiempo de exposición [h] y temperatura [°C].

Figura 7. Diagrama de Pareto de las variables operacionales.



En la figura 7 se muestra el análisis de Pareto utilizando los datos de la tabla 4 obtenidos mediante el ensayo gravimétrico. Este diagrama permite comparar los efectos de las variables independientes sobre la dependiente para mostrar cuál tiene un efecto más significativo. Se observa que la interacción tiempo – temperatura es estadísticamente más significativa sobre la ganancia en masa que el tiempo y la temperatura por separado.

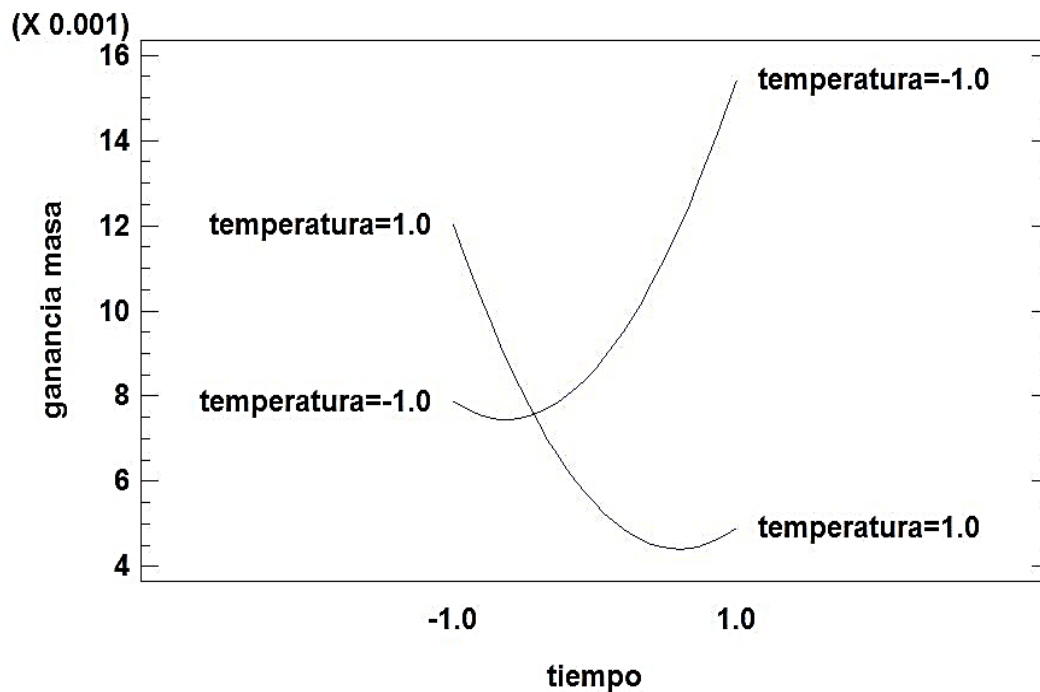
Tabla 5. Análisis de Varianza para ganancia en masa [g] (ANOVA)

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
A:tiempo	9,075E-8	1	9,075E-8	0.02	0.8925
B:temperatura	1,896E-5	1	1,896E-5	4.15	0.0878
AA	2,214E-5	1	2,214E-5	4.85	0.0700
AB	7,267E-5	1	7,267E-5	15.90	0.0072
BB	1,971E-6	1	1,971E-6	0.43	0.5356
Error total	2,742E-5	6	4,570E-6		
Total (corr.)	1,356E-4	11			

- R-cuadrado = 79.8 %
- R-cuadrado (ajustado por G.I – Grados de libertad) = 62.93 %
- Error estándar del estimado. = $2,14 \times 10^{-3}$
- Error absoluto medio = $1,17 \times 10^{-3}$

La tabla 5 muestra que el único factor que tiene valor $-P$ menor a 0.05 es la fuente AB, lo que indica que es significativamente diferente de cero con un nivel de confianza del 95%, lo que está en concordancia con el diagrama de Pareto (Figura 7). El estadístico R-Cuadrado indica que el modelo propuesto simula el 79.77% de la variabilidad en ganancia en masa de los datos obtenidos experimentalmente. El estadístico R-cuadrado ajustado, que es más adecuado para comparar modelos con diferente número de variables independientes, es 62.93%. El error estándar del estimado muestra que la desviación estándar de los residuos es $2,14 \times 10^{-3}$. El error medio absoluto (MAE) de $1,17 \times 10^{-3}$ es el valor promedio de los residuos.

Figura 8. Gráfica de interacción para la ganancia en masa.

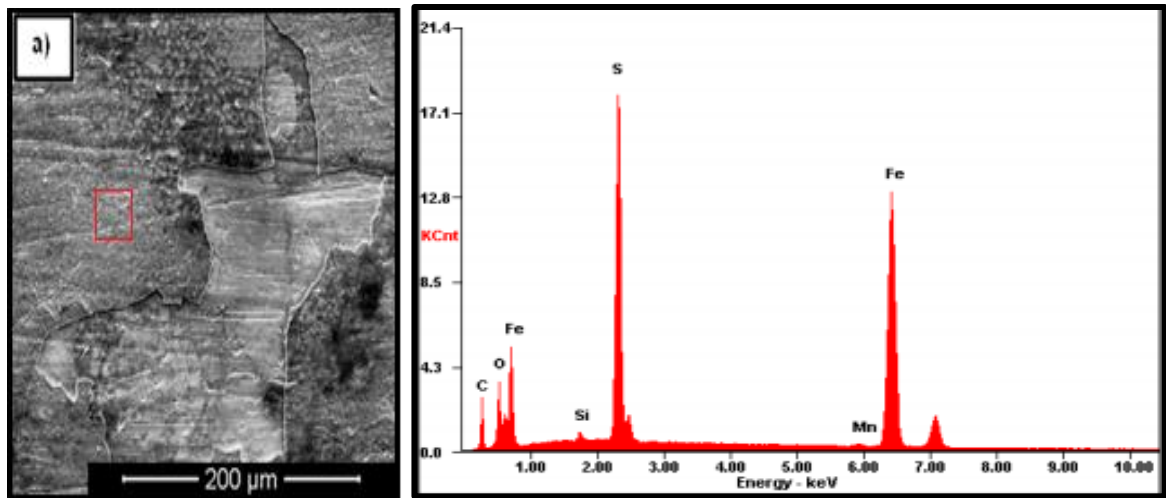


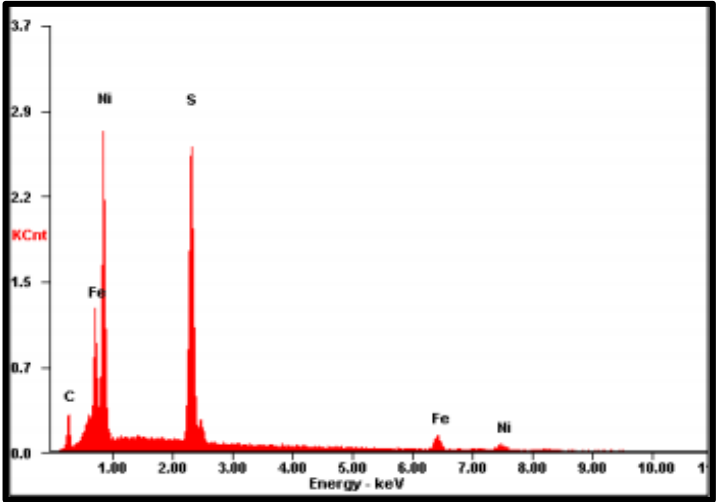
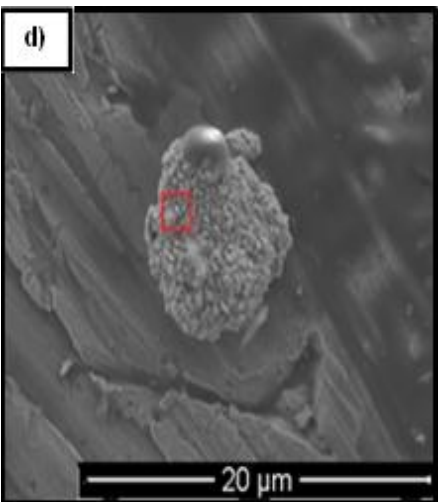
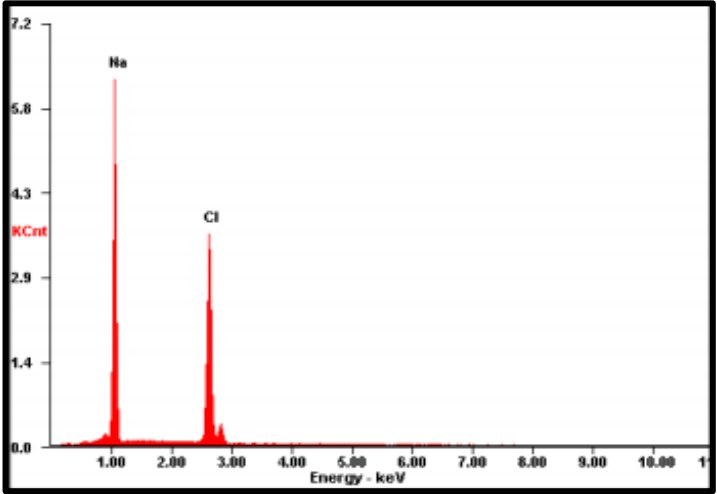
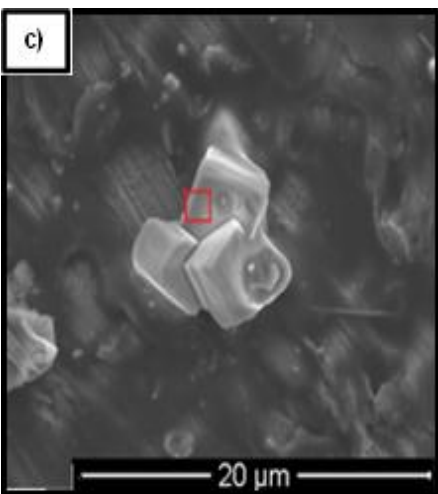
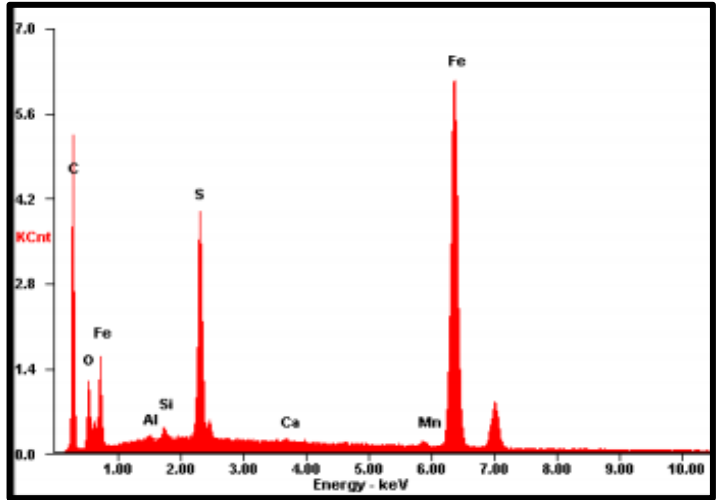
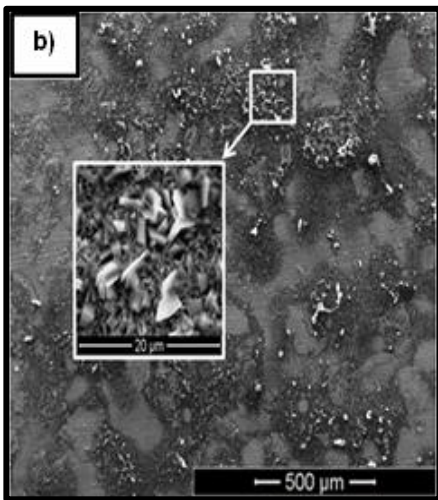
La figura 8 muestra que cuando se trabaja al menor tiempo de exposición, la ganancia en masa es mayor en el extremo superior de la temperatura y en el caso contrario, cuando se trabaja al mayor tiempo de exposición, la ganancia en masa es mayor en el extremo inferior de la temperatura; lo que evidencia la interacción entre las dos variables.

3.4 CARACTERIZACIÓN POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO SEM – EDS

La técnica de microscopia electrónica de barrido fue aplicada a los cupones expuestos al crudo pesado a temperaturas de 220°C, 260°C y 300°C durante 25, 30 y 35 horas. Estas muestras se analizaron basándose en los resultados obtenidos en el análisis gravimétrico de donde se escogieron los cupones con mayor ganancia en masa de cada prueba.

Figura 9. Imagen SEM de la formación de capa y acumulación de partículas sobre la superficie del cupón a 300°C.

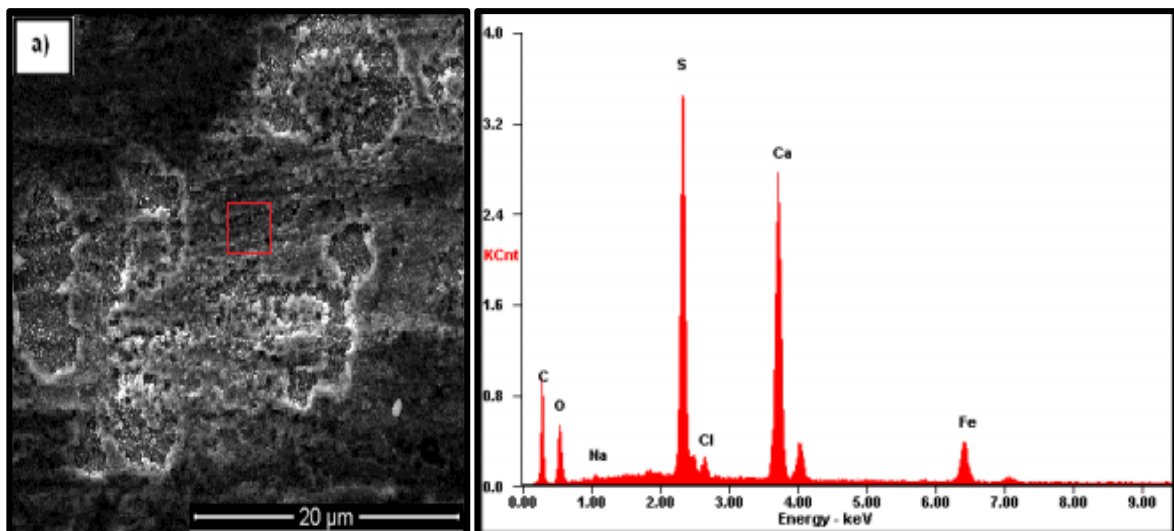


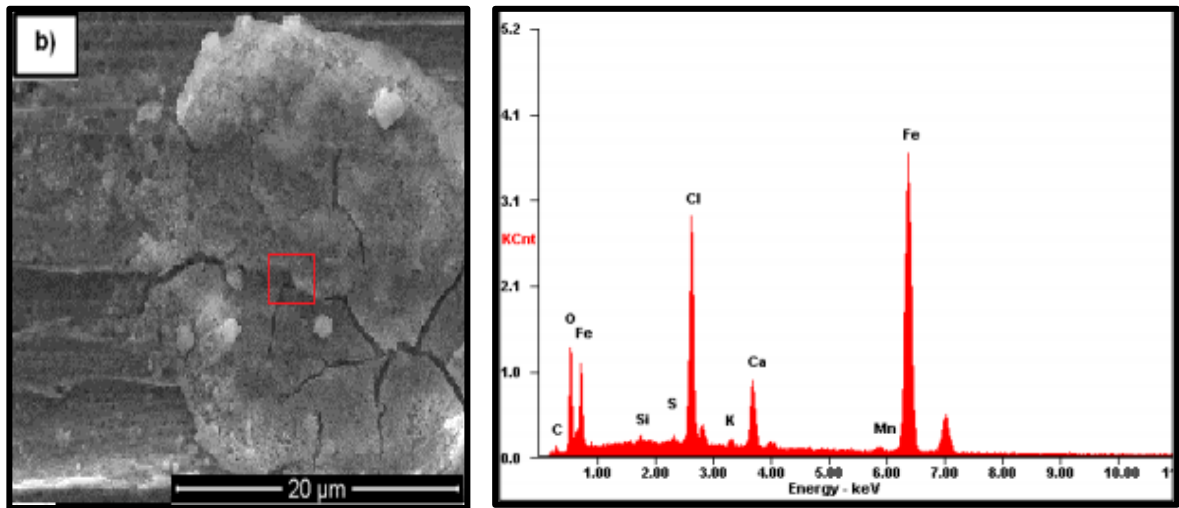


En la figura 9 se muestran las micrográficas electrónicas tomadas al cupón a una temperatura de 300°C. La figura 9.a muestra la formación de una capa no homogénea sobre la superficie del metal y por lo tanto permite apreciar las líneas de desbaste procedentes de la limpieza mecánica anteriormente realizada a la pieza metálica. Adicionalmente en el análisis EDS los elementos que se encontraron en mayor porcentaje fueron Fe y S.

En la figura 9.b se puede apreciar la acumulación de partículas cuya composición tiene principalmente S y Fe, lo que indica la presencia de FeS; además, en un análisis más detallado mostrado en las figuras 9.c y 9.d se corrobora la formación de depósitos en forma de cristales y otros con apariencia granular adheridos a la superficie del metal que según el análisis EDS realizado, el cual se muestra en las figuras correspondientes, arroja como resultado la presencia de Na, Cl, S, Fe, Ni, V, O y C en mayor porcentaje, elementos que surgen de las reacciones que ocurren en las superficies de transferencia de calor, siendo ésta una de las causas del fenómeno del ensuciamiento.

Figura 10. Imágenes SEM de los depósitos formados sobre la superficie del metal a) 220°C b) 260°C.





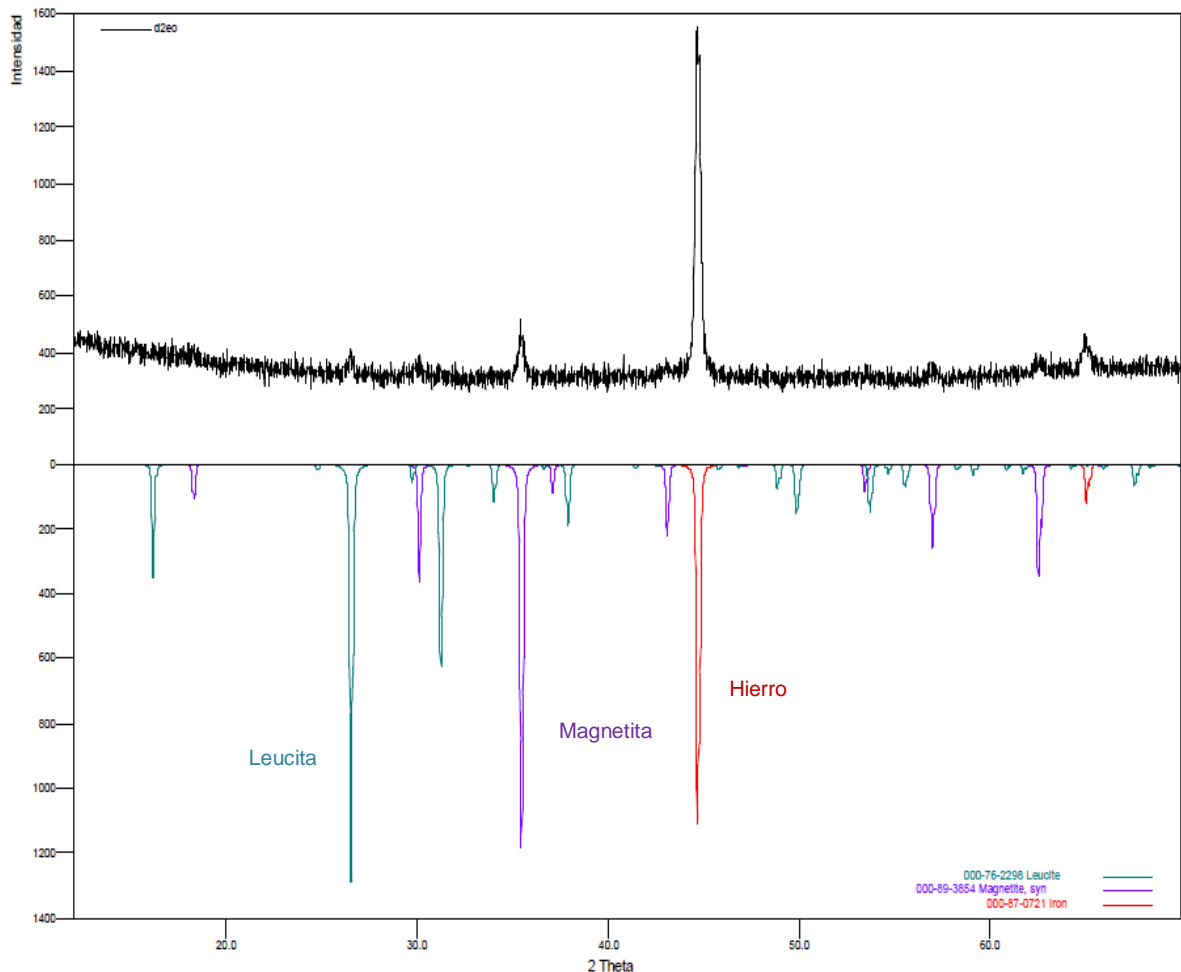
De los resultados obtenidos en los análisis SEM – EDS realizados a los cupones, se observa mejor las características de los depósitos formados en las micrografías a la temperatura de 300°C mostrados en la figura 9, sin embargo a las temperaturas de 220 y 260°C también se encontraron depósitos con elementos similares a los encontrados a la temperatura de 300°C, como se enseñan en la figura 10.a y 10.b

El análisis EDS muestra la presencia de C que se encuentra de manera significativa en los depósitos formados, lo cual se debe a la presencia de material orgánico debido a la precipitación del mismo. De forma similar se observan varios compuestos de tipo inorgánico como metales, Fe y S, estos dos últimos provienen de compuestos como sales y óxidos de hierro, lo cual indica que el mecanismo de ensuciamiento predominante es por formación de sulfuro de hierro. Es importante aclarar que la presencia de algunos elementos encontrados se puede atribuir a que estos forman parte de la composición química del metal. Como se ha descrito en varias investigaciones como las de W. Wang and A.P Watkinson [30] quienes observaron que a temperaturas por encima de 260°C se produce corrosión sulfídica y los compuestos concentrados de azufre, podrían reaccionar con el hierro del material de la superficie de calentamiento y con el del crudo para

generar sulfuro de hierro. Este sulfuro es un componente fundamental de los depósitos formados en la superficie del intercambiador de calor.

3.5 CARACTERIZACIÓN POR DIFRACTOMETRÍA DE RAYOS X – DRX

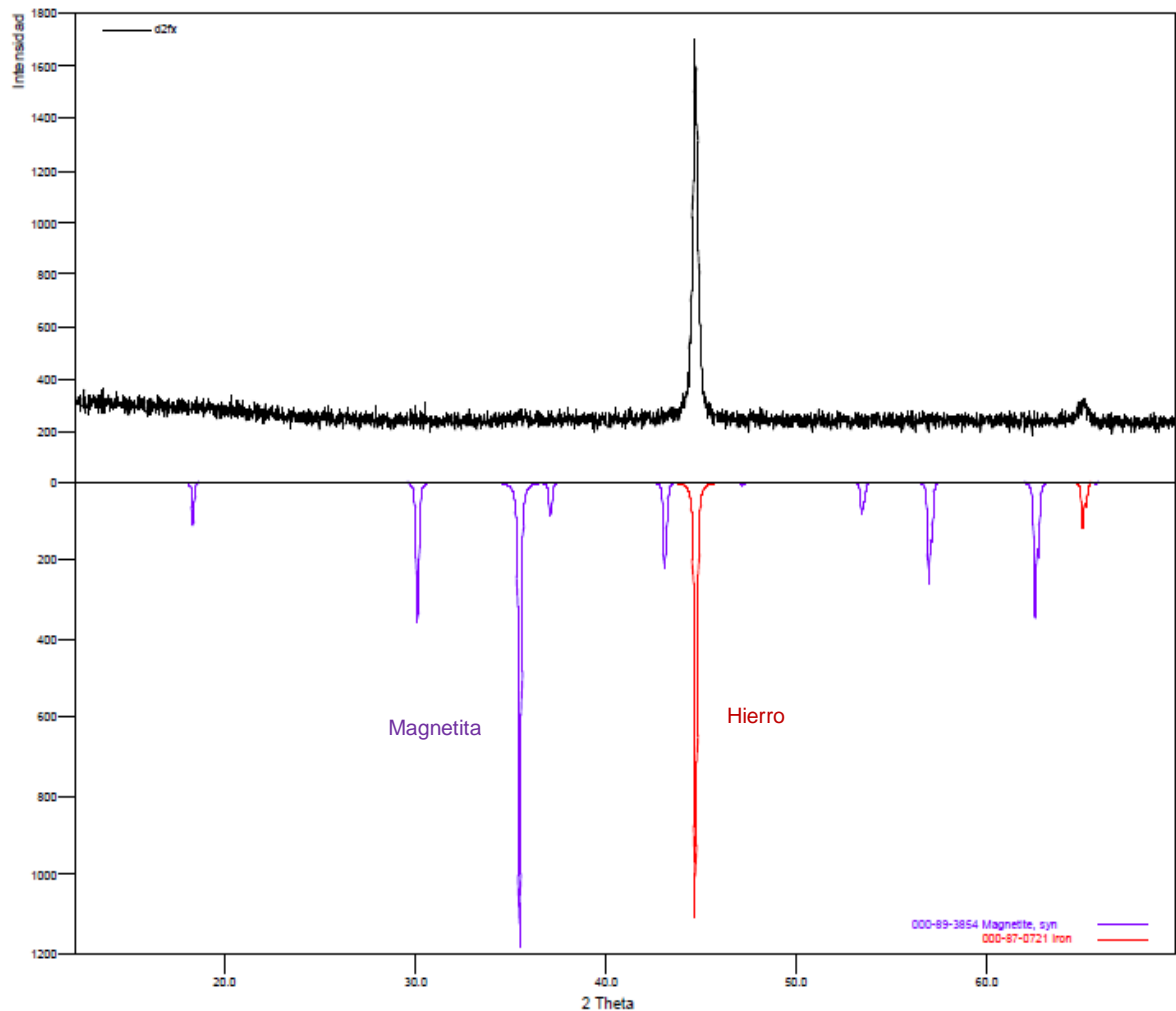
Figura 11. Difractograma de los depósitos formados sobre la superficie del metal a tiempo de exposición de 35 h y temperatura de 300°C.



Para este análisis se utilizó la técnica de difracción de rayos X con incidencia rasante, la cual se usa para caracterizar materiales depositados que forman capas delgadas sobre la superficie, eliminando la contribución de información relacionada al metal. Las fases cristalinas que se encontraron en el análisis

cualitativo fueron: Hierro (Fe), Magnetita (Fe_3O_4) y Leucita (KAlSi_2O_6) mostradas en la figura 11.

Figura 12. Difractograma de los depósitos formados sobre la superficie del metal a tiempo de exposición de 25 h y temperatura de 220°C.



En la figura 12 se encontraron las mismas fases mencionadas anteriormente a excepción de la leucita. En la literatura no se han reportado estudios acerca del ensuciamiento que estas fases generan en la superficie de los intercambiadores de calor usados en refinerías de petróleo; sin embargo, la formación de estas fases se atribuyen a los análisis hechos a los cupones mediante la técnica SEM –

EDS en donde se encontraron elementos como Si, Al y K que hacen parte de la composición química de la leucita, además de Fe y O en la magnetita.

Mediante esta técnica no fue posible caracterizar los depósitos formados por compuestos como sales y sulfuro de hierro debido a que la capa formada sobre el metal no es homogénea, lo cual dificulta el análisis de este tipo de estructuras, dado que el haz del difractómetro incide sobre toda la superficie del metal mientras que el análisis EDS permite hacerlo de forma puntual en diferentes zonas de la pieza metálica.

4. CONCLUSIONES

1. Mediante la simulación del precalentamiento de un crudo pesado en un reactor tipo batch con sistema de agitación se obtuvo ganancia en masa de los cupones y variación en el porcentaje total de sal y asfaltenos en el crudo después de cada prueba, evidenciándose la formación de depósitos sobre la superficie del metal; lo cual se atribuye al fenómeno de ensuciamiento.
2. El análisis de variables y los ensayos gravimétricos demuestran la influencia de las variables de trabajo e indican que el tiempo y la temperatura, cada una por separado, no son tan significativas en la ganancia en masa como lo es la interacción entre éstas.
3. Por medio de las técnicas utilizadas se comprobó la existencia de formación de depósitos de tipo inorgánico como cristales de sal, óxidos de hierro como la magnética y silicatos como la leucita, también de tipo orgánico como los asfaltenos que contienen cantidades significativas de carbono, azufre, oxígeno, además de metales como níquel y vanadio, entre otros, sobre el acero al carbono SA 516 Gr 70.

5. RECOMEDACIONES

- Desarrollar diferentes métodos de limpieza de los cupones luego de las pruebas.
- Evaluar el efecto de otras variables como la velocidad de agitación y la composición del crudo.

CITAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] BETHESDA, M. Introducción a la refinación del petróleo y producción de gasolina y diésel con contenido ultra bajo de azufre. The international council on clean transportation. ICCT (2011), p.42.
- [2] MÜLLER-STEINHAGEN, H; MALAYERI, M and WATKINSON, A. Heat Exchanger Fouling: Environmental Impacts. Heat Transfer Engineering (2009). 30:10-11, p.773-776.
- [3] JUN, Y; LEE, K and ISLAM, S. Z. Fouling Reduction Characteristics of a No-Distributor-Fluidized-Bed Heat Exchanger for Flue Gas Heat Recovery. Heat Transfer Engineering (2008). 29:9, p.822-829.
- [4] JOANA L. et al., Fouling Management in Crude Oil Preheat Trains Through Stream Split Optimization (2009). P 1587.
- [5] YOUNG-CHULL, A and LEE, J. Characteristics of Air-Side Particulate. Fouling Materials in Finned-Tube Heat Exchangers of Air Conditioners, Particulate Science and Technology: An International Journal (2005), vol 23, p.297-307.
- [6] SHILLING, R. Fouling and Uncertainty Margins in Tubular Heat Exchanger Design: An Alternative, Heat Transfer Engineering (2012). 33:13, p.1094-1104.
- [7] U.B Deshannvar, M.S .Rafeen, M. Ramasamy and D. Subarao. Crude Oil Fouling. A review. Journal of Applied Sciences. Tronoh, Malasya. Vol 10 (2010), p.3167 – 3174.
- [8] NELSON et al., Impact of Deposit Ageing on Thermal Fouling: Lumped Parameter Model. Published on behalf of the AIChE. DOI 10.1002/aic, AIChE Journal (2010). Vol. 56, No. 2. p 531-545.

- [9] KUKULKA, D and MOHAN, D. Fouling surface finish evaluation. *Applied Thermal Engineering* 27 (2007), p.1165–1172.
- [10] KUMANA, J; POLLEY, G and ISHIYAMA, E. Improved Energy Efficiency in CDUs through Fouling Control. AICHE Spring Meeting, San Antonio, Texas (2010). Paper No. 99a.
- [11] WILSON, D; POLLEY, G and PUGH, S. Mitigation of Crude Oil Preheat Train Fouling by Design, *Heat Transfer Engineering* (2002), 23:1, p.24-37.
- [12] SMAI"LI, F; VASSILIADIS, V and WILSON, D. Mitigation of Fouling in Refinery Heat Exchanger Networks by Optimal Management of Cleaning. Department of Chemical Engineering, Pembroke Street, Cambridge (2001), p. 1038-1056.
- [13] SHADI, W. Heavy crude oil viscosity reduction and rheology for pipeline transportation. *Fuel* 89 (2010), p.1095-1100.
- [14] ISHIYAMA, E et al., Management of Crude Preheat Trains Subject to Fouling, *Heat Transfer Engineering* (2013), 34:8-9, p.692-701.
- [15] WANG, W and WATKINSON, A.P. Iron Sulphide and Coke Fouling from Sour Oils: Review and Initial Experiments. Department of Chemical and Biological Engineering. The University of British Columbia (2011), p.23-30.
- [16] MOZDIANFARD, M and BEHRANVAND, E. A field study of fouling in CDU preheaters at Esfahan refinery. *Chemical Engineering Department, Applied Thermal Engineering* (2013), p.908-917.
- [17] NELSON et al., Impact of Deposit Aging and Surface Roughness on Thermal Fouling: Distributed Model. Published on behalf of the AIChE. DOI 10.1002/aic, *AIChE Journal* (2010). Vol. 56, No.12, p. 3257-3273.
- [18] T. R. Bott. *Fouling of Heat Exchangers*. Elsevier Science & Technology Books (1995). P 189.

- [19] WATKINSON AND HONG. Precipitation and Fouling in Heavy Oil–Diluent Blends. Heat Exchanger Fouling and Cleaning VII (2007), Article 6, p.23-31.
- [20] CRITTENDEN, B.D et al., Fouling in crude oil preheat exchangers. Trans Inst. Chem. En grs. 70 (1992), Part A, p.547-557.
- [21] MACCHIETTO, S et al. Fouling in Crude Oil Preheat Trains: A Systematic Solution to an Old Problem, Heat Transfer Engineering (2011), 32:3-4, p.197-215.
- [22] NACE RP0775-2013 Standard practice preparation, installation, analysis and interpretation of corrosion coupons in oilfield operations.
- [23] ASTM G1-03-2011 Standard practice for preparing, cleaning, and evaluating corrosion test specimens.
- [24] ASTM D2007-80 standard procedure for separating asphaltenes from crude oils.
- [25] ASTM D3230 Standard Test Method for Salts in Crude Oil (Electrometric Method) 2013.
- [26] ASTM A516 / A516M – 10. Standard Specification for Pressure Vessel Plates, Carbon Steel, for Moderate- and Lower-Temperature Service.
- [27] Irwin A. Wiehe .Asphaltenes Solubility and Fluid Compatibility. . Energy & fuels Vol 26 (2012) p.4004-4016.
- [28] MENGYAN Yang et al. Modelling fouling induction periods. International Journal of Thermal Sciences. Vol 51 (2012) p, 175-183.
- [29] OSAMAH A. et al., Heavy Crude Oil Viscosity Reduction and the Impact of Asphaltene Precipitation. Energy&fuels Vol 27 (2013) p. 7267-7276.
- [30] W. WANG AND A.P WATTKINSON. Deposition Sour Heavy Oil under Incipient Coking Conditions: Effects of Surface Material and Temperature. Heat Exchanger Fouling and Cleaning (2013).

BIBLIOGRAFÍA

MÜLLER-STEINHAGEN, H; MALAYERI, M and WATKINSON, A. Heat Exchanger Fouling: Environmental Impacts. Heat Transfer Engineering (2009). 30:10-11, p.773-776.

SMAI"LI, F; VASSILIADIS, V and WILSON, D. Mitigation of Fouling in Refinery Heat Exchanger Networks by Optimal Management of Cleaning. Department of Chemical Engineering, Pembroke Street, Cambridge (2001), p. 1038-1056.

T. R. Bott. Fouling of Heat Exchangers. Elsevier Science & Technology Books (1995). P 189.

WANG, W and WATKINSON, A.P. Iron Sulphide and Coke Fouling from Sour Oils: Review and Initial Experiments. Department of Chemical and Biological Engineering. The University of British Columbia (2011), p.23-30.

WANG, W AND WATTKINSON, A.P. Deposition Sour Heavy Oil under Incipient Coking Conditions: Effects of Surface Material and Temperature. Heat Exchanger Fouling and Cleaning (2013).

WATKINSON AND HONG. Precipitation and Fouling in Heavy Oil–Diluent Blends. Heat Exchanger Fouling and Cleaning VII (2007), Article 6, p.23-31.

ANEXOS

Los anexos A, B y C muestran un promedio del porcentaje en peso de los elementos presentes en los depósitos formados sobre cada cupón.

ANEXO A: *Análisis EDS de depósitos a una temperatura de 300°C y tiempos de exposición de 25, 30 y 35 horas*

%Wt Elemento	Cupón N° 9 25horas	Cupón N° 6 30horas	Cupón N° 20 35horas
C	20.67	25.90	11.11
O	12.39	08.20	08.37
Fe	26.57	48.60	58.31
Si	00.14	02.13	01.84
S	23.59	11.22	16.29
Ca	04.67	01.62	00.00
Ni	16.57	2.03	3.83
Na	07.47	00.00	00.00
Cl	07.70	00.00	00.25
Mg	00.03	00.00	00.00
Cr	04.85	00.00	00.00

ANEXO B: *Análisis EDS de los depósitos formados sobre la superficie del metal a 260°C Y tiempos de exposición de 25, 30 y 35 horas.*

%Wt Elemento	Cupón N° 24 25horas	Cupón N° 11 30horas	Cupón N° 23 35horas
C	11.46	40.83	14.19
O	16.80	11.86	11.70
Fe	23.04	23.14	18.59
Si	04.23	02.43	08.49
S	02.07	06.16	01.56
Ca	12.31	02.23	00.23
Ni	00.00	08.60	00.00
Al	02.38	02.11	01.21
K	04.55	02.09	00.08
Mn	00.08	00.29	00.00
Na	03.15	00.09	07.71
Cl	19.31	00.04	24.63
Mg	00.59	00.05	03.51
Cr	00.00	00.08	00.00
Sr	00.00	00.00	00.11
Ba	00.00	00.00	04.16
Zn	00.00	00.00	00.27
Ti	00.03	00.00	00.38
V	00.00	00.00	00.05

ANEXO C: *Análisis EDS de los depósitos formados sobre la superficie del metal a 220°C Y tiempos de exposición de 25, 30 y 35 horas.*

%Wt Elemento	Cupón N° 18 25horas	Cupón N° 25 30horas	Cupón N° 25 35horas
C	43.29	38.25	50.35
O	15.51	02.60	10.07
Mg	00.42	00.40	03.74
Si	07.45	00.16	05.53
S	03.56	00.73	03.10
K	00.51	00.13	00.00
Ca	05.34	00.06	02.08
Mn	00.19	00.73	00.19
Fe	17.13	57.34	19.75
Na	01.37	00.00	00.00
Cl	00.53	00.00	00.95
Ba	01.45	00.00	00.00
Al	02.99	00.00	00.07
Ti	00.15	00.00	00.00
Zn	00.11	00.00	00.00
Cu	00.00	00.00	04.16