

Evaluación del rompimiento de sistemas O/S/W mediante el uso de ilmenita y un agente químico.

Aura Viviana Santos Rodriguez y Luis Leonardo Moreno López

Trabajo de Grado para optar al título de Ingeniero Químico
Modalidad investigación

Director

Ph.D. Ronald Alfonso Mercado Ojeda

Codirector

Ing. Sergio Felipe Mejía Campos

Universidad Industrial de Santander
Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas
Escuela de Ingeniería Química
Bucaramanga

2025

Dedicatorias

A Dios, primeramente, por permitirme estar donde estoy y darme salud y sabiduría para poder alcanzar todas mis metas propuestas.

A mis padres Fabian Moreno y Claudia López, por su gran apoyo en todo momento, esfuerzo y dedicación, y siempre querer verme bien y darme mucho amor y motivación en este largo camino, y este logro más que mío es de ustedes. También a mi hermana Karen Moreno que fue mi compañía en este largo camino hasta lograr esta meta.

A toda mi familia, por siempre guiar mi camino hacia un mejor futuro y ser esa compañía incondicional, infinitas gracias por todo. A mis tíos que han sido un pilar fundamental para lograr esta meta, que siempre me han apoyado de todas las maneras posibles.

A Viviana Santos que es mi compañera de vida y la persona que siempre está para mí en todo momento de dificultad en este largo camino y que siempre me impulso por seguir adelante y lograr esta meta juntos.

Y a todos mis amigos que formaron parte de todo este proceso desde el primer momento y a los que fueron llegaron durante este largo camino, que fueron un gran impulso para nunca decaer y pasar buenos momentos.

Luis Moreno.

A Dios por haberme iluminado, dado fortaleza y sabiduría para enfrentar y poder cumplir mis metas y sueños.

A mis padres Mauricio Santos y Zoraida Rodriguez, quienes han sido mi mayor ejemplo de esfuerzo, dedicación y amor incondicional. gracias por su amor inagotable, por sus consejos e innumerables sacrificios realizados para apoyarme en este sueño. Su constante motivación y apoyo diario fueron fundamentales en este camino. Este logro es para ustedes.

A mis hermanas Sandra, Diana, Olga, Juliana, Isa y Oscar Mauricio (QEPD), a ustedes gracias por haberme brindado su apoyo incondicional, su compañía y sus palabras de aliento en este camino tan importante. Cada uno de ustedes han sido una fuente de fortaleza y motivación en este logro.

A ti, Luis Moreno, por ser mi compañero de vida y de tesis, gracias por siempre estar para mí, motivándome a seguir adelante y brindándome palabras de aliento en los momentos más difíciles. Tu apoyo incondicional, tu paciencia y motivación fueron pilares fundamentales en este camino. Gracias por soñar conmigo, por compartir conmigo tantas horas de trabajo, aprendizaje y superación. Este logro que hoy celebramos es para ambos.

A mis amigos, en especial a Mayra, Majo, Álvaro, Kevin (QEPD) y los demás compañeros que se volvieron amigos en este pasar de la universidad. Gracias a ustedes por su sincera amistad, por los momentos de alegría y por el apoyo brindado en cada paso de este camino. Su compañía hizo de este viaje una experiencia más llevadera y significativa.

Viviana Santos.

Agradecimientos

A la universidad Industrial de Santander, por brindarnos la oportunidad y los recursos necesarios para formarnos profesionalmente, permitiendo la culminación de esta sueño y meta.

Al grupo de investigación FIRST y GRM, por su invaluable apoyo y colaboración durante todo el proceso de desarrollo de este proyecto.

Al profesor Ronald Mercado, por ser un guía clave y apoyo fundamental en este proceso. Su paciencia, dedicación y brindarnos su conocimiento han sido pilares esenciales en el desarrollo de esta investigación. Agradecemos profundamente su compromiso y motivación en esta etapa de nuestro camino académico.

Al ing. Sergio Mejía, por su valiosa colaboración, paciencia, dedicación y orientación en el desarrollo de esta investigación. Gracias por su compromiso, disposición, esfuerzos y el tiempo dedicado.

A nuestra familia, por darnos un apoyo incondicional y siempre motivándonos a salir adelante sin importar las adversidades.

A nuestros profesores de la carrera, quienes han sido un pilar esencial en nuestra formación académica. Su dedicación y disposición para compartir sus conocimientos y enseñanzas por la ingeniería química.

A nuestros amigos y personas cercanas, que nos han acompañado durante el crecimiento profesional y personal. Gracias por los momentos compartidos dentro y fuera de la universidad.

Luis Moreno y Viviana Santos.

Tabla de contenido

Introducción	14
1. Objetivos	16
1.1. Objetivo general	16
1.2. Objetivos específicos	16
2. Marco conceptual	17
2.1. Emulsiones	17
2.1.2. Tipos de Emulsiones	17
2.1.3. Estabilidad de emulsiones	18
2.2. Agentes tensioactivos	19
2.2.1. Clasificación de surfactantes	20
2.3. Ilmenita	21
2.4. Comportamiento de fases Winsor	23
3. Estado del arte	24
4. Metodología	26
4.1. Materiales	26
4.2. Descripción Experimental	27
4.3. Desarrollo experimental	28
4.3.1. Fase 1: Formulación de emulsiones O/W	28
4.3.2. Fase 2: Desestabilización de los sistemas	29

4.3.2.1. Etapa 1: Adición de sólido y agente químico.	29
4.3.2.2. Etapa 2: Agitación.	31
4.3.2.3. Etapa 3: Separación líquido/líquido.	31
4.3.2.4. Etapa 4: Medición de la concentración remanente.	31
4.3.2.5 Etapa 5: Medición del tamaño de gotas.	32
4.3.3 Fase 3: Comparación de los rendimientos de desestabilización de sistemas O/S/W.	32
5. Resultados	34
5.1. Formulación del sistema a analizar.	34
5.2. Desestabilización usando el método I: método combinado.	36
5.3. Desestabilización usando el método II: método por separado.	38
5.4. Comparación del método I y método II.	42
5.5. Concentración óptima para tratamiento de aguas de producción.	45
6. Conclusiones	46
Referencias bibliográficas	48

Lista de tablas

Tabla 1. Parámetros utilizados para la preparación de emulsiones.....	29
Tabla 2. Propiedades fisicoquímicas de la Ilmenita.....	30
Tabla 3. Propiedades fisicoquímicas del Span 20.....	30

Lista de figuras

Figura 1. Tipos de emulsiones.	18
Figura 2. Tipos de inestabilidad en emulsiones.	19
Figura 3. Estructura molecular general de un agente tensioactivo.	20
Figura 4. Clasificación de surfactantes según su carga.	21
Figura 5. Estructura cristalina Ilmenita.....	22
Figura 6. Clasificación tipos de Winsor.	23
Figura 7. Diagrama del proceso experimental.	26
Figura 8. Formulación en Winsor I.	28
Figura 9. Barrido espectral UV-Vis a distintas concentraciones de crudo.....	33
Figura 10. Regresión lineal: concentración crudo – absorbancia.	33
Figura 11. Evaluación del comportamiento de fases del sistema crudo/salmuera.	34
Figura 12. Comportamiento de la viscosidad del sistema en función del tiempo.	35
Figura 13. Rendimiento de la desestabilización del método I en función de la concentración de Span 20.	37
Figura 14 A y B. Resultados obtenidos postratamiento método I. A: Rompimiento y sedimentación, B: Precipitación parcial de la ilmenita.	38
Figura 15. Tamaño de gotas utilizando el método I.....	38
Figura 16. Rendimiento de la desestabilización del método II.....	40
Figura 17 A y B. Resultados obtenidos postratamiento método II. A: concentración a 1500 ppm Span, B: concentración a 2000 ppm Span.	40
Figura 18. Tamaño de gotas con solo adición de colas de ilmenita método II.	41

Figura 19. Tamaño de partícula con aplicación de Span, postratamiento con colas de ilmenita, método II.....	42
Figura 20. Rendimiento en función de la masa de ilmenita para método I y II a una concentración de 1000 ppm.	43
Figura 21. Rendimiento en función de la masa de ilmenita para método I y II a una concentración de 1500 ppm.	44
Figura 22. Rendimiento óptimo método I.....	46
Figura 23. Rendimiento óptimo método II.	46

Glosario

Acuífero: formación geológica que almacena y permite el flujo de agua subterránea.

Agua connata: agua subterránea retenida en los poros de las rocas sedimentarias desde su formación geológica, generalmente rica en sales y minerales debido a su largo confinamiento.

Anfifilo: compuesto o molécula que presenta características tanto hidrofílicas como hidrofóbicas, permitiendo la interacción con ambientes acuosos y lipídicos.

Comportamiento de fases Winsor: son los distintos tipos de equilibrio que pueden presentarse en sistemas formados por agua, aceite y surfactante. Se clasifican en tres categorías principales: Winsor I, en donde la microemulsión es de aceite en agua; Winsor II, con microemulsión de agua en aceite; y Winsor III, que consiste en una fase intermedia bicontinua en equilibrio con fases separadas de agua y aceite.

Cremado: proceso en emulsiones donde la fase dispersa se aglomera y forma una capa superficial, facilitando la separación de las fases líquidas, generalmente ocurre por sedimentación debido a la diferencia de densidad.

Fase rutilo: forma cristalina del dióxido de titanio (TiO_2), empleada como catalizador en reacciones químicas durante procesos de tratamiento de aguas de producción.

Fisisorción: proceso de adsorción en el que las moléculas se adhieren a una superficie mediante las fuerzas de van de Waals, sin cambios significativos en su estructura química.

Heterofloculación: proceso de desestabilización de emulsiones debido a la coagulación de flóculos y/o agregados sobre la superficie de un sólido, permitiendo la formación de gotas y posterior sedimentación y/o adsorción sobre el sólido adsorbente.

Roca ígnea: roca formada a partir del enfriamiento y solidificación del magma o lava, caracterizada por su origen volcánico.

Separación líquido-líquido (L/L): técnica de separación en la que se emplean dos o más disolventes inmiscibles entre sí, para la separación de sustancias que presentan diferente solubilidad en los disolventes implicados.

Tensioactivo: son moléculas anfifílicas que contienen una parte hidrofílica y otra hidrofóbica. Estas moléculas tienden a ubicarse en la interfase de fluidos con distintos grados de polaridad, como en las interfaces aceite-agua o aire-agua, reduciendo así la tensión superficial de un líquido.

TIF (Tensión Interfacial entre Fluidos): fuerza por unidad de longitud interfacial la cual es tangencial a la interfase entre fluidos y permite la formación de un área efectiva de contacto.

WOR (Water Oil Ratio): relación volumétrica entre el agua y petróleo en una emulsión, utilizadas para la formulación de emulsiones O/W.

Yacimiento: acumulación natural de recursos minerales o hidrocarburos en la corteza terrestre.

Resumen

Título: Evaluación del rompimiento de sistemas O/S/W mediante el uso de ilmenita y un agente químico.*

Autor: Aura Viviana Santos Rodriguez, Luis Leonardo Moreno López **

Palabras clave: Ilmenita, Emulsiones O/W, Recobro mejorado de petróleo, Rendimiento de desestabilización.

Descripción: El agotamiento de reservas convencionales ha impulsado el uso de técnicas de recobro mejorado en la industria petrolera, como la inyección de agua con surfactantes para optimizar la recuperación de crudo. Sin embargo, el uso de surfactantes en el recobro mejorado de crudo genera emulsiones que dificultan el tratamiento y la calidad del agua de producción. Por esta razón, con el objetivo de evaluar el rompimiento de sistemas O/S/W mediante el uso de ilmenita y un agente químico, se formularon emulsiones O/W estabilizadas por dodecibenceno sulfonato de sodio (SDBS), representativas de aguas de producción con comportamiento de fases tipo Winsor I. Posteriormente, se realizaron ensayos de rompimiento del sistema, empleando ilmenita como agregado sólido y Span 20 como agente químico. Para ello, se implementaron dos enfoques: el método I como el tratamiento simultáneo y el método II, donde se aplican de forma separada, primero ilmenita y luego el Span 20. Por último, se logró un rendimiento de ruptura para el sistema. El método I mostró un rendimiento superior, alcanzando hasta un 72% de rendimiento de ruptura a 1500 ppm, con una notable reducción del contenido de crudo del sistema. Por otro lado, el método II fue menos eficaz, logrando la ruptura del sistema solo a 2000 ppm. Por su parte, el tratamiento sólo con ilmenita posee la capacidad de desestabilizar estos sistemas hasta en un 67% de rendimiento de ruptura, mientras que el Span 20 promueve la desestabilización de la emulsión, favoreciendo la coalescencia y la separación entre las fases, lo que permite potenciar el efecto de la ilmenita. Finalmente, el uso combinado de ilmenita y Span 20 en el tratamiento de emulsiones O/W mejora significativamente el rendimiento en la ruptura de estos sistemas, lo que representa una opción para el tratamiento de aguas de producción.

*Trabajo de grado

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: Ph.D. Ronald Alfonso Mercado Ojeda. Codirector: Ing. Sergio Felipe Mejía Campos.

Abstract

Title: Evaluation of the breakup of O/S/W systems using ilmenite and a chemical agent. *

Author(s): Aura Viviana Santos Rodriguez, Luis Leonardo Moreno López **

Key words: Ilmenite, O/W emulsions, Enhanced oil recovery, Destabilization performance.

Description: The depletion of conventional reserves has prompted the use of enhanced recovery techniques in the oil industry, such as surfactant water injection to optimize oil recovery. However, the use of surfactants in enhanced oil recovery generates emulsions that hinder the treatment and quality of production water. For this reason, in order to evaluate the breakdown of O/S/W systems using ilmenite and a chemical agent, O/W emulsions stabilized by sodium dodecylbenzene sulfonate (SDBS) were formulated, representative of produced waters with Winsor I type phase behavior. Subsequently, system breakdown tests were performed, using ilmenite as solid aggregate and Span 20 as chemical agent. For this, two approaches were implemented: method I as the simultaneous treatment and method II, where first ilmenite and then Span 20 are applied separately. Method I showed superior performance, reaching up to 72% breakthrough yield at 1500 ppm, with a notable reduction in the crude content of the system. On the other hand, method II was less effective, achieving system breakthrough only at 2000 ppm. On the other hand, treatment with ilmenite alone has the ability to destabilize these systems up to 67% breakup performance, while Span 20 promotes emulsion destabilization, favoring coalescence and separation between the phases, which allows enhancing the effect of ilmenite. Finally, the combined use of ilmenite and Span 20 in the treatment of O/W emulsions significantly improves the breaking performance of these systems, which represents an option for the treatment of production waters.

*Degree Work.

**Faculty of Physicochemical Engineering. School of Chemical Engineering. Director: Ph.D. Ronald Alfonso Mercado Ojeda. Co-director: Engr. Sergio Felipe Mejía Campo.

Introducción

La producción de combustibles en la industria petrolera se ha visto afectada por el agotamiento de las reservas convencionales de yacimientos petrolíferos. A raíz de esto, el incremento continuo en la demanda global de crudo ha impulsado una serie de innovaciones tecnológicas en los procesos de recuperación (Martínez-Martín et al., 2016). En particular, las técnicas de recobro mejorado se han consolidado como una alternativa para modernizar los procesos de recuperación del petróleo. En ese sentido, en Colombia se ha implementado métodos mejorados de recobro; entre estas técnicas, destaca la inyección de agua con tensioactivos, los cuales permiten reducir la tensión interfacial entre el agua y el crudo, facilitando así la liberación del crudo residual en las formaciones rocosas de los acuíferos (Castro et al., 2010). Además, los surfactantes empleados en el proceso de recobro de crudo pueden generar sistemas estables como emulsiones y micro emulsiones, afectando tanto la eficiencia del recobro como el tratamiento de los efluentes.

Las emulsiones se forman en diversas etapas del proceso de producción de hidrocarburos, tales como en los equipos de bombeo en fondo y superficie, y durante el almacenamiento y procesamiento del crudo. Aunque la mayor parte se origina al inyectar esta agua al yacimiento, específicamente cuando se emplean surfactantes en los procesos de recobro mejorado. Estos compuestos químicos disminuyen la tensión interfacial (TIF) entre el agua y el petróleo, facilitando la formación de sistemas inestables de emulsiones, donde el crudo actúa como fase interna dispersa en un ambiente acuoso estabilizado por la presencia de surfactantes (Hernández et al., 2018a).

Las aguas de producción se originan a partir de la extracción en pozos de hidrocarburos y pueden provenir de diferentes fuentes: el agua connata presente en la zona de interés, un acuífero activo adyacente conocido como agua de intrusión. En este caso, es común la formación de

emulsiones (W/O) y la inyección de agua utilizada en el proceso de producción es frecuente la formación de emulsiones (O/W) (Lasprilla Ávila & Joaquín Ricardo, 2023).

Dentro del tratamiento de aguas de producción, se emplean principalmente dos técnicas de separación: Físicas y químicas. En los tratamientos químicos, lo que se busca es alterar su ambiente fisicoquímico para poder facilitar coalescencia de gotas de aceite. Estos agentes químicos actúan desestabilizando el crudo emulsionado, el cual es el encargado de mantener la estabilidad en la emulsión. Por otro lado, en los tratamientos físicos uno de los métodos más comunes es lavado de tanques por medio de la gravedad, aunque no suele ser tan efectivo. Asimismo, los métodos de tratamiento por partículas sólidas aprovechan la composición química y mineralógica. Estas partículas se hidratan y absorben moléculas de surfactante presente, promoviendo la separación de fases y mejorando la eficiencia del tratamiento (Mejía Campos et al., 2023).

Además, el agua de formación presenta un riesgo significativo para el medio ambiente debido a las presencias de contaminantes como aceite, grasas, metales pesados, sales y otros productos químicos. Es imperativo que el sector petrolero y gasífero garantice el cumplimiento de las normas ambientales para reducir los niveles de toxicidad en las aguas de formación, evitando la contaminación del suelo y del agua, contribuyendo a la preservación de los ecosistemas y permitiendo su reutilización en la industria (Siddharth et al., 2024).

Con base en lo anterior, este proyecto busca contribuir con un método innovador y práctico para la desestabilización de sistemas O/S/W, basado en función de las propiedades fisicoquímicas del uso de colas de ilmenita y rompedor químico. Se busca mejorar el potencial del tratamiento de estos efluentes, reduciendo la cantidad de concentración del rompedor químico necesario que normalmente se utiliza para estos tratamientos y, en consecuencia, minimizando el impacto ambiental.

1. Objetivos

1.1. Objetivo general

- Evaluar el rompimiento de sistemas O/S/W mediante el uso de ilmenita y un agente químico.

1.2. Objetivos específicos

- Seleccionar un sistema aceite/surfactante/agua (O/S/W) representativo de efluentes derivados de la extracción de crudo por inyección de surfactantes.
- Evaluar el rendimiento de ruptura del sistema O/S/W mediante el tratamiento con ilmenita y Span-20.
- Comparar el rendimiento de la desestabilización de sistemas O/S/W utilizando ilmenita y Span-20 mediante el tratamiento simultáneo y por separado.

2. Marco conceptual

2.1. Emulsiones

Las emulsiones son sistemas en los que dos o más líquidos inmiscibles interactúan, de tal manera que uno de ellos se dispersa en forma de pequeñas gotas dentro del otro, formando una dispersión termodinámicamente inestable. Los diámetros de estas gotas suelen estar en el rango de 0.1 y 20 μm . Aunque estas dispersiones son intrínsecamente inestables desde el punto de vista termodinámico, pueden volverse cinéticamente estables mediante la adición de agentes tensioactivos, los cuales presentan la capacidad de adsorción en la superficie de las gotas (Aranberri et al., 2006).

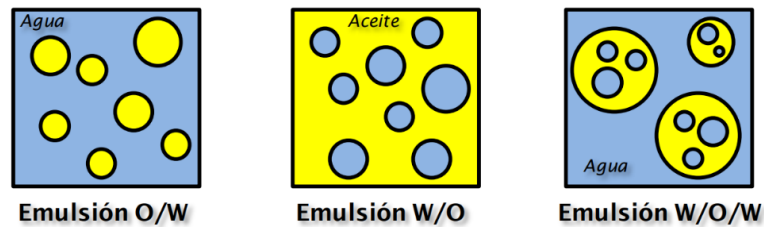
2.1.2. Tipos de Emulsiones

Las emulsiones son sistemas compuestas por dos fases líquidas inmiscibles. Generalmente, se pueden formar por dos tipos de emulsiones comunes en la extracción de crudo: una de ellas es cuando la emulsión está formada por gotas de aceite (O) dispersadas en agua (W) se le llama emulsión O/W, mientras que la fase dispersa es el agua se llama emulsión W/O (Emilio Paruta, 2008).

Además, existen morfologías más complejas, como emulsiones dobles o múltiples; un claro ejemplo es donde las gotas de aceite de una emulsión O/W contienen en su interior pequeñas gotas de agua, este tipo de emulsiones se conoce como una emulsión múltiple de tipo W/O/W. Los tipos de emulsiones se muestran en la Figura 1.

Figura 1.

Tipos de emulsiones.



Nota. Tomado de (Emilio Paruta, 2008).

2.1.3. Estabilidad de emulsiones

La estabilidad de las emulsiones es un factor crítico en diversos campos de la industria. La ruptura de una emulsión puede ocurrir a través de cuatro mecanismos principales de inestabilidad (Aranberri et al., 2006)(ver Figura 2):

i)Sedimentación o creaming: Este proceso es provocado por la acción de la gravedad, generando un gradiente vertical en la concentración de las gotas, sin alterar la distribución de su tamaño.

ii)Floculación: Es un proceso donde las gotas se adhieren entre sí sin llegar a fusionarse, manteniendo así su tamaño original unidas por fuerzas de atracción de van der Waals.

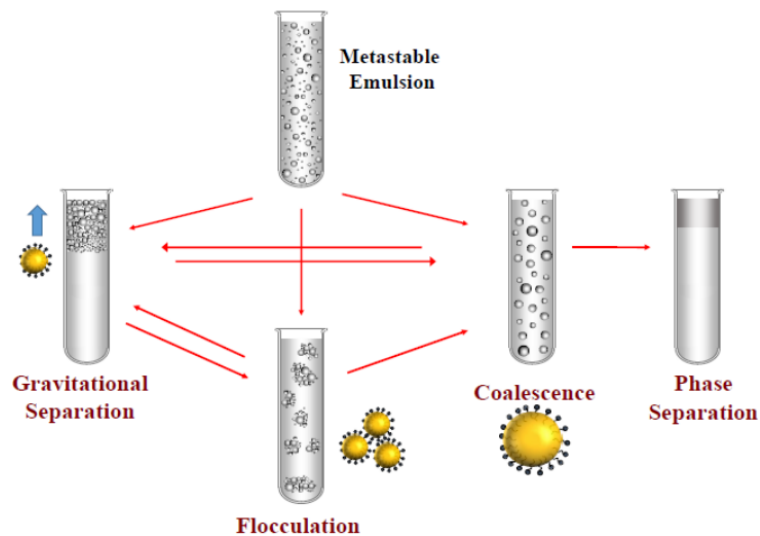
iii)Coalescencia: Ocurre cuando dos o más gotas se fusionan para formar una gota de mayor tamaño. Este proceso es irreversible y puede conducir a la separación completa de fases.

iv)Engrosamiento de gotas: Este mecanismo involucra el crecimiento de gotas más grandes a expensas de las demás pequeñas, debido a la diferencia de solubilidad relacionada con el tamaño de las gotas. Esto sucede porque las partículas pequeñas tienen una mayor presión

interna (debido a la curvatura de su superficie) y, por tanto, una mayor solubilidad en el medio circundante.

Figura 2.

Tipos de inestabilidad en emulsiones.



Nota. Tomado de (McClements & Jafari, 2018).

2.2. Agentes tensioactivos

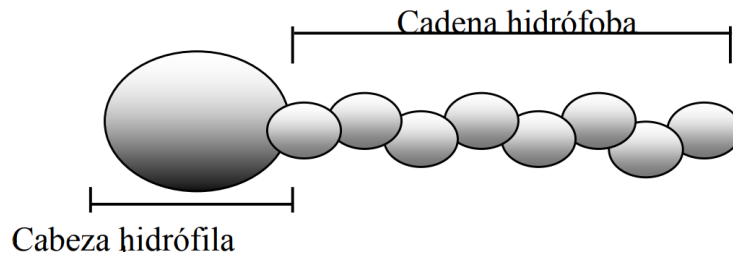
Los surfactantes son sustancias químicas caracterizadas por su estructura molecular anfifílica, es decir, poseen una doble afinidad debido a la presencia de un grupo polar (hidrofílico), y un grupo apolar (lipofílico) (ver Figura 3). Esta particularidad permite a los agentes tensioactivos alterar el comportamiento interfacial de dos o más fases inmiscibles que se encuentran en contacto.

Debido a su naturaleza anfifílica, los surfactantes son compuestos solubles tanto en agua como en aceites, esto se debe a que su parte hidrofóbica de la molécula presenta afinidad al aceite, mientras que la parte hidrofílica es afín al agua. Esta afinidad dual hace que los surfactantes tiendan a concentrarse en la interfase aceite/agua, donde forman películas interfaciales. La formación de estas películas interfaciales resulta en una disminución de la tensión interfacial, lo que a su vez

facilita la dispersión y emulsificación de las gotas, promoviendo la estabilidad de las emulsiones (Hernández et al., 2018b).

Figura 3.

Estructura molecular general de un agente tensioactivo.



Nota. Tomado de (Aranberri et al., 2006)

2.2.1. Clasificación de surfactantes

Los surfactantes se pueden clasificar no solo por sus aplicaciones si no por su estructura química o, de manera más precisa, de acuerdo con la carga que posee en la parte hidrofílica. (ver Figura 4).

Surfactantes catiónicos: Los surfactantes que se disocian en solución acuosa poseen un catión anfífilo y un anión. Estos son especialmente útiles en aplicaciones donde la carga positiva del anfífilo es fundamental, como en la formulación de emulsiones asfálticas (Br. Hidalgo & María E, 2011). En estos sistemas, la solubilidad del tensioactivo en la fase oleica es promovida por compuestos nitrogenados, siendo las aminas grasas y amonio cuaternario los más utilizados (Emilio Paruta, 2008).

Surfactantes aniónicos: Son tensioactivos que en solución acuosa se disocian en un anión anfífilo y un catión. Otra característica es que posee una alta solubilidad en aceite, pero baja en

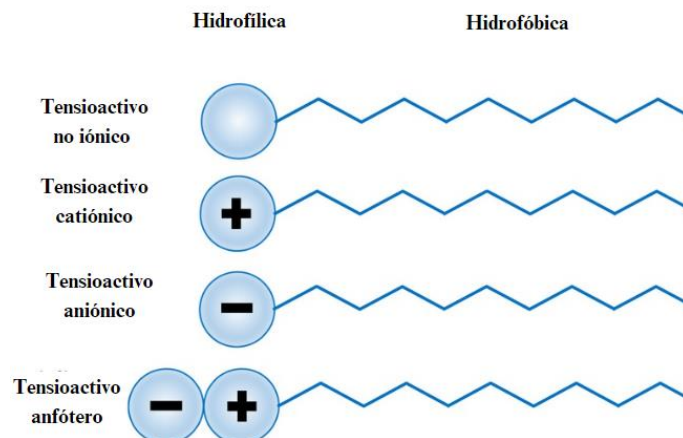
agua. Algunos ejemplos de surfactantes aniónicos los alquil benceno sulfonatos, dodecil éster sulfato (Emilio Paruta, 2008).

Surfactantes no iónicos: Hacen parte de casi la mitad de la producción total de los surfactantes y no se disocian en solución acuosa, debido a su estructura química tiene grupos hidrofílicos de tipo alcohol, fenol, eter (Emilio Paruta, 2008).

Surfactante anfótero (zwitterionico): Agente tensoactivo con una estructura molecular que incorpora tanto cargas positivas y negativas, permitiéndole actuar eficazmente en medios ácidos y básicos. Su estabilidad en distintos pHs lo hace ideal para aplicaciones en tratamiento de aguas, limpieza y extracción de petróleo. Las moléculas más comunes son sulfonatos de amina y fosfatos de amina (Londoño Camacho, 2024).

Figura 4.

Clasificación de surfactantes según su carga.



Nota. Tomado de (Massarweh & Abushaikha, 2020).

2.3. Ilmenita

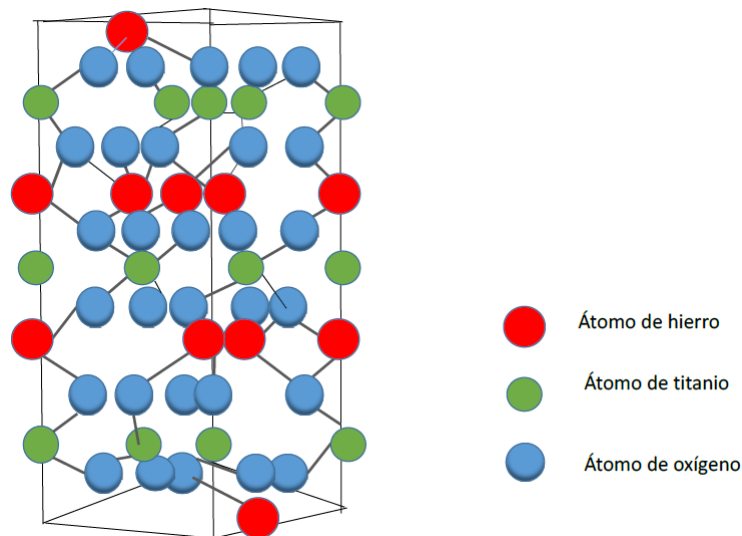
La ilmenita está compuesta por óxido de hierro y titanio, cuya fórmula química corresponde a FeTiO_3 . Presenta un sistema cristalino y su estructura trigonal es derivada del

corindón o la hematita (ver Figura 5). Este es un mineral abundante en la naturaleza, se encuentra en rocas ígneas y en arenas negras de playas. La ilmenita satisface el 91% de la demanda mundial de minerales de Titanio, alcanzando en 2009 una producción global de 5.19 millones de toneladas (Alberto & Luna, 2014).

Este mineral, magnético y semiconductor, es la principal fuente de titanio, con aplicaciones en sectores como en la industria aeroespacial, las células solares y como catalizador. Además, la ilmenita posee dos fases cristalinas: fase ilmenita (FeTiO_3) y fase rutilo (TiO_2), estas fases favorecen las reacciones típicas en procesos combinados. Cabe resaltar que su estructura y propiedades lo hacen un catalizador adecuado para el tratamiento de aguas (García Muñoz, 2018). En Colombia, la ilmenita se encuentra en las arenas negras proveniente en zonas costera, como en la costa pacífica, costa atlántica y Vaupés (Esteban & Ospino, 2023).

Figura 5.

Estructura cristalina Ilmenita.



Nota. Tomado de (García Muñoz, 2018)

2.4. Comportamiento de fases Winsor

Winsor hace referencia a una clasificación de microemulsiones basada en el equilibrio de fases de sistemas compuestos por agua, aceite y surfactantes. Estos sistemas se dividen en cuatro tipos (Winsor I, II, III y IV) según la distribución de las fases y la solubilización de los componentes en el medio (ver Figura 6). Según la teoría de Winsor, la estructura de una fase que contiene un surfactante, agua y aceite varía con el valor de R . Este parámetro representa la energía de interacción por unidad de área interfacial, entre el anfífilo y el aceite, por un lado, y el anfífilo y el agua, por el otro (Salager, 1998).

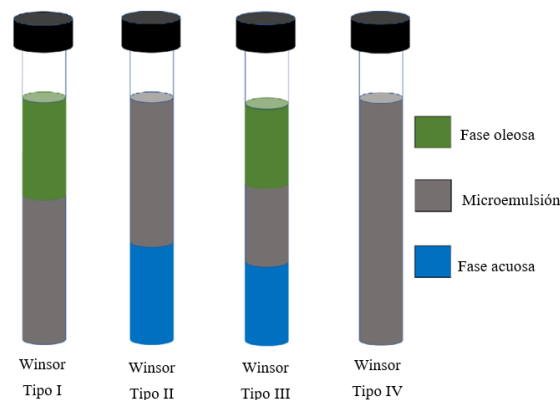
$R < 1$, las interacciones hidrofílicas son las más fuertes, permitiendo una mayor penetración del solvente en la interfase, particularmente en la región de la cabeza polar del surfactante.

$R > 1$, las interacciones lipofílicas predominan en intensidad, provocando que la interfase se curve en dirección opuesta.

$R = 1$, las fuerzas hidrofílicas y lipofílicas se encuentran en equilibrio, se forma el sistema Winsor tipo III.

Figura 6.

Clasificación tipos de Winsor.



Nota. Tomado de (Salager, 1998).

3. Estado del arte

Según (Schröder et al., 2018), al analizar la estabilidad por coalescencia de emulsiones pickering mediante partículas sólidas, se determinó que estas pueden estabilizar o desestabilizar las emulsiones, dependiendo de la relación de la tasa de adsorción de partículas y la tasa de formación de gotas. En particular, cuando la formación de gotas es significativamente más rápida que la adsorción de las partículas, estas generan un efecto de desestabilizador sobre la emulsión. Asimismo, concluyó que las partículas ejercen un efecto desestabilizador en las gotas de la emulsión que presentan una cobertura superficial baja.

El uso de sólidos para permitir la fisisorción de compuestos se considera una técnica eficiente y de bajo costo para la remoción de impurezas de efluentes. Es un proceso flexible en diseño y operación. Por otra parte, Burakov y colaboradores plantearon que la reversibilidad de la adsorción puede evaluarse en función de la cantidad de adsorbato que se desprende del absorbente durante la desorción, es decir cuanto mayor sea la cantidad de adsorbato desorbido, más reversible se considera el proceso de adsorción (Burakov et al., 2018).

Desde la perspectiva de Londoño, la industria Oil y gas han implementado diversas técnicas de recobro mejorado, destacando la inyección de surfactantes. No obstante, la producción de aguas provenientes del petróleo emulsionado genera grandes impactos ambientales (Londoño Camacho, 2024). En este estudio, se evaluó el uso de sólidos económicos como colas de ilmenita (FeTiO_3), óxido de sílice (SiO_2), bentonita ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) y carbonato de calcio (CaCO_3). Posteriormente, se llevaron a cabo pruebas de adsorción estática para determinar la capacidad de adsorción de cada sólido, dentro el cual las colas de ilmenita y carbonato de calcio presentaron mayor capacidad de adsorción. Finalmente, se compararon las eficiencias de los sólidos en el

tratamiento de las emulsiones con otros desemulsificantes químicos, resaltando que se requieren concentraciones de 1500 *ppm* y 2000 *ppm* para lograr una mayor eficiencia que los sólidos.

Desde el punto de vista de Bera y colaboradores, la adsorción de surfactantes sobre la superficie de un sólido está influenciada por diversos factores que afectan la eficacia de los sólidos como adsorbentes en la remoción de compuestos. Entre estos factores se encuentran la temperatura, el pH, el tiempo de contacto entre el adsorbente y el adsorbato, así como la cantidad de adsorbente utilizada (Bera et al., 2013). Además, analizaron el comportamiento de la adsorción en sólidos, ajustándolo a un modelo de isotermas que describe la cantidad de sustancia adsorbida en la interfase.

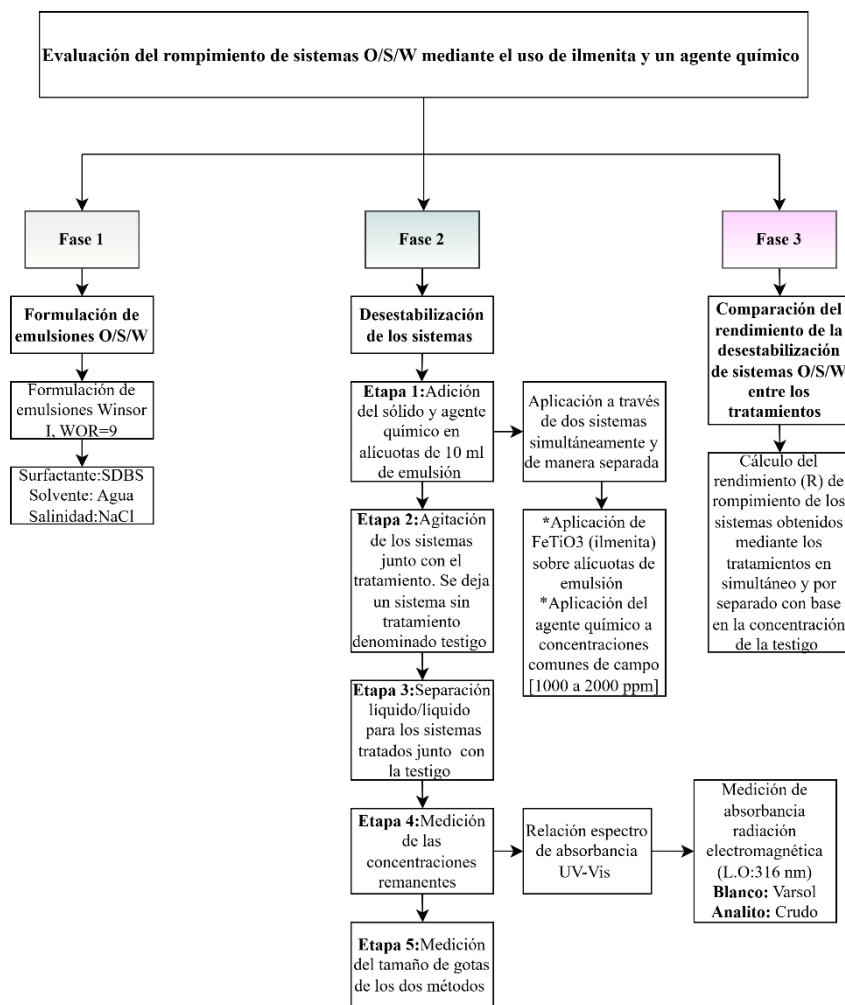
Finalmente, Mejía evaluó el desempeño de rompimiento de emulsiones O/W, utilizando colas de ilmenita (FeTiO_3) y carbonato de calcio (CaCO_3) como agregados sólidos. Asimismo, evaluó el desempeño de rompedores universales y Span 20 como agentes químicos en concentraciones de 500 a 2500 *ppm* (Mejía Campos et al., 2023). Además, encontró que el Span 20 supera a los otros rompedores químicos en eficiencia. Por otro lado, concluyó que la ilmenita es más eficiente que el carbonato de calcio debido a su mayor área superficial. Finalmente, resaltó el potencial de desestabilización de los sólidos agregados, lo que podría reducir los costos de materias primas y energía en el tratamiento de efluentes.

4. Metodología

El desarrollo de este trabajo de investigación se llevó a cabo en varias fases para alcanzar los objetivos planteados (ver Figura 7).

Figura 7.

Diagrama del proceso experimental.



4.1. Materiales

Para la ejecución de las actividades de investigación, se emplearon los siguientes materiales. En el proceso de rompimiento físico-químico, se utilizó como sólido las colas del

proceso de obtención de la ilmenita (FeTiO_3), extraída de concentrados de arenas negras del municipio de Barbacoas (Nariño). En la formulación de sistemas crudo/surfactante/agua (O/S/W) se ajustó el uso del NaCl (cloruro sódico) de la marca PanReac con una pureza del 99.9%. El surfactante, dodecilbenceno sulfonato de sodio (SDBS), con fórmula molecular $\text{C}_{18}\text{H}_{29}\text{NaO}_3\text{S}$, de la empresa Sigma-Aldrich de grado analítico; pureza 99.9%. El agente químico utilizado es el Span 20 (monolaurato de sorbitán), con fórmula química $\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{O}_6$ con pureza del 95%, de la empresa Sigma – Aldrich. Por otra parte, para la separación L/L, se utilizó varsol y etanol; el crudo es del campo CASABE.

4.2. Descripción Experimental

Como se puede apreciar en la Figura 7, la metodología se basó en 3 fases.

En la **Fase 1**, se formularon emulsiones O/W con un comportamiento de fases Winsor I, estabilizadas mediante el uso del surfactante (SDBS). Esta formulación es representativa de los efluentes de aguas de formación derivadas de procesos de inyección de surfactantes en la fase acuosa. En la **Fase 2**, se adicionaron distintas masas de colas de ilmenita y agente químico a concentraciones típicas que se utilizan en campo, en alícuotas de 10 mL de los sistemas formados. Los sistemas se agitan manualmente, dejando un sistema sin tratamiento denominado *testigo*. Posteriormente, tras llevar a cabo los ensayos de rompimiento se realiza la separación líquido–líquido. Luego, se miden las concentraciones remanentes de petróleo de los sistemas tratados y de la testigo. En esta fase se considera que los sistemas a tratados se abordaron mediante dos técnicas; de manera combinada (método I) y por separado (método II), utilizando la ilmenita y el Span 20. Finalmente, en la **Fase 3**, se determina el rendimiento de rompimiento obtenido con las técnicas por medición de grasas y aceites. Cada ensayo de rompimiento se realizó por duplicado.

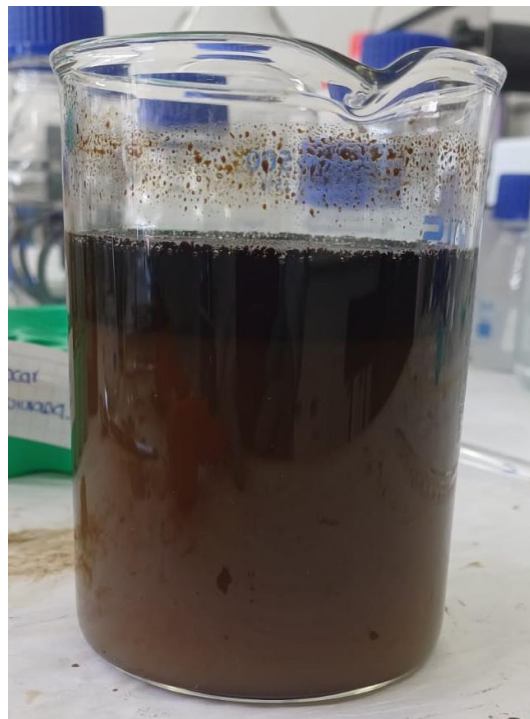
4.3.Desarrollo experimental

4.3.1. Fase 1: Formulación de emulsiones O/W

La formulación del sistema O/W es resultado de un barrido de salinidad (NaCl), en un intervalo de 0% y 5% (*m/v*) de cloruro sódico. Adicionalmente, se usó como agente emulsionante el surfactante dodecibenceno sulfonato de sodio (SDBS) a una concentración de 0,5% (*m/v*), el cual es el encargado de estabilizar la fase interna (crudo) en el medio acuoso (Mejía Campos et al., 2023). Este tipo de sistemas en comportamiento de fases Winsor I es representativo para efluentes que se obtienen en campo derivados de procesos de extracción de crudo por inyección de surfactantes (ver Figura 8).

Figura 8.

Formulación en Winsor I.



Por otra parte, para el proceso de emulsificación, se aplicó un esfuerzo de cizallamiento al sistema utilizando el equipo ULTRA-TURRAX, modelo T25 de la marca IKA. Durante este procedimiento, se tuvieron en cuenta los siguientes parámetros (ver Tabla 1).

Tabla 1.

Parámetros utilizados para la preparación de emulsiones.

Variable	Winsor I	Unidad
Tiempo cizallamiento	7	Minutos
Velocidad de agitación	12000	rpm
WOR	9	-
Concentración NaCl	20000	ppm
concentración SDBS	5000	ppm
Temperatura	24	°C

4.3.2. Fase 2: Desestabilización de los sistemas

4.3.2.1. Etapa 1: Adición de sólido y agente químico. En esta fase, se añadieron colas de ilmenita (FeTiO_3) a diferentes masas crecientes, variando entre 10 y 40 *mg*. La ilmenita y el agente químico se incorporaron sobre alícuotas de 10 *mL* de emulsión, contenidas en tubos de 50 *mL*. El agente químico se aplicó en dos modalidades distintas: combinado y por separado. En la aplicación por combinado, se agregó el agente químico en simultáneo con la adición de la ilmenita. Por otro lado, en la aplicación por separado, el sistema tratado con ilmenita se dejó en reposo en posición vertical durante 24 *h* antes de agregar el Span 20. El agente químico se añadió a concentraciones típicas de campo 1000 a 2000 *ppm*. A partir de este momento, se denotará como método I para el tratamiento en combinado y el método II para el tratamiento por separado.

Para poder analizar la respuesta del sistema O/S/W ante la aplicación de los agentes externos, se procedió a la caracterización de los componentes principales utilizados en el tratamiento: la ilmenita y el Span 20. El área superficial de colas de ilmenita se obtuvo por isotermas BET de adsorción de N₂ (ver Tabla 2). La selección del tensioactivo se fundamentó en el equilibrio Hidrofílico- Lipofílico (HLB), el cual determina la idoneidad del emulsionante según el tipo de emulsión a tratar. Para emulsiones agua en aceite (W/O), los valores de HLB óptimos se encuentran entre un valor de 4 y 6, mientras que para emulsiones aceite en agua (O/W), el rango adecuado es de 8 y 18, ya que facilita la estabilización de la fase acuosa continua (Olvera Meneses, 2024). Además, el Span 20 presenta una mayor solubilidad en agua y compatibilidad en sistemas con alta proporción acuosa. Las propiedades fisicoquímicas se muestran en la Tabla 3.

Tabla 2.

Propiedades fisicoquímicas de la Ilmenita.

Propiedades	Descripción	Unidad
Área superficial	53.714	m ² /g
Magnetismo	Ligeramente susceptible	-
Solubilidad en agua	Insoluble	-
Tamaño de poro	9.398	nm

Tabla 3.

Propiedades fisicoquímicas del Span 20.

Propiedades	Descripción	Unidad
Nombre	Monolaurato de sorbitán	-
Tipo	No iónico	-
Formula	C ₁₈ H ₃₄ O ₆	-
HLB	8.6	-
Peso molecular	346.46	g/mol
Apariencia	Líquido amarillo	-

Nota. Tomado de (Torres Rojas, 2009).

4.3.2.2. Etapa 2: Agitación. Una vez añadidos el sólido y el agente químico en las alícuotas de 10 *mL* de emulsión en los dos métodos se sometieron a una agitación manual por 3 minutos para asegurar el contacto adecuado entre las fases sólido-líquido. Posteriormente, se dejaron soportados verticalmente los sistemas tratados por 24 *h* para permitir el proceso de ruptura o separación de fases. Es importante recalcar que tanto en el método I y método II se dejó un sistema sin tratamiento, lo que permite cuantificar y comparar los cambios observados en los sistemas tratados respecto al sistema de referencia (testigo).

4.3.2.3. Etapa 3: Separación líquido/líquido. Una vez estabilizados los sistemas, previamente tratados con los dos métodos descritos, se procedió a tomar muestras de 3 *mL* de la emulsión remanente. Estas muestras fueron sometidas a un proceso de separación líquido/líquido con el objetivo de determinar, mediante prueba de grasas y aceites, el contenido de crudo remanente en la fase dispersa. Para llevar a cabo la separación líquido/líquido, se empleó varsol como solvente y etanol (EtOH) como co-solvente. Adicionalmente, se estableció una relación específica para volumen de emulsión a separar (ver Figura 7).

4.3.2.4. Etapa 4: Medición de la concentración remanente. Para determinar la concentración del analito (crudo) remanente en las emulsiones, después del proceso de rompimiento mediante uso del sólido y el agente tensioactivo, así como la separación L/L, se elaboró una curva de calibración, asegurando el cumplimiento de la ley de Lambert-Beer para la absorbancia de radiación electromagnética; donde se tomó como blanco el varsol y una longitud de onda óptima $\lambda = 316 \text{ nm}$ (ver Figura 9 y Figura 10). Finalmente, para obtener los resultados dentro del rango de la ley de Lambert- Beer, se realizó una dilución con un factor de 10 utilizando varsol como solvente.

4.3.2.5 Etapa 5: Medición del tamaño de gotas. En esta etapa se procedió a analizar el tamaño de gotas del sistema una vez tratados con los 2 métodos, para determinar la respuesta en el tamaño de gotas del sistema, así como la distribución porcentual de las mismas debido a la acción de los tratamientos aplicados. Para esto, se utilizó el equipo Litesizer DLS 700 de la marca Anton Paar, el cual utiliza un método óptico para determinar la distribución del tamaño de gotas promedio de una suspensión.

4.3.3 Fase 3: Comparación de los rendimientos de desestabilización de sistemas O/S/W.

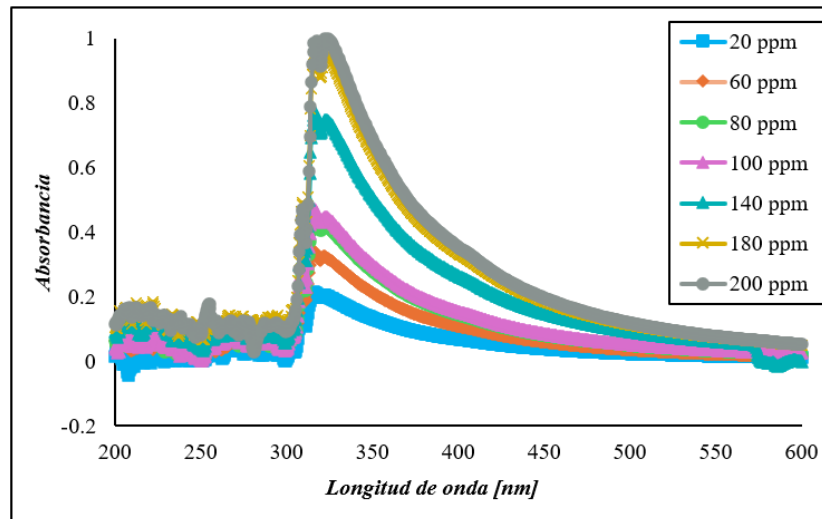
Para evaluar el rendimiento de los sistemas desestabilizados mediante los métodos empleados, se realizó la medición de grasas y aceite de los sistemas tratados. Se definió el porcentaje de rendimiento de ruptura (R) como:

$$\%R = \left(1 - \frac{C_e}{C_{e,0}}\right) * 100 \quad (\text{Ec. 1})$$

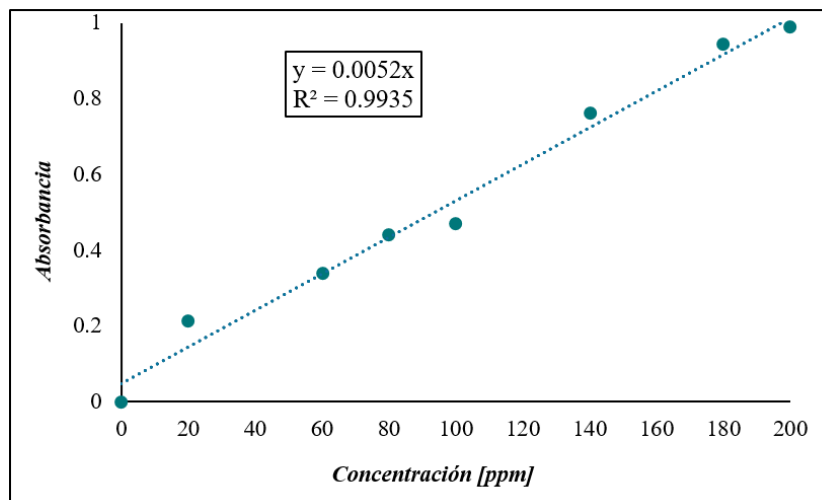
El rendimiento (R) se refiere a la cantidad porcentual de crudo removido por los tratamientos aplicados, y se calcula en función de la concentración remanente (C_e) y la concentración de la emulsión de testigo ($C_{e,0}$).

Figura 9.

Barrido espectral UV-Vis a distintas concentraciones de crudo.

**Figura 10.**

Regresión lineal: concentración crudo – absorbancia.



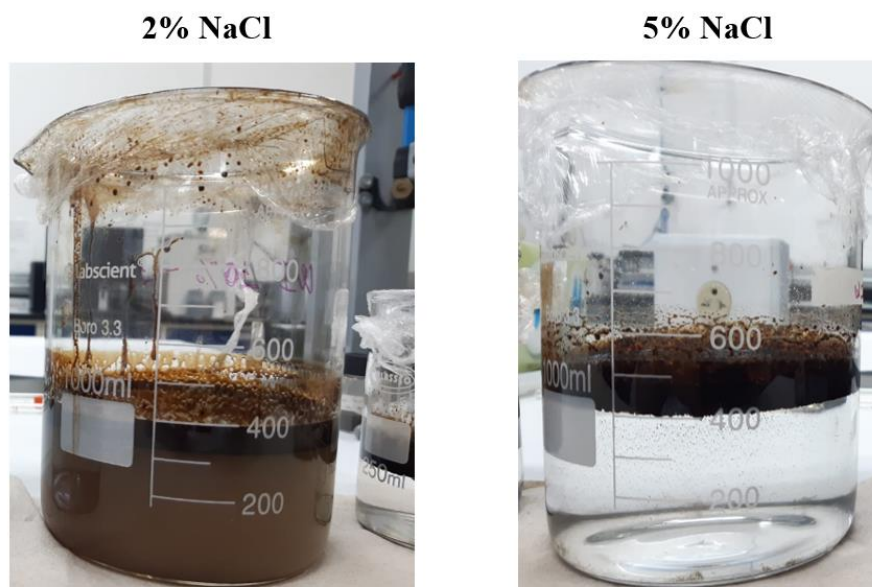
5. Resultados

5.1. Formulación del sistema a analizar.

El sistema Winsor I, una vez formulado y tratado, alcanza su estabilización en un periodo inferior a 24 horas. En este proceso se empleó una relación Agua/Aceite (WOR) de 9, es decir, que el 10% (v/v) corresponde al crudo y el 90% (v/v) a la fase acuosa. Además, se seleccionó una concentración de salinidad del 2% (m/v), obtenida de un barrido de salinidad en función del comportamiento de fases, donde se observó que al 5% (m/v) alcanza un comportamiento de fases Winsor III (Ver Figura 11). El agente emulsionante utilizado es el surfactante dodecibenceno sulfonato de sodio (SDBS) a una concentración del 0,5% (m/v). Con el propósito de formar sistemas semejantes a los derivados de agua de producción, basándose en la formulación presentada por (Londoño Camacho, 2024).

Figura 11.

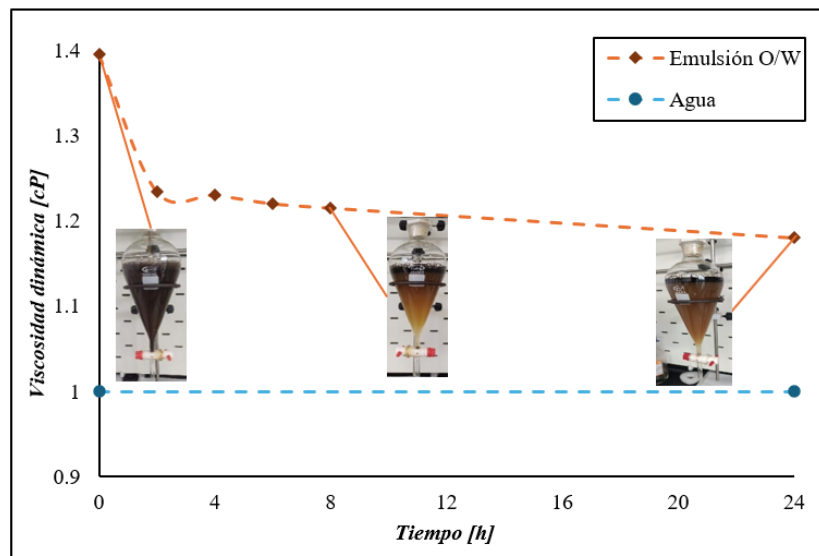
Evaluación del comportamiento de fases del sistema crudo/salmuera.



Además, como parte de la caracterización del sistema tratado, se llevó a cabo un análisis de viscosidad dinámica del sistema. En la Figura 12 se observa que, a medida que transcurre el tiempo la viscosidad del sistema disminuye progresivamente hasta alcanzar un punto de estabilización tras 12 horas. Este comportamiento se atribuye a la reducción del contenido de crudo disperso, resultado de la desaceleración del proceso de ruptura por sedimentación, donde las gotas de crudo disperso tienden a coalescer y separarse de la emulsión. Después de 24 horas, se puede percibir la fase acuosa en presencia de crudo disperso y solubilizado en el agua, lo que indica un comportamiento pseudo-estabilizado. Finalmente, el sistema al cabo de 24 h tiene una viscosidad cercana a la del agua, asemejándose a las aguas de producción obtenidas del proceso por inyección de surfactantes.

Figura 12.

Comportamiento de la viscosidad del sistema en función del tiempo.



5.2. Desestabilización usando el método I: método combinado.

El rendimiento obtenido en la desestabilización del sistema agregando simultáneamente la ilmenita y el Span 20 (Ver Figura 13) muestra que al aumentar la concentración de Span 20, se logra un mayor rendimiento. Específicamente, al incrementar la concentración a 1500 y 2000 *ppm*, el rendimiento mejora entre el 72% y un 96%, estando por encima del sistema tratado con sólo ilmenita (67%). También, se observa un rompimiento del sistema independiente de la masa del sólido, es decir, que al aumentar la relación ilmenita/emulsión no se observa un aumento significativo del rendimiento. Bajo estas condiciones se percibe la segregación del crudo, evidenciando la efectividad de estas concentraciones (ver Figura 14 A). Por otro lado, a una concentración de 1000 *ppm*, se logra un rendimiento promedio no mayor al 53%, lo que sugiere que esta cantidad es insuficiente para un rompimiento del sistema. Este bajo rendimiento podría estar asociado a una menor disponibilidad de agente químico en la interfase, lo que restringe la capacidad del Span 20 para promover la afinidad entre las fases de la mezcla de surfactantes. Otro factor importante es que, en algunos casos, la precipitación de la ilmenita no es completa (ver Figura 14 B), lo cual se atribuye al tamaño de partícula de la ilmenita y a la intensidad de la agitación mecánica aplicada durante el tratamiento. Asimismo, esto afecta su capacidad para interactuar con los compuestos en la interfase de la emulsión, reduciendo la efectividad del proceso de desestabilización y separación de las fases.

Por otra parte, en la Figura 15 se observa la distribución del tamaño de las gotas. La gráfica muestra el tamaño de las gotas de aceites que están dispersas en el agua, identificando como testigo el sistema sin tratamiento. Este último presenta un tamaño de gotas mayor a los sistemas tratados a concentraciones de 1500 y 2000 *ppm*, lo que sugiere la remoción de los agregados de mayor tamaño por acción del tratamiento. Por otro lado, las concentraciones de 1500 *ppm* y 2000 *ppm*

reflejan una mayor eficiencia en el proceso de desestabilización, con una notable disminución en el tamaño de las gotas y una fase acuosa con menor contenido de crudo. Este comportamiento indica que en estas concentraciones el tensioactivo es capaz de promover mecanismos como la floculación y la coalescencia de gotas, facilitando la separación de fases. Además, se observa que a concentraciones más altas (por encima de 1500 ppm), el porcentaje de agregados de menor tamaño es menor, lo que sugiere que el sistema una vez tratado se encuentra en un estado más inestable en cuanto a su fase interna debido a la tendencia a coagular de los agregados de mayor tamaño, reflejando la máxima eficacia del agente químico.

En contraste, concentraciones inferiores (1000 ppm) muestran un menor rendimiento en la ruptura y desestabilización de las fases, lo que limita el proceso de separación de estas. Este comportamiento resalta la importancia de optimizar la concentración del agente químico para lograr una mejor eficiencia en el proceso.

Figura 13.

Rendimiento de la desestabilización del método I en función de la concentración de Span 20.

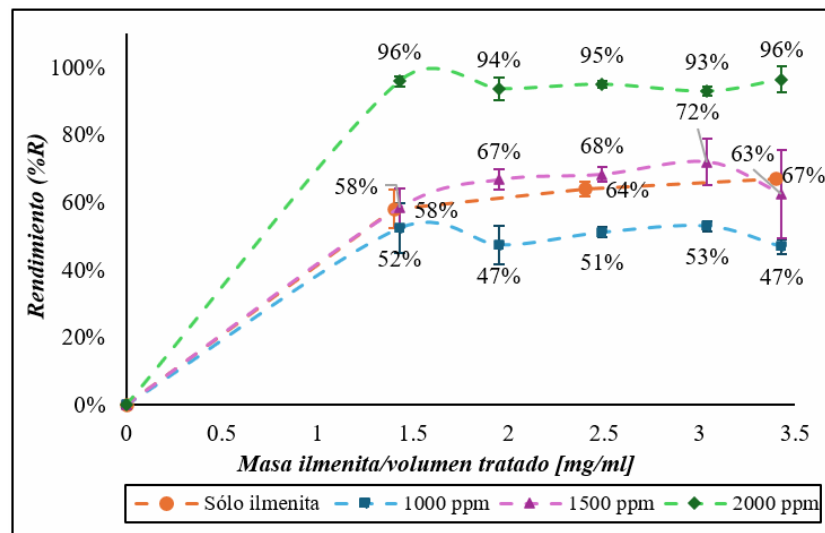
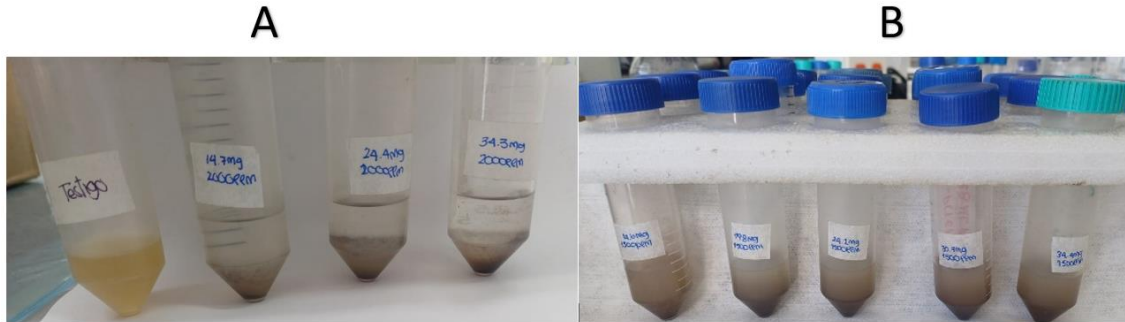
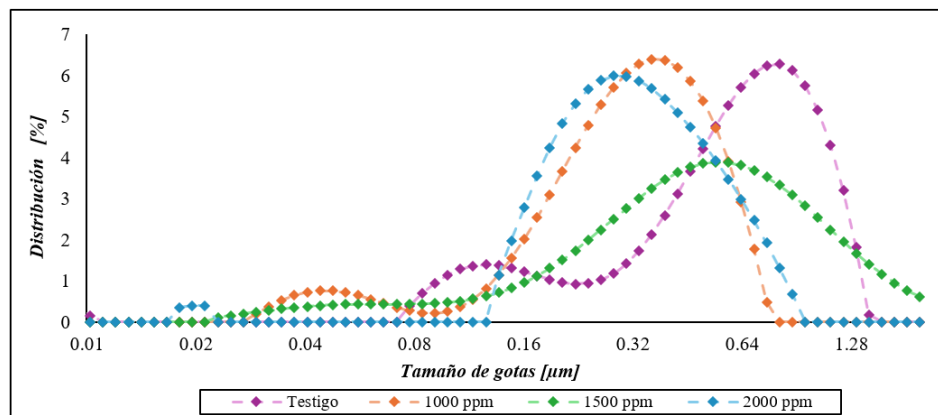


Figura 14 A y B.

Resultados obtenidos postratamiento método I. A: Rompimiento y sedimentación, B: Precipitación parcial de la ilmenita.

**Figura 15.**

Tamaño de gotas utilizando el método I.

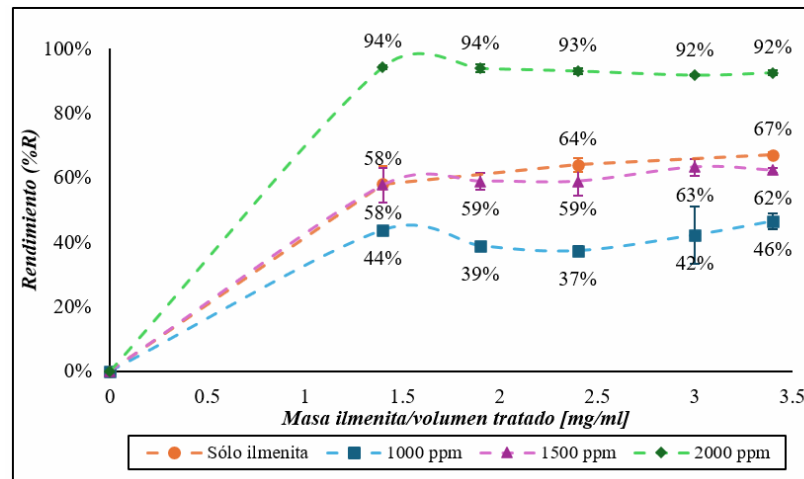
**5.3. Desestabilización usando el método II: método por separado.**

El rendimiento observado en la desestabilización del sistema mediante la adición por separado de colas de ilmenita y Span 20 (Figura 16) muestra que, a una concentración de 2000 ppm de Span, los resultados son similares al comportamiento analizado en el método I. Esto indica que en altas concentraciones del agente químico el mecanismo de aplicación ya sea simultáneo o por separado, no afecta significativamente el rendimiento, manteniéndose constante aproximadamente alrededor del 94%. Además, en la Figura 17 B, se observa que la

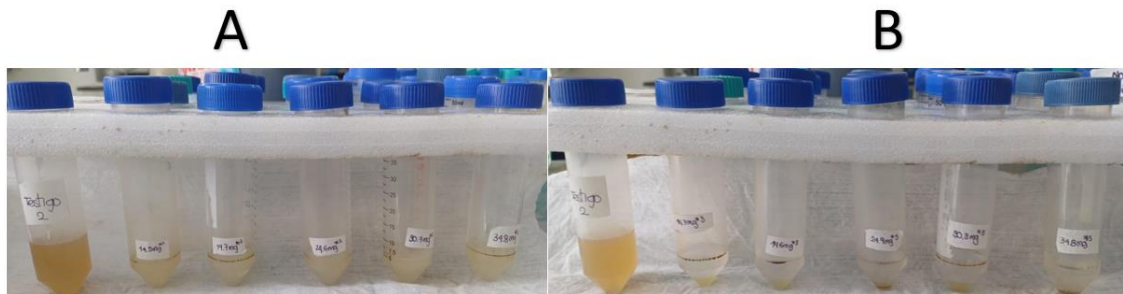
desestabilización del sistema está asociada a la cantidad de Span 20 implementado y también a la agitación mecánica, la cual aumenta la tasa de colisión entre las gotas de crudo, facilitando la coalescencia y la posterior sedimentación de la fase interna independientemente de la relación de sólido/emulsión. Adicionalmente, se observa que el sistema tratado con sólo ilmenita supera los rendimientos a concentraciones de 1000 y 1500 *ppm* de Span 20, este comportamiento puede estar relacionado con el efecto inicial del tratamiento con colas de ilmenita, el cual favorece la interacción y desestabilización parcial de la fase interna del sistema. Esta tendencia se atribuye a la selectividad del sólido por procesos de adsorción y heterofloculación, permitiendo la ruptura de las gotas más inestables debido a su baja rigidez interfacial. Sin embargo, al tratar posteriormente el sistema con Span 20 a bajas concentraciones, no se observa un aumento en el rendimiento de ruptura de la emulsión. Sino que, por el contrario, el crudo libre que permanece suspendido en el sistema tras la desestabilización inicial con el sólido experimenta una re-emulsificación. Esto ocurre debido a la acción del agente químico, que interactúa con las pequeñas cantidades de crudo que no lograron formar gotas bien definidas en el sistema y sedimentar o adsorberse en el sólido. Esta interacción reduce el rendimiento de ruptura. Por lo que a bajas concentraciones de Span 20 (1000 y 1500 *ppm*), se logran rendimientos en un rango de 44 y 62% respectivamente, lo que indica que estas concentraciones no son suficientes para tratar este sistema eficientemente (Figura 17A).

Figura 16.

Rendimiento de la desestabilización del método II.

**Figura 17 A y B.**

Resultados obtenidos postratamiento método II. A: concentración a 1500 ppm Span, B: concentración a 2000 ppm Span.



En la Figura 18, se muestra la distribución del tamaño de gotas, donde se realizó el estudio con la adición exclusiva de ilmenita. Al comparar los resultados con el sistema de referencia (testigo), se evidencia que la adición de la ilmenita induce la ruptura del sistema. Este fenómeno genera la suspensión del crudo presente en la mezcla, lo cual incrementa el tamaño promedio de las gotas detectadas por el equipo de medición. Este incremento en el tamaño de las gotas se atribuye a la capacidad de la ilmenita para modificar las interacciones interfaciales entre las fases dispersa (crudo) y continua (agua). En particular, la presencia de la ilmenita promueve la

coalescencia de las gotas de aceite. Este comportamiento sugiere que la ilmenita actúa como un modulador de las propiedades interfaciales del sistema, favoreciendo la formación de gotas de mayor tamaño evidenciando una mayor desestabilización del sistema emulsificado.

Finalmente, luego del tratamiento con las colas de ilmenita, a este mismo sistema parcialmente tratado se procede aplicarle el agente químico. Posterior a esto, se midió el tamaño de gotas a tres concentraciones de Span 20, como se muestra en la Figura 19. El sistema testigo muestra un desplazamiento hacia la derecha de las curvas experimentales en comparación con los sistemas tratados, lo indica que, en ausencia del Span 20, las partículas o gotas son de mayor tamaño, lo cual favorece la coalescencia de gotas y el crecimiento de su tamaño promedio. Además, al aplicar luego el agente químico, se reduce el tamaño de las gotas de crudo que quedaron suspendidas tras la adición de colas de ilmenita, disminuyendo así el tamaño de gotas a mayor concentración de Span 20.

Figura 18.

Tamaño de gotas con solo adición de colas de ilmenita método II.

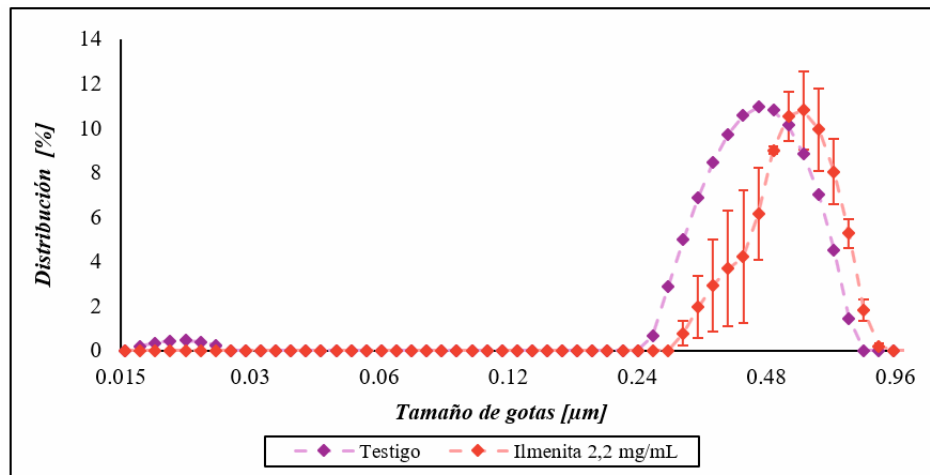
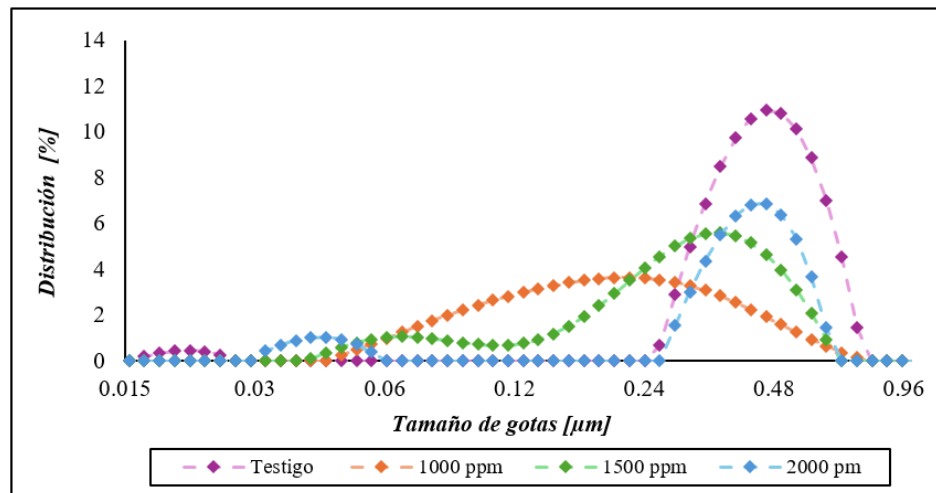


Figura 19.

Tamaño de partícula con aplicación de Span, postratamiento con colas de ilmenita, método II.



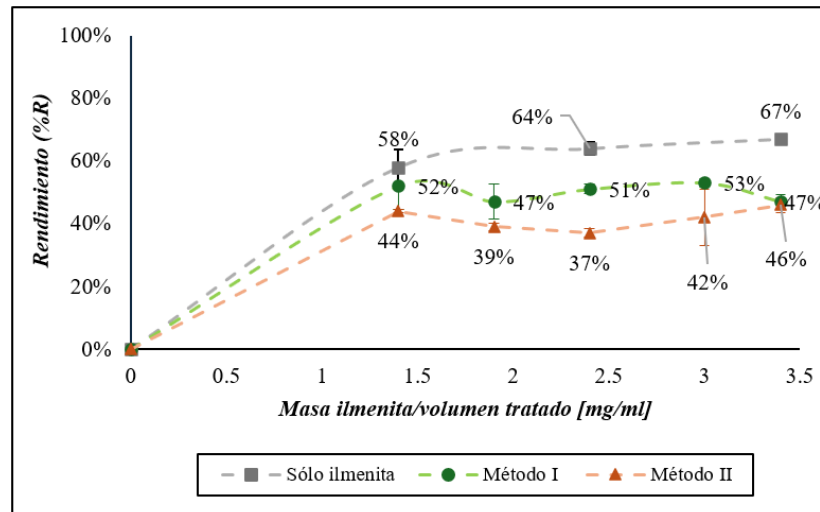
5.4. Comparación del método I y método II.

El análisis comparativo entre el método I, el método II y tratamiento con solo ilmenita (Figura 20) muestra que, a una concentración de 1000 ppm de Span 20, ambos métodos ofrecen rendimientos limitados. En el caso del método I (tratamiento simultáneo), el rendimiento máximo alcanzado es del 53%, mientras que para el método II (tratamiento por separado), el rendimiento es consistentemente más bajo, con un máximo del 46%. Esto sugiere que ninguno de los dos métodos logra una desestabilización óptima del sistema a esta concentración. Además, el rendimiento alcanzado por las colas de ilmenita tiende a mantenerse constante ante un incremento de la masa de adsorbente, obteniéndose un valor aproximado del 64%, como se muestra en la Figura 20. Este comportamiento se atribuye a un proceso de adsorción, en el cual el sólido adsorbe la fase oleosa del sistema, desestabilizando las gotas mediante el mecanismo de heterofloculación. Dicho fenómeno ocurre cuando las gotas migran hacia la superficie del sólido, permitiendo la formación de agregados de mayor tamaño que favorecen la separación de las fases.

Experimentalmente, este fenómeno se evidenció por el cambio en la coloración de la fase acuosa del sistema tras su tratamiento con el sólido.

Figura 20.

Rendimiento en función de la masa de ilmenita para método I y II a una concentración de 1000 ppm.



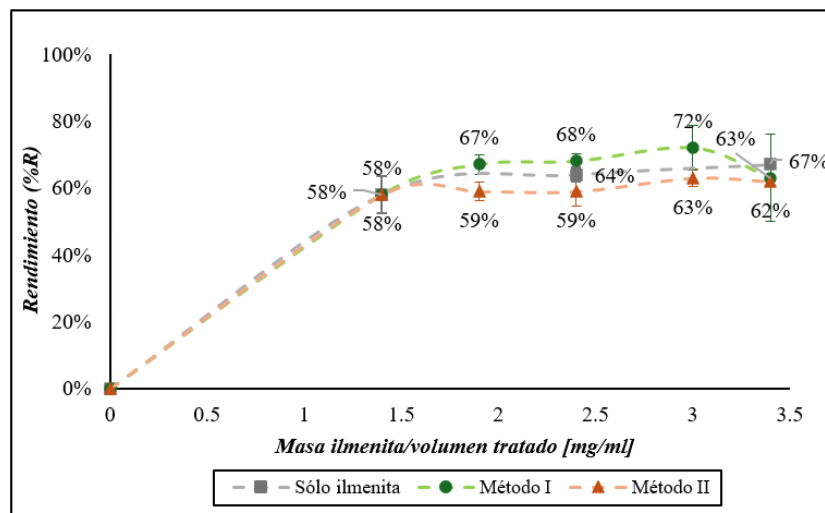
En la Figura 21, se muestra que a una concentración de 1500 ppm de Span 20, para el método I revela que el rendimiento inicial es del 58% a 1.4 mg/ml, aumentando de forma continua hasta alcanzar un máximo del 72%. En el Método II, el rendimiento máximo obtenido es del 63%, lo cual es inferior al del Método I y similar al observado con solo colas de ilmenita. Esto indica que el Método I es más eficiente que el Método II independientemente de la relación sólido/emulsión. Por su parte, la ilmenita muestra un rendimiento máximo del 67% a 3.4 mg/ml.

Además, en ambos métodos se están combinando un método físico con uno químico. En el método I, se observa una mayor eficiencia debido a la acción del Span 20, un surfactante hidrófobo que facilita la desorción del SDBS de la interfase, ya que el Span 20 tiene una alta afinidad para adsorberse en el crudo, permitiendo que las gotas emulsionadas se desestabilicen y permita la

coagulación. Este efecto se potencia con el uso de colas de ilmenita, que actúan como un sólido adsorbente altamente selectivo, contribuyendo a la captura de la fase oleosa y mejorando el proceso de separación. Adicionalmente, al tratar con el agente químico en concentraciones de 1500 y 2000 ppm de Span 20, el sistema tiende a alcanzar la formulación óptima correspondiente al estado Winsor III. En cambio, en el método II, las colas de ilmenita se aplican inicialmente al sistema sin la presencia del agente químico Span 20, actuando exclusivamente como adsorbente físico. Sin embargo, esta ausencia del surfactante limita la efectividad del proceso de adsorción, ya que su eficiencia depende de que las gotas estén suficientemente desestabilizadas para interactuar con el sólido. Dado que las colas de ilmenita no promueven activamente la ruptura de las emulsiones, el rendimiento de este método es considerablemente más bajo en comparación con el método I.

Figura 21.

Rendimiento en función de la masa de ilmenita para método I y II a una concentración de 1500 ppm.

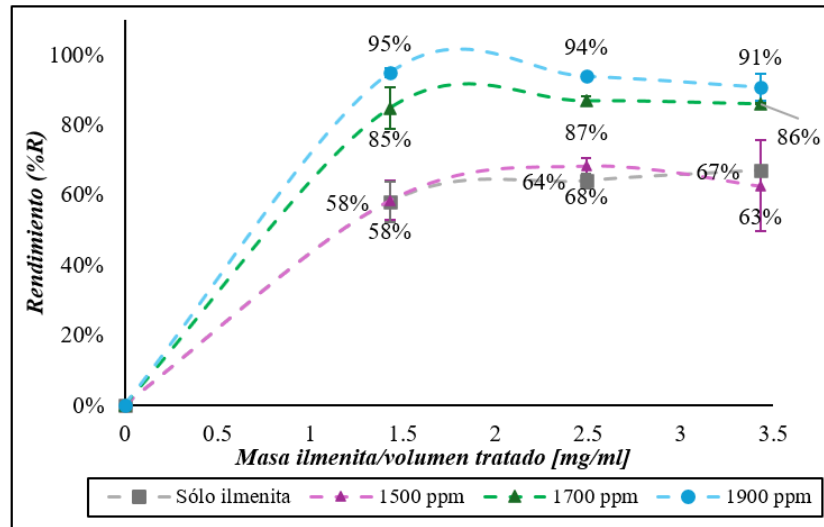
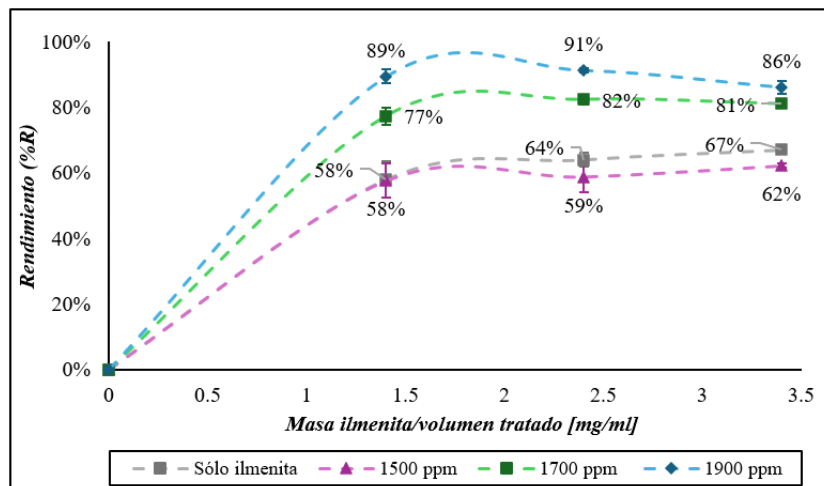


5.5. Concentración óptima para tratamiento de aguas de producción.

El análisis de los resultados para los métodos mencionados anteriormente muestra que, en el método I, se observa una ruptura en el sistema desde 1500 *ppm*. Sin embargo, aunque el sistema se desestabiliza completamente a esta concentración, no se logra un rendimiento adecuado. Por esta razón, se realizó un barrido entre concentraciones de 1500 a 2000 *ppm* con el objetivo de encontrar una concentración óptima que permita utilizar la cantidad adecuada de agente tensioactivo para que actuando junto a la ilmenita se obtenga un resultado eficiente para el tratamiento de estas aguas. En la Figura 22, se observa que, a 1900 *ppm* alcanza un rendimiento del 95%, lo cual es un resultado favorable. Sin embargo, lo que se busca es minimizar la concentración del agente tensoactivo. Por ello, se identificó que, a 1700 *ppm* ya se logra un rendimiento conveniente mayor del 85%, lo que la convierte en una concentración óptima para los procesos de tratamientos de aguas de producción.

Además, en la Figura 23, se observa que, en comparación con el método I, los rendimientos obtenidos para el método II a estas mismas concentraciones son menos eficientes. A 1700 *ppm*, logra una concentración de 82%, es por esto que no alcanza el rango de la concentración óptima mencionada anteriormente, por lo que es necesario aumentar la concentración a 1900 *ppm* para mejorar la eficiencia.

Es importante considerar que, al incrementar la concentración de agente químico en las aguas de formación tratadas, incrementa también el impacto ambiental, lo cual debe ser tenido en cuenta en la selección del tratamiento. Además, a concentraciones elevadas, la ilmenita no parece estar aprovechando su capacidad de rendimiento de manera eficiente, lo que sugiere que, más allá de cierto umbral, su efectividad podría ser limitada.

Figura 22.*Rendimiento óptimo método I.***Figura 23.***Rendimiento óptimo método II.*

6. Conclusiones

La formulación Winsor I permite representar efluentes derivados de la extracción de crudo mediante la inyección de surfactante, debido a la presencia de crudo solubilizado y emulsionado, lograda bajo condiciones de salinidad de 2% (m/v).

Se observó que el método I presenta un rendimiento efectivo, incrementando su eficiencia desde un 51% a concentraciones bajas de 1000 ppm hasta un 96% a 2000 ppm. Además, se evidenció una reducción en el tamaño de las gotas, lo que facilita la coalescencia y sedimentación de gotas de crudo lo cual mejora la desestabilidad del sistema. Por consiguiente, el método II mostró un rendimiento inferior, logrando un 37% a 1000 ppm y hasta un 94% a 2000 ppm. Aunque el rendimiento mejora a concentraciones más altas, el sistema no alcanza una ruptura completa con eficiencias menores al 62%, y solo a 2000 ppm se logra una desestabilización total y sedimentación adecuada.

El análisis comparativo entre los métodos I y II, así como el tratamiento con colas de ilmenita, evidencia que el método I (tratamiento simultáneo) es el más eficiente para desestabilizar emulsiones, alcanzando un rendimiento máximo del 72% a una concentración de 1500 ppm de Span 20. Esto se debe a la sinergia entre el surfactante Span 20, que facilita la desorción del SDBS de la interfase y promueve la coagulación de las gotas, y las colas de ilmenita, que actúan como un sólido adsorbente selectivo, mejorando la captura de la fase oleosa. Por su parte, el método II, que aplica los tratamientos de forma separada, presenta un rendimiento máximo inferior (63%), mientras que el tratamiento exclusivo con colas de ilmenita alcanza un rendimiento constante de aproximadamente 64%, limitado por su naturaleza como adsorbente físico. Estos resultados destacan la importancia de combinar métodos físicos y químicos para lograr una separación más eficiente, particularmente en el método I, donde se alcanza una formulación óptima cercana al estado Winsor III, favoreciendo la desestabilización y separación de fases en el sistema.

Referencias bibliográficas

- Alberto, J., & Luna, T. (2014). Síntesis de bentonita delaminada con especies de Fe-TiO₂ obtenidas del mineral ilmenita y su evaluación fotocatalítica en la degradación de colorantes textiles. <https://repositorio.unal.edu.co/handle/unal/52079>
- Aranberri, I., Binks, B. P., Clint, J. H., & Fletcher, P. D. I. (2006). Elaboración y caracterización de emulsiones estabilizadas por polímeros y agentes tensioactivos.
- Bera, A., Kumar, T., Ojha, K., & Mandal, A. (2013). Adsorption of surfactants on sand surface in enhanced oil recovery: Isotherms, kinetics and thermodynamic studies. *Applied Surface Science*, 284, 87–99. <https://doi.org/10.1016/J.APSUSC.2013.07.029>
- Br. Hidalgo, & María E. (2011). Estudio de la producción de emulsiones O/W diluidas y concentradas empleando membranas. <http://saber.ucv.ve/handle/10872/17338>
- Burakov, A. E., Galunin, E. V., Burakova, I. V., Kucherova, A. E., Agarwal, S., Tkachev, A. G., & Gupta, V. K. (2018). Adsorption of heavy metals on conventional and nanostructured materials for wastewater treatment purposes: A review. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 148, 702–712. <https://doi.org/10.1016/J.ECOENV.2017.11.034>
- Castro, R., Maya, G., Mercado, D., Trujillo, M., Soto, C., & Pérez, H. (2010). Enhanced Oil Recovery (EOR) Status - Colombia. SPE Latin American and Caribbean Petroleum Engineering Conference Proceedings, 2, 1184–1190. <https://doi.org/10.2118/139199-MS>

Emilio Paruta. (2008). Emulsiones geles. influencia de la formulación y fracción de fase dispersada sobre sus propiedades reológicas y estabilidad.

Esteban, J., & Ospino, A. (2023). Purificación de ilmenita contenida en arenas negras colombianas para su potencial aplicación en procesos fotocatalíticos. Universidad Industrial de Santander. <https://noesis.uis.edu.co/handle/20.500.14071/14496>

García Muñoz, P. (2018). Ilmenita como catalizador para procesos fotoasistidos en tratamientos de aguas. <https://repositorio.uam.es/handle/10486/680223>

Hernández, E., Hugo, O., Oswaldo, I., & López Hernández, D. (2018a). Fundamentos de las emulsiones agua-aceite crudo y su aplicación en la industria petrolera. <http://www.ptolomeo.unam.mx:8080/xmlui/handle/132.248.52.100/14861>

Hernández, E., Hugo, O., Oswaldo, I., & López Hernández, D. (2018b). Fundamentos de las emulsiones agua-aceite crudo y su aplicación en la industria petrolera. <http://www.ptolomeo.unam.mx:8080/xmlui/handle/132.248.52.100/14861>

Lasprilla Ávila, & Joaquín Ricardo. (2023). Lumieres - Repositorio institucional Universidad de América: Propuesta para el reúso de agua de producción en el Campo Petrolero Castilla La Nueva. <https://repository.uamerica.edu.co/handle/20.500.11839/9333>

Londoño Camacho, A. K. M. O. R. A. P. A. J. A. M. N. S. F. (2024). Evaluación experimental del uso de agregados sólidos como desestabilizadores de sistemas surfactante/aceite/agua derivados de procesos de inyección de surfactantes. Universidad Industrial de Santander. <https://noesis.uis.edu.co/handle/20.500.14071/15908>

- Martínez-Martín, E., Acosta-Martínez, L., & Ramírez-Apodaca, F. D. (2016). Emulsificación de petróleo crudo para su transporte por oleoductos. *Ingeniería, Investigación y Tecnología*, 17(3), 395–403. <https://doi.org/10.1016/J.RIIT.2016.07.009>
- Massarweh, O., & Abushaikha, A. S. (2020). The use of surfactants in enhanced oil recovery: A review of recent advances. *Energy Reports*, 6, 3150–3178. <https://doi.org/10.1016/J.EGYR.2020.11.009>
- McClements, D. J., & Jafari, S. M. (2018). Improving emulsion formation, stability and performance using mixed emulsifiers: A review. *Advances in Colloid and Interface Science*, 251, 55–79. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2017.12.001>
- Mejía Campos, S. F., Mercado Ojeda, R. A., & Londoño Camacho, A. K. (2023). Evaluación de la eficiencia de rompimiento de sistemas O/S/W mediante la adición de sólidos y desestabilización química. Universidad Industrial de Santander. <https://noesis.uis.edu.co/handle/20.500.14071/15192>
- Olvera Meneses, R. G. (2024). Formulación de antiespumantes en emulsión a partir del parámetro HLB. <http://200.57.56.70:8080/xmlui/handle/231104/4885>
- Salager, J. L. (1998). Cuaderno - S210A Formulación HLB, PIT, R de Winsor - Laboratorio FIRP. <https://es.firp-ula.org/tesoro/cuadernos/formulacion-hlb-pit-r-de-winsor>
- Schröder, A., Sprakel, J., Schroën, K., Spaen, J. N., & Berton-Carabin, C. C. (2018). Coalescence stability of Pickering emulsions produced with lipid particles: A microfluidic study. *Journal of Food Engineering*, 234, 63–72. <https://doi.org/10.1016/J.JFOODENG.2018.04.007>

Siddharth, S., Pradeep, A., Rajaparthiban, J., Srinivasan, S., & Kudapa, V. K. (2024).

Detoxification of produced water from oil & gas industries using piperazine immobilized Green Fe nanoparticles. *Nano-Structures & Nano-Objects*, 39, 101277. <https://doi.org/10.1016/J.NANOSO.2024.101277>

Torres Rojas, S. V. (2009). Estudio de la estabilidad temporal de emulsiones inversas

altamente concentradas mediante la variación de la relación aceite: Tensioactivo y la velocidad de agitación. [Universidad de los Andes].

<https://repositorio.uniandes.edu.co/server/api/core/bitstreams/33c5e553-8e20-4913-8887-d2e142ba3051/content>