



DEPARTAMENTO DE GESTIÓN DE TECNOLOGIA

Bogotá D.C., 19 de agosto de 2016.

Doctor
JOSÉ LUIS SALAZAR LÓPEZ
 Director de Nuevas creaciones
 Superintendencia de Industria y Comercio
 E. S. D.

Superintendencia de Industria y Comercio



Radicado: 14139392 Folios: 16
 Dependencia: Desc Fecha: 2016-08-22 16:25:9
 Tipo aplicación: Respuesta a requerimiento

SV

Referencia: Expediente No. **14- 139392**

Asunto: Respuesta al requerimiento de forma expedido dentro de la solicitud de patente titulada: **"EQUIPO Y MÉTODO PARA LA PREPARACIÓN DE EMULSIONES DE AGUA EN CRUDO VIVO"**.

Trámite: **2**
 Evento: **1**
 Actuación: **519**
 Folios: **3**
 Oficio: **6049**
 Solicitante: **ECOPETROL S.A**
 Fecha Solicitud: **27 DE JUNIO DE 2014**

RESPUESTA OFICIO No. **6049**

Respetado señor Director:

ILBA LUCIA GONZALEZ ZABALA, en mi condición de apoderada de la sociedad **ECOPETROL S.A.**, solicitante de la patente de la referencia, por medio de este escrito, dentro de los términos legales establecidos, doy repuesta al oficio No. **6049** relacionado en el asunto:

1. De la solicitud de patente

1.1. Título

Indica la Superintendencia que el título contiene el término "vivo" el cual no es claro y no aplica al campo técnico de la invención, por lo cual se sugiere hacer la corrección necesaria.

Corrección

Se modifica el título de la solicitud, retirando el término "vivo" y cambiándolo por el término "salmuera o agua de formación en crudo pesados", quedando de la siguiente forma:



DEPARTAMENTO DE GESTIÓN DE TECNOLOGIA

"Equipo y método para la preparación de emulsiones de agua, salmuera o agua de formación en crudo pesados."

1.2. Reivindicaciones (Art. 30 D486)

Se aduce que el capítulo reivindicatorio no es claro porque:

- a) Las reivindicaciones 1 y 9, presentan en el preámbulo el término "vivo", el cual no es claro y no aplica al campo técnico de la invención se sugiere realizar aclaraciones al caso.

Corrección

Se retiró el término "vivo" y se cambió por "pesado" en las reivindicaciones 1 y 9, como en todo el texto de la memoria descriptiva, así:

Reivindicación 1. Un equipo para preparación de emulsiones de agua en crudo Pesado caracterizado porque contiene: Dos bombas de desplazamiento positivo - manuales y/o automáticas (B1, B2), dos cilindros conectados, un cilindro receptor (C3) cargado inicialmente con la pre-mezcla y un cilindro (C2) que está conectado a la bomba de desplazamiento positivo (1), desde este último cilindro (C2) se conectan estos cilindros (C3, C2) por dos válvulas de aguja (V4, V5) y un filtro (F1) ubicados en línea, y en paralelo a estos una válvula (V6) y un filtro (F2) conectados todos por una unión "te" (T1) que se conecta finalmente a dicho cilindro receptor (C3) que está unido a una bomba de desplazamiento positivo (B2) y opcionalmente el equipo puede contar con un Regulador de contrapresión.

Reivindicación 9. Un método para la preparación de emulsiones de agua en crudo Pesado caracterizado porque que se compone de las siguientes etapas:

- b) También se sugiere que los términos de las reivindicaciones 3, 8 y 9, "cualquier cilindro", "a alta", "alta", "por cualquier dispositivo", "al menos", "por lo menos", "la cantidad de aceite necesaria", "volumen de emulsión requerido", "una presión superior a la presión de burbuja", "misma condición", "mínimo en", "por encima", "misma presión", "se observe", "presión constante", "condición de presión establecida", "ajustar la presión de este dispositivo", "hasta la temperatura deseada", "tamaño de gota requerido", son imprecisos, por lo cual no permite distinguir la invención del estado de la técnica; en consecuencia, se sugiere sustituirlo por un término preciso o un rango concreto.

Corrección

Se cambiaron los términos esbozados en las reivindicaciones 3, 8 y 9, por términos más precisos, así como se indicaron rangos concretos, así:

Reivindicación 3. El equipo para preparación de emulsiones según la reivindicación 1 caracterizado porque los cilindros (C1, C2 y C3) son de pistón flotante de desplazamiento positivo además pueden ser cilindros diseñados para la operación a



DEPARTAMENTO DE GESTIÓN DE TECNOLOGIA

presiones hasta 137,89 MPa y temperaturas hasta 200 °C (473, 15 °K) y donde el cilindro C3 tiene doble válvula de control que permita el drenaje de fluidos.

Reivindicación 8. Un sistema de preparación de pre-mezclas que comprende una bomba (B1) conectada a una "te" (T2) con dos ramas, la primera conectada a un cilindro que contiene agua o salmuera o agua de formación (C1) que se conecta a una válvula (V1) e inmediatamente a una te (T1) ubicada en el centro con tres ramificaciones la segunda y central se conecta con un cilindro receptor (C3) que tiene en su cara superior una válvula de aguja (V3), este cilindro receptor (C3) está conectado a una bomba (B2), la tercera ramificación de (T1) se conecta con un cilindro (C2) que contiene crudo u otro fluido hidrocarburo a través de la válvula V2 y este Cilindro C2 se conecta a una bomba (B1) por medio de la "te" (T2).

Reivindicación 9. Un método para la preparación de emulsiones de agua en crudo Pesado caracterizado porque que se compone de las siguientes etapas:

- c) Las reivindicaciones 3 a 7 y 9, presentan características funcionales del método como lo es: "que permita el drenaje de fluidos", "para obtener el volumen de emulsión requerido", "para las pruebas a una presión superior a la presión de burbuja del aceite utilizado (mínimo 13789,52 Kpa)", "a fin de llenar las líneas de conexión", "para purgar la salmuera o agua de formación inyectada", "para el control de la presión", "y reservarlo para la realización de las pruebas requeridas", "para obtener el tamaño de gota requerido", "y garantizar la estabilidad de la presión", "para la operación a alta presión", "y operan a alta presión y control de flujo", "diseñado para mantener la presión del cilindro receptor", "diseñados para operar a alta presión", "para obtener el contenido de agua de interés para la emulsión objetivo", "para la preparación de la emulsión", es importante recordar que aunque estas características funcionales pueden ir dentro de las reivindicaciones, su función es dar claridad a las mismas, por lo que no le pueden dar novedad o nivel inventivo ya que no se consideran características técnicas esenciales.

Corrección

Se cambiaron los términos esbozados en las reivindicaciones 3 a 7 y 9, que permitan dar claridad a las mismas, con el fin de dar novedad o nivel inventivo.

- Ver capítulo reivindicatorio modificado (Reivindicación 9)

- d) En la reivindicación 9, las expresiones: "Ajustar la presión", "Hacer vacío", "Ajustar el arreglo", son generales y no definen con claridad las cantidades o productos a los cuales se refieren, por lo tanto, incluyen todas las posibles alternativas presentes o futuras, se sugiere reemplazarlo por las características esenciales para definir con precisión lo que se desea proteger.

Corrección

Se cambiaron los términos contenidos en la reivindicación 9, por términos que dan características esenciales y precisión.



DEPARTAMENTO DE GESTIÓN DE TECNOLOGIA

- Ver capítulo reivindicatorio modificado (Reivindicación 9)
- e) En la reivindicación 9 las expresiones "que permita la cuantificación", "cuantificar el volumen drenado de salmuera o agua de formación", "Cuantificar el volumen de aceite inyectado", no es claro que parte del equipo es el encargado de realizar la acción, se sugiere realizar aclaraciones al caso.

Corrección

Se cambiaron los términos descritos en la reivindicación 9 por términos que dan características esenciales y precisión.

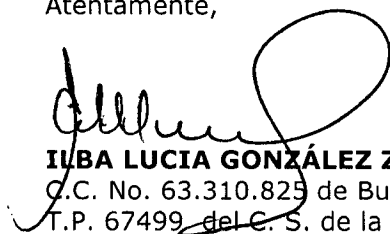
- Ver capítulo reivindicatorio modificado (Reivindicación 9)

Teniendo en cuenta que se encuentran cumplidos en su totalidad los requisitos formales contenidos en los artículos 26 y 27 de la Decisión 486 conforme a lo previsto en el artículo 38 de la misma Decisión, atentamente solicito se continúe con el trámite de la presente solicitud.

ANEXOS

- Memoria descriptiva modificada con el Capítulo Reivindicatorio modificado.

Atentamente,



ILBA LUCIA GONZÁLEZ ZABALA
C.C. No. 63.310.825 de Bucaramanga
T.P. 67499 del C. S. de la J.

RESUMEN

La presente invención revela cómo preparar, para luego analizar, emulsiones agua/ crudo (u otro líquido hidrocarburo) que emulen las emulsiones naturales a condiciones de yacimiento y que además sean lo suficientemente estables para luego estudiarlas en laboratorio. Para esto suministra un equipo y un protocolo para la preparación de dichas emulsiones.

El equipo está compuesto, entre otros, por cilindros de pistón flotante de desplazamiento positivo (C1, C2 y C3), que son cualquier cilindro diseñado para la operación a alta presión y alta temperatura, cualquier cilindro diseñado para la operación a alta presión que tenga una precisión en volumen mínimo de $1.0 \times 10^{-7} \text{ m}^3$ (0.1 cm^3), bombas de desplazamiento positivo (manuales y/o automáticas), válvulas –manuales y/o automáticas, cualquier válvula diseñada para operar a alta presión y que sea especialmente diseñada para el control de flujo, conexiones (líneas, te, conectores), cualquier componente diseñado para operar a alta presión que, por seguridad en su uso o manipulación, cumpla con estándares internacionales de fabricación, un regulador de contra presión, cualquier dispositivo diseñado para mantener la presión del cilindro receptor y que puede emplearse como reemplazo de una bomba de desplazamiento positivo, filtros, filtros metálicos o de otro material diseñados para operar a alta presión y con tamaños de orificio entre 0.5 y 100 micras.

Adicionalmente, la solicitud presenta el protocolo o método para la preparación de emulsiones que contiene las siguientes etapas:

Etapas a. Preparación de fluidos y de equipos

Etapas b. Preparación de la pre-mezcla

Etapas c. Montaje y puesta a punto del equipo

Etapas d. Preparación de la emulsión

EQUIPO Y MÉTODO PARA LA PREPARACIÓN DE EMULSIONES DE AGUA, SALMUERA O AGUA DE FORMACIÓN EN CRUDO PESADOS

OBJETO DE LA INVENCION

La presente invención se ubica, pero no se limita, dentro del sector petrolero en el área de producción de pozos y específicamente pertenece al área tecnológica y científica de sistemas dispersos a alta presión.

ESTADO DE LA TÉCNICA

En la actualidad todos los procesos de preparación de emulsiones a alta presión en la industria del petróleo se realizan a partir de dos tipos de tecnologías base, estas tecnologías a grandes rasgos son:

El equipo Realview de Schlumberger (figura 1) que está conformado por dos cilindros concéntricos, el interno móvil y accionado por un motor eléctrico y el externo que es completamente inmóvil; los fluidos de trabajo que son agua y aceite se cargan en el espacio ubicado entre los dos cilindros. Este equipo está fundamentado en la teoría Taylor-Coutte para aplicar un esfuerzo de corte circular (torque) al cilindro interno móvil. El equipo actualmente se utiliza para estudiar la depósito de parafinas y asfaltenos.

Por otro lado, la tecnología suministrada en el equipo de "statoil" (figura 2) se fundamenta en el principio de "homogenización a alta presión" y se basa en el mezclado y esfuerzo de corte que puede hacer una válvula de estrangulamiento. La operación está basada en el principio de que dos fluidos presurizados (agua y aceite) se junten y fluyan a través de un sistema de válvulas, experimentando caídas de presión, lo cual se espera que genere la fuerza de corte necesaria para crear interfaces entre el agua y el aceite. Las emulsiones reportadas son estables sólo por minutos.

En el estado del arte se conoce el documento US2004255649 que se relaciona con un método para medir una emulsión o deposición de sólidos en una muestra de fluido, que comprende cargar la muestra a un dispositivo Couette; someter la muestra en el dispositivo Couette a una presión, una temperatura, y un corte comparable a las condiciones del campo; cambiar por lo menos uno de la presión, temperatura, composición, o corte de la muestra; y cuantificar el tipo y la cantidad de sólidos depositados en las paredes internas del dispositivo Couette. También se divulgan dispositivos para ser usados en el método.

De otra parte, el documento KR101000070 menciona un dispositivo para la fabricación de aceite en emulsión que comprende una primera unidad mezcladora a alta velocidad, una segunda unidad mezcladora de alta velocidad, una banda de retorno que conecta las mezcladoras, y una pluralidad de osciladores, donde la primera unidad mezcladora de alta velocidad incluye una primera unidad central que incluye una unidad de agujero hueco y más de una micro boquillas; una primera unidad anular conectada a la primera unidad central utilizando las micro boquillas; una tubería de agua que inserta agua a la primera unidad anular; y una tubería de crudo que inserta crudo a la primera unidad anular.

También se conoce el documento CN102086405 que divulga un dispositivo de simulación de prueba dinámica de desalación electrónica de crudos, donde después que el crudo es precalentado en un tanque, la tasa de flujo de una bomba de crudo se regula por medio de un medidor de flujo, el crudo es bombeado en el calentador, el crudo se calienta rápidamente y fluye dentro de la tubería, un quebrador de emulsión y agua se bombean en la tubería por medio de

una bomba de inyección antes que el crudo ingrese a un mezclador estático, el quebrador de emulsión y el agua, después de haberse mezclado completamente en el mezclador micro estático, ingresan a un tanque de corriente de desalación de corriente altera y un tanque de desalación de alta velocidad o el crudo se desala y se deshidrata de forma electrónica o a alta velocidad de acuerdo con los requerimientos, y el crudo tratado es recolectado por medio de un tanque de recolección o se recicla de forma continua. EL dispositivo simula completamente las condiciones de operación para ser usado en refinerías y campos petroleros.

Finalmente, el documento US2011203353 se refiere a sistemas y métodos para determinar la efectividad de un inhibidor de deposición de asfalteno en aplicaciones de campos petroleros, donde dichos métodos típicamente comprenden los pasos de introducir un fluido de pozo en un sistema microfluídico o milifluídico; introducir una mezcla de un inhibidor de deposición de asfalteno y portador en el sistema microfluídico; introducir un agente de precipitación, que comprende típicamente heptano, en el sistema microfluídico; y opcionalmente introducir tolueno en el sistema microfluídico; luego observar la presencia o ausencia de agregación de asfalteno dentro del sistema microfluídico.

En contraste a estas tecnologías, el equipo desarrollado y presentado en la presente invención esta solicitud es un enfoque diferente a lo encontrado en la literatura. Es diferente al "realview" de la compañía Schlumberger, y de igual modo es diferente al "setup" de la empresa Statoil. Ninguno de los equipos referidos anteriormente utiliza el principio de microfluización como se describirá a continuación.

Esta tecnología utiliza la preparación de una pre-mezcla (agua-aceite) como proceso preliminar para la creación de área interfacial entre las fases aceite y agua. Esta área interfacial disminuye de tamaño mediante la combinación de las técnicas de homogenización a alta presión y microfluidización, utilizando la caída de presión por el uso de válvulas, codos, líneas y "tes" (homogenización a alta presión) y utilizando adicionalmente filtros de diferentes tamaños de orificio, que internamente producen una combinación de efectos entre caída de presión y cambios de dirección y velocidad del fluido (microfluidización). La mencionada tecnología permite obtener emulsiones que permanecen estables, aún después de meses de haber sido preparadas.

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

Las emulsiones de agua en crudo pesado son un problema en la producción de pozos y campos de crudo pesado, pues al formarse en la cara del pozo reducen la productividad debido al incremento de viscosidad ocasionado por la emulsificación del agua. Ahora, como parte de una solución tecnológica para algunos campos de producción en Colombia se planteó la necesidad de estudiar la reología de las emulsiones agua en crudo Pesado, el problema particular al que se enfrenta este concepto es cómo preparar, para luego analizar, emulsiones agua/ crudo que emulen las emulsiones naturales a condiciones de yacimiento y que además sean lo suficientemente estables para poder tener el tiempo de estudiarlas en laboratorio. Por lo tanto, se profundizó en el estudio de sistemas emulsionados agua/ crudo Pesado para poder entender el impacto de las emulsiones y discriminar mejor la contribución de dichas emulsiones a los problemas de productividad de pozos en campos petroleros Colombianos como los de Chichimene, Caño Sur, Castilla, Akacias, etc.

En este contexto, el Instituto Colombiano del Petróleo (ICP) ha adquirido experiencia y también posee equipos del tipo reómetros y demás para la preparación y estudio de emulsiones en crudo muerto (sin gas) a condiciones de transporte, pero no poseía equipos ni metodologías disponibles que permitieran preparar y estudiar las emulsiones de crudos Pesados originales (con gas) a condiciones de yacimiento y cara de pozo.

Este mismo instituto ha venido trabajando en el estudio de emulsiones en crudos Pesados, pues alrededor del 90% de los fluidos son crudos pesados emulsionados debido al medio poroso del reservorio, la caída de presión durante el muestreo, a los perforados del pozo, a la presencia de surfactantes naturales (asfáltenos, ácidos, etc.) y sólidos que estabilizan las emulsiones.

Por lo anterior, las condiciones planteadas como mínimas a ser tenidas en cuenta en el desarrollo del equipo y el protocolo fueron las siguientes:

- Debía operar a condiciones de presión y temperatura que cubrieran al menos el rango típico de los yacimientos de crudo pesado en Colombia ($T \leq 148,89\text{ }^{\circ}\text{C}$ [300°F]; $P \leq 68,95\text{ MPa}$ [$10,000\text{ psi}$]) Comúnmente los pozos están a temperaturas cercanas a los $93,333\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($200\text{ }^{\circ}\text{F}$) y presiones cercanas a $27,58\text{ MPa}$ (4000 psi).
- Debía asegurarse de que el crudo pesado no cambiara su composición durante el proceso completo de emulsificación, por lo tanto en la preparación de las emulsiones la presión no podía ser inferior a la presión de burbuja del crudo medida experimentalmente.
- La emulsión que se preparara debía ser lo suficientemente estable que permitiera su estudio reológico en un viscosímetro capilar o su estudio termodinámico en una celda PVT; con el propósito de generar datos experimentales para reportar inmediatamente o usar dichos datos experimentales para el desarrollo de modelos reológicos y termodinámicos para interpolación/extrapolación a otras condiciones de cortes de agua no estudiadas experimentalmente.

En la actualidad la preparación y estudio de emulsiones agua/crudo pesado es ofrecida comercialmente por la compañía Schlumberger usando el equipo ya reseñado llamado Realview. Este equipo fue diseñado para estudios de depositación de parafinas y asfáltenos (Patent US 6,959,588 B2; Nov. 1, 2005), sin embargo también es utilizado para estudios de emulsiones.

Existía la necesidad de un equipo que permitiera estudiar el impacto de las emulsiones sobre la producción y transporte de fluidos en campos petroleros y que proporcionara información para el dimensionamiento robusto de bombas y equipos de subsuelo y superficie que son impactados por la viscosidad de los fluidos producidos.

Para satisfacer esta necesidad la presente invención proporciona una tecnología que contiene un equipo y protocolo para la preparación de emulsiones mediante técnica de microfluidización a alta presión. La tecnología que se presenta emplea la preparación de una pre-mezcla (agua-aceite) como proceso preliminar para la creación de área interfacial entre las fases aceite y agua. Esta área interfacial disminuye de tamaño mediante la combinación de las técnicas de homogenización a alta presión y microfluidización, utilizando la caída de presión por el uso de válvulas, codos, líneas y "tes" (homogenización a alta presión) y utilizando adicionalmente filtros de diferentes tamaños de orificio, que internamente producen una combinación de efectos entre caída de presión y cambios de dirección y velocidad del fluido (microfluidización).

El efecto que se produce con la presente invención es que permite realizar a escala de laboratorio la emulsificación con las siguientes características:

- Es posible utilizar crudos pesados sin gas (también conocidos como "crudos muertos") y crudos pesados con gas (también conocidos como "crudos vivos") a condiciones variables de presión y temperatura sin que se presente cambio en la composición total de los crudos pesados base. También se pueden utilizar aceites o fluidos hidrocarburos de naturalezas diferentes a los propios de la industria del petróleo.
- Se puede realizar de manera repetible puesto que los contenidos de agua de la emulsión obtenida, y que son verificados experimentalmente mediante las técnicas existentes, son muy cercanos a los contenidos de agua de la emulsión objetivo.

- Los tamaños de gota pueden variar entre 0.5 y 100 micras.
- Las emulsiones son muy estables y por tanto no se observa separación de agua libre aún después de meses de haber sido preparadas.

Finalmente, frente al efecto del uso de esta tecnología, la utilización de esta tecnología impacta directamente los estudios de daños a la formación y la productividad de pozos petroleros, dado que puede ser usada para reducir la incertidumbre sobre el verdadero efecto de la formación de emulsiones en campos de crudo pesado, adicionalmente esta tecnología tiene el potencial de poder ser usada para el estudio de químicos inhibidores de las emulsiones.

DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

Con el objeto de ayudar a una mejor comprensión de las características del invento y para complementar la descripción que se está realizando, y de acuerdo con un ejemplo preferente de realización práctica del mismo, se acompaña, como parte integrante de dicha descripción, de un juego de dibujos en donde con carácter ilustrativo y no limitativo, se ha representado lo siguiente:

La figura 1 muestra el equipo "Realview" de Schlumberger.

La figura 2 revela el equipo "setup" de la empresa Statoil.

La figura 3 proporciona una vista del diseño 1 del equipo y protocolo para la preparación de emulsiones.

La figura 4 es una vista del diseño 2 del equipo y protocolo para la preparación de emulsiones.

La figura 5 muestra una modificación al diseño 2 del equipo y protocolo para la preparación de emulsiones.

La figura 6 brinda un esquema del diseño 3 del equipo y protocolo para la preparación de emulsiones.

La figura 7 es un esquema del diseño final del equipo y protocolo para la preparación de emulsiones.

La figura 8 revela un esquema de la preparación de las pre-mezclas del equipo y protocolo para la preparación de emulsiones.

La figura 9 muestra el sistema de válvulas del diseño final del equipo y protocolo para la preparación de emulsiones.

La figura 10 son imágenes al microscopio de dos fracciones que corresponden a emulsión agua en crudo que tienen contenidos de agua casi idénticos.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

Para la obtención del diseño final del equipo y protocolo para la preparación de emulsiones de forma consecutiva se obtuvieron tres (3) diseños a manera de prueba y que para la adecuada comprensión de la invención todos se describen a continuación:

Diseño 1 (figura 3)

El primer diseño implementado consistió en una adaptación del equipo de Statoil utilizando dispositivos y equipos de fácil consecución.

- **Objetivo:** Verificar la efectividad del montaje de este primer diseño para dispersar agua en crudo y determinar si ocurría el fenómeno de emulsificación.
- **Experimentos:** Se realizaron 11 pruebas con crudo pesado de 11º API y salmuera sintética con la salinidad equivalente de 6500 ppm de sodio (ppm es “partes por millón”). Relaciones entre 5 y 25% (volumen/volumen) de agua/ crudo.
- **Resultados:** No se pudo lograr la estabilización en el diferencial de presiones ΔP . Se estableció que para mantener la caída de presión deseada era necesario variar los caudales de las bombas durante las corridas y/o variar la apertura de la válvula. Además, No hubo dispersión del agua en el crudo (emulsificación), se evidenció una apreciable separación de las fases con presencia de agua libre (sistema inestable).

Diseño 2 (figura 4)

Con el fracaso del primer diseño se revisó de nuevo la bibliografía y se encontró que por ejemplo en la industria de los alimentos usan unas válvulas que provocan cambios de dirección (aceleración) en el flujo dentro de la mismas, los cuales son los responsables de poder lograr la dispersión de una fase en la otra, esto se conoce como microfluidización. La válvula micrométrica del primer diseño no cumple con ello. Se usaron entonces filtros metálicos de alta presión (F1 en la figura 4) de 100, 40 y 10 micras (100 para la pre-mezcla y 100, 40 y 10 para la recirculación)

- **Objetivo:** Verificar la efectividad del montaje de este segundo diseño para dispersar agua en crudo y determinar si ocurría el fenómeno de emulsificación.
- **Experimentos:** Se realizaron 6 pruebas con crudo pesado de 11º API y salmuera sintética con la salinidad equivalente de 6500 ppm de sodio. Todas a 25% (volumen/volumen) de agua/ crudo.
- **Resultados:** Se eliminó el sistema digital de lectura de diferenciales “SMAR” (sistema que lleva el nombre la compañía que lo fabrica) porque las caídas de presión superaban su rango de uso. Los diferenciales de presión, ΔP , se monitorearon con el manómetro de la bomba. No hubo dispersión del agua en el crudo (emulsificación), se evidenció presencia de “baches” de agua-crudo al final de la preparación (sistema inestable).

Modificación al diseño 2 (figura 5)

Consistió en un cambio al montaje con el fin de favorecer la recirculación mediante el uso de dos filtros (F1 y F2 en la figura 5), uno para cada sentido de flujo, y un sistema de válvulas para cambiar el sentido de flujo de las bombas (V1 a V6 en la figura 5).

- **Objetivo:** Verificar la efectividad del montaje de esta modificación al segundo diseño para dispersar agua en crudo y determinar si ocurría el fenómeno de emulsificación.
- **Experimentos:** Se realizó una (1) prueba con crudo pesado de 11º API y salmuera sintética con la salinidad equivalente de 6500 ppm de sodio. A 25% (volumen/volumen) de agua/ crudo. La “emulsión” final preparada se drenó a tres balones para medir tamaños de gota.

- Resultados: Durante el drenado para la medición de tamaños de gota se encontró nuevamente la presencia de agua libre, llevando a la necesidad de seguir rediseñando el equipo y la metodología de preparación de las emulsiones.

Diseño 3 (figuras 6 y 9)

En este tercer diseño se eliminó el sistema mecánico o electrónico para el control de presión “back pressure” a fin de poder usar caudales grandes y también se empleó una bomba dúplex para controlar el cilindro inyector y el receptor durante las recirculaciones.

- Objetivo: Verificar la efectividad del montaje de este tercer diseño para dispersar agua en crudo y determinar si ocurría el fenómeno de emulsificación estable.
- Experimentos: Se Realizaron tres (3) pruebas con crudo pesado de 11º API y salmuera sintética con la salinidad equivalente de 6500 ppm de sodio a una proporción del 20% (volumen/volumen) de agua/ crudo. Dos (2) de las tres (3) emulsiones se prepararon para estudiar su estabilidad, extrayendo de cada una de ellas 15 mL/ día y midiendo contenido de agua (por el método normalizado Karl Fischer) y tamaño de gota (con el equipo comercial usado para la determinación de distribuciones de tamaño de partícula “particle sizing instrument” conocido como “MASTERSIZER”).
- Resultados: La primera de las tres (3) emulsiones fue estable por 8 días y la segunda por 14 días, tiempo suficiente para mediciones reológicas y algunas propiedades PVT. La tercera emulsión fue drenada en su totalidad para estudiar la homogeneidad de la emulsión. No obstante, se presentó agua libre en la última porción extraída.

Diseño final (figuras 7 a 9)

Modificación al diseño tres (3). La recirculación se siguió realizando conforme a los esquemas anteriores pero la modificación al tercer (3) diseño y la metodología es que se cambió el proceso de pre-mezcla y se realizó como se muestra en la Figura 8. Entonces, las Figuras 7 a 9 constituyen el diseño final de la presente invención.

- Objetivo: Verificar la efectividad de esta modificación al diseño tres (3) para dispersar agua en crudo y determinar si ocurre el fenómeno de emulsificación estable.
- Experimentos: Se Realizaron dos (2) pruebas con crudo pesado de 11º API. La salmuera sintética fue de salinidad equivalente de 6500 ppm de sodio a una proporción del 20% (volumen/volumen) de agua/ crudo.
- Resultados: En las 2 emulsiones no hubo presencia de agua libre en toda la extensión de la mezcla. Las 2 emulsiones continuaban estables por periodos muy largos de tiempo, inclusive en el rango de meses. Para una de las emulsiones se midió, utilizando un viscosímetro capilar, la viscosidad a tres fracciones o baches extraídos de la misma; arrojando como resultado diferencias en viscosidades menores al 3%. En ambas emulsiones las fracciones o baches extraídos tienen prácticamente el mismo contenido de agua (diferencias menores a 1% entre fracciones de la misma emulsión) aunque las gotas tienen diferencias en tamaño; sin embargo, estas diferencias en el tamaño de gota no afectaron la viscosidad de manera marcada, puesto que las diferencias en viscosidades medidas entre las tres fracciones analizadas no superaron el 3%.

COMPONENTES DEL EQUIPO

Todos los dispositivos descritos a continuación deben tener la capacidad de operar como mínimo a las condiciones de presión y temperatura descritas anteriormente. Los elementos que componen el equipo son los que se describen a continuación:

- Cilindros de pistón flotante de desplazamiento positivo (C1, C2 y C3). Cualquier cilindro diseñado para la operación a alta presión y alta temperatura, que cumpla como mínimo con las siguientes especificaciones: certificación internacional (DOT/UC), diseñado con el mínimo volumen muerto ("no útil") posible, mínima fricción posible entre la camisa del cilindro y el cuerpo del pistón durante el desplazamiento del pistón dentro de la camisa del cilindro. El cilindro C3 debe tener doble válvula de control que permita la extracción ("drenaje") de fluidos. Cualquier cilindro diseñado para la operación a alta presión que tenga una precisión en volumen mínimo de $1.0 \times 10^{-7} \text{ m}^3$ (0.1 cm³).
- Bombas de desplazamiento positivo -manuales y/o automáticas-
- Válvulas –manuales y/o automáticas-
- Cualquier válvula diseñada para operar a alta presión y que sea especialmente diseñada para el control de flujo.
- Conexiones para alta presión (líneas, "tes" conectores). Cualquier componente diseñado para operar a alta presión y que, por seguridad en su uso y manipulación, cumpla con estándares internacionales de fabricación.
- Regulador de contrapresión "Back pressure regulator". Cualquier dispositivo diseñado para mantener la presión del cilindro receptor. Este dispositivo de regulación de presión se puede emplear como reemplazo de la bomba de desplazamiento positivo B2.
- Filtros metálicos o de otros materiales diseñados para operar a alta presión y con tamaños de orificio entre 0.5 y 100 micras.

El equipo para preparar las emulsiones en su diseño final está representado en la figura 7 y los elementos que lo componen están conectados de la siguiente forma:

Dos bombas de desplazamiento positivo -manuales y/o automáticas (B1, B2), dos cilindros conectados, un cilindro receptor (C3) cargado inicialmente con la pre-mezcla y un cilindro (C2) conectado a la bomba de desplazamiento positivo (B1), desde este último cilindro (C2) se conectan estos cilindros (C3, C2) por dos válvulas de aguja (V4, V5) y un filtro (F1) ubicados en línea, y en paralelo a estos una válvula (V6) y un filtro (F2) conectados todos por una unión "te" (T1) que se conecta finalmente a dicho cilindro receptor (C3) que está unido a una bomba de desplazamiento positivo (B2) y opcionalmente el equipo puede contar con un Regulador de contrapresión.

El sistema de preparación de pre-mezclas del diseño final (figura 8) está conformado así:

Un sistema de preparación de pre-mezclas que comprende una bomba (B1) conectada a una "te" (T2) con dos ramas, la primera conectada a un cilindro que contiene agua o salmuera o agua de formación (C1) que se conecta a una válvula (V1) e inmediatamente a una te (T1) ubicada en el centro con tres ramificaciones la segunda (y central) se conecta con un cilindro receptor (C3) que tiene en su cara superior una válvula de aguja (V3), este cilindro receptor (C3) está conectado a una bomba manual (B2), la tercera ramificación de (T1) se conecta con un cilindro (C2) que contiene crudo u otro fluido hidrocarburo a través de la válvula V2 y este Cilindro C2 se conecta a una bomba manual (B1) por medio de la te (T2).

El sistema de válvulas correspondiente a este diseño final (figura 9) está compuesto y conectado de la siguiente forma:

Una bomba (B1B) que esta comunicada por medio de una "te" (T2) inicialmente a dos válvulas de agujas (V2, V5) en serie que están comunicadas con la línea (L2) de crudo o fluido hidrocarburo y después por la misma "te" (T2) con la válvula de aguja (V6) que se comunica con la línea (L3) de pre-mezcla. Adicionalmente otra bomba (B1A) de la misma forma está conectada por medio de una "te" (T3) inicialmente a las válvulas de agujas (V3 y V6) en línea y comunicadas con la línea (L3) de pre-mezcla y también B1A está comunicada por la misma "te" (T3) con la válvula de aguja (V5) que se conecta a la línea (L2) de crudo.

CONDICIONES DE OPERACIÓN

El equipo está diseñado para la operación a presiones hasta de 137,89 MPa (20000 psi) y temperaturas hasta de 200 °C (473.15°K, 392°F).

La presión mínima de operación del sistema está definida por la presión de burbuja del crudo o fluido hidrocarburo utilizado. Esta presión de burbuja se determina experimentalmente a priori usando tecnologías bien conocidas en la industria química y del petróleo.

El método o procedimiento por etapas para la preparación de emulsiones es el siguiente:

Etapas A. PREPARACIÓN DE FLUIDOS Y DE EQUIPOS

Etapas B. PREPARACIÓN DE LA PRE-MEZCLA

Etapas C. MONTAJE Y PUESTA A PUNTO DEL EQUIPO

Etapas D. PREPARACIÓN DE LA EMULSIÓN

A continuación se definen cada una de las etapas que componen el método o protocolo de preparación de emulsiones.

Etapas A. PREPARACIÓN DE FLUIDOS Y DE EQUIPOS

1. Transferir al cilindro C2 el crudo o fluido hidrocarburo a ser emulsionado entre el 0 y el 50% del volumen del cilindro C2. Si es un crudo o fluido hidrocarburo con gas disuelto la transferencia debe realizarse a una presión superior a la presión de burbuja del mismo (normalmente 2000 psi (13,79 MPa) por encima de dicha presión de burbuja) [Lo anterior se hace con el fin de garantizar que no exista liberación del gas presente en el aceite hidrocarburo; dicha presión de burbuja del fluido hidrocarburo a ser emulsionado debe ser determinada a priori experimentalmente; lo cual es un procedimiento experimental ampliamente conocido en el estado del arte de la industria química y del petróleo]. Si se trata de un crudo o cualquier otro tipo de fluido hidrocarburo sin gas disuelto, realizar la transferencia a mínimo 1000 psi (6,89 MPa) y como máximo 137,89 MPa.
2. Cargar la muestra de agua o salmuera o agua de formación en el cilindro C1, y presurizar dicho cilindro a la misma condición de presión del cilindro C2 (numeral 1).
3. Realizar el montaje como se muestra en la figura 8 cuando se tengan dos bombas de desplazamiento positivo; o reemplazar la bomba B2 por un "back pressure regulator" (regulador de contrapresión). Los cilindros C1 y C2 se pueden ubicar en posición horizontal o vertical; el

cilindro C3 debe ubicarse en posición vertical. Verificar que el sistema no presente escapes de fluido.

4. Conectar una bomba de vacío a la válvula V3 del Cilindro C3 y evacuar el aire presente. Para lo cual se requiere tener abiertas la válvula V3, las válvulas del cilindro C3 (principal y auxiliar) y las válvulas V1 y V2.

5. Presurizar con la bomba B2 el cilindro C3 hasta alcanzar la misma presión de los cilindros C1 y C2. En el caso de que la bomba B2 sea reemplazada por un regulador de contrapresión "back pressure regulator", la presurización del cilindro C3 se debe realizar con la bomba B1.

6. Cerrar las válvulas V1, V2, V3 y las válvulas principal y auxiliar del cilindro C3.

7. Abrir la válvula del cilindro C1, a fin de llenar las líneas de conexión con el fluido acuoso contenido en el mismo cilindro C1, y también llenar el volumen disponible entre el pistón al final de carrera del cilindro C3 y el tope del mismo; durante el llenado se debe controlar la presión del cilindro C1 usando la bomba B1, de tal forma que se mantenga a la presión del numeral 1 (presión de transferencia).

8. Abrir la válvula V1 controlando que la presión del sistema se mantenga a la presión del numeral 1.

9. Abrir la válvula V2 controlando con la bomba B1 de que la presión del sistema se mantenga a la presión del numeral 1.

10. Abrir la válvula principal del cilindro C3 controlando mediante la bomba B2 que la presión se mantenga a la presión del numeral 1.

11. Abrir la válvula auxiliar del cilindro C3 controlando mediante B2 (o B1 en el caso de que se esté usando un back pressure regulator) que la presión del sistema se mantenga a la presión del numeral 1.

12. Medir el volumen de agua o salmuera o agua de formación empleado en el llenado de líneas y en el llenado del volumen representado ("volumen muerto") entre el pistón al final de carrera del cilindro C3 y el tope del mismo cilindro C3.

13. Cerrar la válvula superior e inferior del cilindro C1 y la válvula V1.

14. Conectar hidráulicamente el cilindro C2 con la bomba B1 y asegurar que el cilindro se encuentre a la presión especificada en el numeral 1.

15. Abrir la válvula superior del cilindro C2 manteniendo estable la presión a la presión de transferencia (numeral 1), esperar a que la presión de los dos cilindros (C3 y C2) se establezca a la presión especificada en el numeral 1.

16. Abrir la válvula V2 y estabilizar la presión del sistema a la presión especificada en el numeral 1.

17. Abrir la válvula V3 del cilindro C3 para extraer el agua o salmuera o agua de formación inyectada. Durante la operación se debe controlar la presión del cilindro C2 con la bomba B1 para mantener la presión a la de transferencia especificada en el numeral 1. Controlar la presión del cilindro C3 para que no sea en ningún momento inferior del valor establecido en el numeral 1, para ello se debe controlar el flujo del fluido extraído (agua, salmuera o agua de formación) mediante el uso de la válvula V3 y con la ayuda de la bomba B2 (o B1 en el caso de que se esté usando un back pressure regulator). El agua o la salmuera o el agua de formación extraída por la válvula V3 se deposita en un recipiente graduado para medir el volumen. El retiro de agua o

salmuera o agua de formación se realiza hasta que se observe visualmente la presencia de hidrocarburo y se procede entonces a cerrar V3.

18. Utilizando la bomba B1 presurizar el cilindro C2 al el valor establecido en el numeral 1.
19. Cerrar la válvula V2.
20. Medir el volumen de aceite inyectado.
22. Cerrar la válvula auxiliar del cilindro C3 y retirar del montaje la válvula V3.
23. Abrir las válvulas superior e inferior del cilindro C1 para mantener mediante la bomba B1 la presión en el cilindro C1 en el valor establecido en el numeral 1.

Etapas B. PREPARACIÓN DE LA PRE-MEZCLA

1. Presurizar los cilindros C1, C2 y C3 al valor establecido en el numeral 1 de la Etapa A (presión de transferencia).
2. Realizar los cálculos para determinar los volúmenes de agua y aceite requeridos para preparar la pre-mezcla en forma de batches (porciones) y el número de batches (porciones) requeridos. Estos volúmenes están condicionados a la cantidad en volumen de emulsión que se desea preparar y al contenido de agua en volumen que se desea que tenga la emulsión [i.e., (volumen de agua o salmuera o agua de formación)/ (volumen de agua o salmuera o agua de formación + volumen de aceite o fluido hidrocarburo a ser emulsionado)].
3. Abrir la válvula V1.
4. Inyectar isobáricamente (presión cuasi-constante) desde C1 la primera porción (batch) de agua o salmuera o agua de formación, acorde con las proporciones establecidas en el numeral 2.
5. Cerrar la válvula V1.
6. Abrir la válvula V2.
7. Inyectar isobáricamente desde C2 la primera porción (batch) de aceite acorde con las proporciones establecidas en el numeral 2.
8. Cerrar la válvula V2.
9. Repetir los pasos 3 a 8 hasta que el número total de batches de crudo (o fluido hidrocarburo) y agua o salmuera o agua de formación calculados en el numeral 2 hayan sido inyectados.
10. Cerrar las válvulas del cilindro C3 (el cual contiene la pre-mezcla).

Etapas C. MONTAJE Y PUESTA A PUNTO DEL EQUIPO

1. Realizar montaje siguiendo la Figura 7
2. Con el propósito de evitar la segregación del agua por gravedad, ubicar en forma horizontal los cilindros C2 y C3 dentro del horno y realizar las conexiones acorde con la figura 7, los filtros deben instalarse con dirección de flujo opuesta [esta dirección de flujo de los filtros está establecida desde fábrica].

3. Mediante una bomba de vacío conectada a la válvula V6 (válvula de tres vías), realizar vacío a las conexiones y al arreglo de filtros (F1 y F2); el vacío debe realizarse hasta alcanzar una presión de -26 pulgadas de mercurio (-0.0880 MPa).
4. Verificar la presión de los cilindros C2 y C3 mediante una bomba de desplazamiento positivo, la presión debe ser igual al valor establecido en el numeral 1 de la etapa A.
5. Abrir la válvula superior del cilindro C3, verificar que exista conectividad hidráulica bomba-cilindro.
6. Abrir la válvula V5, verificar que exista conectividad hidráulica bomba-cilindro (C3).
7. Abrir la válvula V4, verificar que exista conectividad hidráulica bomba-cilindro (C3).
8. Abrir la válvula superior del cilindro C2, verificar que exista conectividad hidráulica bomba-cilindro (C2).
9. Presurizar el equipo en el valor establecido en la etapa A; en caso de utilizar un regulador de contrapresión, ajustar la presión de dicho regulador a la presión definida en el numeral 1 de la Etapa A.
10. Mediante horno de calentamiento, calentar el equipo isobáricamente manteniendo la presión de los cilindros C2 y C3, mediante las bombas B1 y B2, a la presión establecida en el numeral 1 de la Etapa A. Todo el equipo se calienta hasta la temperatura a la cual se requiere prepara la emulsión, entre temperatura de laboratorio y 200 °C (473,15 °K).

Etapla D. PREPARACIÓN DE LA EMULSIÓN

1. Establecer los modos de operación del sistema en alguna de las siguientes configuraciones:
 - Bombeo a caudal constante – extracción (drenaje) a presión constante.
 - Bombeo a presión constante – extracción (drenaje) a presión constante, garantizando que el diferencial de presión se encuentre entre 300 psi (2,068 MPa) y 3000 psi (20,68 MPa).
 - Bombeo a caudal constante – extracción (drenaje) a caudal constante, garantizando que el diferencial de presión se encuentre entre 300 psi (2,068 MPa) y 3000 psi (20,68 MPa).
2. Cerrar la válvula V4 y verificar que la válvula V5 esté abierta.
3. Bombear desde el cilindro C3 a través del filtro F1, hasta que la totalidad del fluido en C3 se encuentre en el cilindro C2.
4. Cerrar la válvula V5 y abrir la válvula V4.
5. Cambiar el arreglo de válvulas V4, V5 y V6 para invertir el sentido de flujo.
6. Bombear desde el cilindro C2 a través del filtro F2, hasta que la totalidad del fluido en C2 se encuentre en el cilindro C3.
7. Repetir el ciclo comprendido entre los pasos 3 a 7 de la etapa D hasta obtener el tamaño de gota requerido en el rango de 0.5 a 100 micras.
8. La emulsión final se almacena en el cilindro C3.

Experimento Adicional:

Finalmente se realizó 1 prueba con crudo de 14.1 °API. La salmuera sintética fue de salinidad equivalente de 6500 ppm ("partes por millón") de sodio. Relación de 25% (volumen/volumen) de agua/ crudo.

La emulsión preparada se drenó a condiciones ambiente y se caracterizó mediante observación en microscopio OLYMPUS BX53 para determinar el tipo de emulsión obtenida, se determinó el tamaño de gota mediante Mastersizer y se cuantificó el contenido de agua mediante la técnica de agua por destilación (ASTM D4006).

Resultados: La emulsión preparada fue homogénea en toda su extensión, puesto que las dos fracciones que corresponden a emulsión agua en crudo (figura 10), tienen contenidos de agua casi idénticos (y muy cercanos al esperado) y la distribución del tamaño de gota no tiene diferencias significativas.

Conclusión:

- Los resultados obtenidos indican que el diseño desarrollado e implementado permite realizar la emulsificación de agua en crudo pesado con gas o sin gas con las siguientes características:
- Se pueden utilizar crudos pesados sin gas ("crudos muertos") y crudos Pesados con gas ("crudos vivos") a condiciones variables de presión y temperatura sin que se presenten cambios en la composición total de los fluidos.
- El proceso de emulsificación se puede realizar de manera repetible, puesto que los contenidos de agua medidos experimentalmente son muy cercanos a los contenidos de agua calculados antes de la emulsificación.
- Los tamaños de gota obtenidos en el proceso de emulsificación varían en el rango de 0.5 a 100 micras.
- Las emulsiones son muy estables y por tanto no se observa separación de agua libre aún después de meses de haber sido preparadas.

Lo anterior es requisito fundamental para que dicho equipo sea usado para estudios del impacto de emulsiones sobre la productividad de pozos petroleros de crudo pesado; y obviamente el estudio de su posible inhibición.

CAPÍTULO REIVINDICATORIO

Reivindicación 1. Un equipo para preparación de emulsiones de agua en crudo Pesado caracterizado porque contiene: Dos bombas de desplazamiento positivo -manuales y/o automáticas (B1, B2), dos cilindros conectados, un cilindro receptor (C3) cargado inicialmente con la pre-mezcla y un cilindro (C2) que está conectado a la bomba de desplazamiento positivo (1), desde este último cilindro (C2) se conectan estos cilindros (C3, C2) por dos válvulas de aguja (V4, V5) y un filtro (F1) ubicados en línea, y en paralelo a estos una válvula (V6) y un filtro (F2) conectados todos por una unión "te" (T1) que se conecta finalmente a dicho cilindro receptor (C3) que está unido a una bomba de desplazamiento positivo (B2) y opcionalmente el equipo puede contar con un Regulador de contrapresión.

Reivindicación 2. El equipo para preparación de emulsiones según la reivindicación 1 caracterizado porque las bombas son de desplazamiento positivo manuales y/o automáticas

Reivindicación 3. El equipo para preparación de emulsiones según la reivindicación 1 caracterizado porque los cilindros (C1, C2 y C3) son de pistón flotante de desplazamiento positivo además pueden ser cilindros diseñados para la operación a presiones hasta 137,89 MPa y temperaturas hasta 200 °C (473, 15 °K) y donde el cilindro C3 tiene doble válvula de control que permita el drenaje de fluidos.

Reivindicación 4. El equipo para preparación de emulsiones según la reivindicación 1 caracterizado porque los cilindros (C1, C2 y C3) están diseñado para la operación a alta presión y pueden tener una precisión en volumen mínimo de $1.0 \times 10^{-7} \text{ m}^3$ (0.1 cm³).

Reivindicación 5. El equipo para preparación de emulsiones según la reivindicación 1 caracterizado porque las válvulas son manuales y/o automáticas y operan a alta presión y con control de flujo.

Reivindicación 6. El equipo para preparación de emulsiones según la reivindicación 1 caracterizado porque la bomba de desplazamiento positivo (B2) se reemplaza por cualquier dispositivo diseñado para mantener la presión del cilindro receptor.

Reivindicación 7. El equipo para preparación de emulsiones según la reivindicación independiente 1 caracterizado porque los filtros (F1, F2) son metálicos o de otro material diseñados para operar a alta presión y con tamaños de orificio entre 0.5 y 100 micras.

Reivindicación 8. Un sistema de preparación de pre-mezclas que comprende una bomba (B1) conectada a una "te" (T2) con dos ramas, la primera conectada a un cilindro que contiene agua o salmuera o agua de formación (C1) que se conecta a una válvula (V1) e inmediatamente a una te (T1) ubicada en el centro con tres ramificaciones la segunda y central se conecta con un cilindro receptor (C3) que tiene en su cara superior una válvula de aguja (V3), este cilindro receptor (C3) está conectado a una bomba (B2), la tercera ramificación de (T1) se conecta con un cilindro (C2) que contiene crudo u otro fluido hidrocarburo a través de la válvula V2 y este Cilindro C2 se conecta a una bomba (B1) por medio de la "te" (T2).

Reivindicación 9. Un método para la preparación de emulsiones de agua en crudo Pesado caracterizado porque se compone de las siguientes etapas:

Etapas A. Preparación de fluidos y de equipos que comprende las siguientes subetapas:

- 1) Transferir al cilindro C2 la cantidad de crudo o fluido hidrocarburo a ser emulsionado entre el 0 y 50% del volumen del cilindro C2 a una presión de transferencia entre la presión de burbuja del aceite utilizado y una presión de 137.89 MPa.
2. Cargar la muestra de agua o salmuera o agua de formación en el cilindro C1, y presurizar dicho cilindro a la misma condición de presión del cilindro C2 (numeral 1).
3. Realizar el montaje como se muestra en la figura 8 cuando se tengan dos bombas de desplazamiento positivo; o reemplazar la bomba B2 por un "back pressure regulator" (regulador de contrapresión). Los cilindros C1 y C2 se pueden ubicar en posición horizontal o vertical; el cilindro C3 debe ubicarse en posición vertical. Verificar que el sistema no presente escapes de fluido.
4. Conectar una bomba de vacío a la válvula V3 del Cilindro C3 y evacuar el aire presente. Para lo cual se requiere tener abiertas la válvula V3, las válvulas del cilindro C3 (principal y auxiliar) y las válvulas V1 y V2.
5. Presurizar con la bomba B2 el cilindro C3 hasta alcanzar la misma presión de los cilindros C1 y C2. En el caso de que la bomba B2 sea reemplazada por un regulador de contrapresión "back pressure regulator", la presurización del cilindro C3 se debe realizar con la bomba B1.
6. Cerrar las válvulas V1, V2, V3 y las válvulas principal y auxiliar del cilindro C3.
7. Abrir la válvula del cilindro C1, a fin de llenar las líneas de conexión con el fluido acuoso contenido en el mismo cilindro C1, y también llenar el volumen disponible entre el pistón al final de carrera del cilindro C3 y el tope del mismo; durante el llenado se debe controlar la presión del cilindro C1 usando la bomba B1, de tal forma que se mantenga a la presión del numeral 1 (presión de transferencia).
8. Abrir la válvula V1 controlando que la presión del sistema se mantenga a la presión del numeral 1.
9. Abrir la válvula V2 controlando con la bomba B1 de que la presión del sistema se mantenga a la presión del numeral 1.
10. Abrir la válvula principal del cilindro C3 controlando mediante la bomba B2 que la presión se mantenga a la presión del numeral 1.
11. Abrir la válvula auxiliar del cilindro C3 controlando mediante B2 (o B1 en el caso de que se esté usando un back pressure regulator) que la presión del sistema se mantenga a la presión del numeral 1.
12. Medir el volumen de agua o salmuera o agua de formación empleado en el llenado de líneas y en el llenado del volumen representado ("volumen muerto") entre el pistón al final de carrera del cilindro C3 y el tope del mismo cilindro C3.
13. Cerrar la válvula superior e inferior del cilindro C1 y la válvula V1.
14. Conectar hidráulicamente el cilindro C2 con la bomba B1 y asegurar que el cilindro se encuentre a la presión especificada en el numeral 1.
15. Abrir la válvula superior del cilindro C2 manteniendo estable la presión a la presión de transferencia (numeral 1), esperar a que la presión de los dos cilindros (C3 y C2) se establezca a la presión especificada en el numeral 1.

16. Abrir la válvula V2 y estabilizar la presión del sistema a la presión especificada en el numeral 1.
17. Abrir la válvula V3 del cilindro C3 para extraer el agua o salmuera o agua de formación inyectada. Durante la operación se debe controlar la presión del cilindro C2 con la bomba B1 para mantener la presión a la de transferencia especificada en el numeral 1. Controlar la presión del cilindro C3 para que no sea en ningún momento inferior del valor establecido en el numeral 1, para ello se debe controlar el flujo del fluido extraído (agua, salmuera o agua de formación) mediante el uso de la válvula V3 y con la ayuda de la bomba B2 (o B1 en el caso de que se esté usando un back pressure regulator). El agua o la salmuera o el agua de formación extraída por la válvula V3 se deposita en un recipiente graduado para medir el volumen. El retiro de agua o salmuera o agua de formación se realiza hasta que se observe visualmente la presencia de hidrocarburo y se procede entonces a cerrar V3.
18. Utilizando la bomba B1 presurizar el cilindro C2 al el valor establecido en el numeral 1.
19. Cerrar la válvula V2.
20. Medir el volumen de aceite inyectado.
22. Cerrar la válvula auxiliar del cilindro C3 y retirar del montaje la válvula V3.
23. Abrir las válvulas superior e inferior del cilindro C1 para mantener mediante la bomba B1 la presión en el cilindro C1 en el valor establecido en el numeral 1.

Etapas B. Preparación de la pre-mezcla, que comprende las siguientes sub-etapas (Figura 8):

1. Presurizar los cilindros C1, C2 y C3 al valor establecido en el numeral 1 de la Etapa A (presión de transferencia).
2. Realizar los cálculos para determinar los volúmenes de agua y aceite requeridos para preparar la pre-mezcla en forma de lote (batch) y el número de lotes (batches) requeridos.
3. Abrir la válvula V1.
4. Inyectar isobáricamente (presión cuasi-constante) desde C1 la primera porción (batch) de agua o salmuera o agua de formación, acorde con las proporciones establecidas en el numeral 2.
5. Cerrar la válvula V1.
6. Abrir la válvula V2.
7. Inyectar isobáricamente desde C2 la primera porción (batch) de aceite acorde con las proporciones establecidas en el numeral 2.
8. Cerrar la válvula V2.
9. Repetir los pasos 3 a 8 hasta que el número total de batches de crudo (o fluido hidrocarburo) y agua o salmuera o agua de formación calculados en el numeral 2 hayan sido inyectados.
10. Cerrar las válvulas del cilindro C3 (el cual contiene la pre-mezcla).

Etapa C. Montaje y puesta a punto del equipo:

1. Realizar montaje siguiendo la Figura 7
2. Con el propósito de evitar la segregación del agua por gravedad, ubicar en forma horizontal los cilindros C2 y C3 dentro del horno y realizar las conexiones acorde con la figura 7, los filtros deben instalarse con dirección de flujo opuesta [esta dirección de flujo de los filtros está establecida desde fábrica].
3. Mediante una bomba de vacío conectada a la válvula V6 (válvula de tres vías), realizar vacío a las conexiones y al arreglo de filtros (F1 y F2); el vacío debe realizarse hasta alcanzar una presión de -26 pulgadas de mercurio (-0.0880 MPa).
4. Verificar la presión de los cilindros C2 y C3 mediante una bomba de desplazamiento positivo, la presión debe ser igual al valor establecido en el numeral 1 de la etapa A.
5. Abrir la válvula superior del cilindro C3, verificar que exista conectividad hidráulica bomba-cilindro.
6. Abrir la válvula V5, verificar que exista conectividad hidráulica bomba-cilindro (C3).
7. Abrir la válvula V4, verificar que exista conectividad hidráulica bomba-cilindro (C3).
8. Abrir la válvula superior del cilindro C2, verificar que exista conectividad hidráulica bomba-cilindro (C2).
9. Presurizar el equipo en el valor establecido en la etapa A; en caso de utilizar un regulador de contrapresión, ajustar la presión de dicho regulador a la presión definida en el numeral 1 de la Etapa A.
10. Mediante horno de calentamiento, calentar el equipo isobáricamente manteniendo la presión de los cilindros C2 y C3, mediante las bombas B1 y B2, a la presión establecida en el numeral 1 de la Etapa A. Todo el equipo se calienta hasta la temperatura a la cual se requiere prepara la emulsión, entre la temperatura a la que se encuentre el laboratorio y 200 °C (473,15 °K).

Etapa D. Preparación de la emulsión que comprende las siguientes sub-etapas:

1. Establecer los modos de operación del sistema en alguna de las siguientes configuraciones:
 - Bombeo a caudal constante – extracción (drenaje) a presión constante.
 - Bombeo a presión constante – extracción (drenaje) a presión constante, garantizando que el diferencial de presión se encuentre entre 300 psi (2,068 MPa) y 3000 psi (20,68 MPa).
 - Bombeo a caudal constante – extracción (drenaje) a caudal constante, garantizando que el diferencial de presión se encuentre entre 300 psi (2,068 MPa) y 3000 psi (20,68 MPa).
2. Cerrar la válvula V4 y verificar que la válvula V5 esté abierta.
3. Bombear desde el cilindro C3 a través del filtro F1, hasta que la totalidad del fluido en C3 se encuentre en el cilindro C2.
4. Cerrar la válvula V5 y abrir la válvula V4.

5. Cambiar el arreglo de válvulas V4, V5 y V6 para invertir el sentido de flujo.
6. Bombear desde el cilindro C2 a través del filtro F2, hasta que la totalidad del fluido en C2 se encuentre en el cilindro C3.
7. Repetir el ciclo comprendido entre los pasos 3 a 7 de la etapa D hasta obtener el tamaño de gota requerido en el rango de 0.5 a 100 micras.
8. La emulsión final se almacena en el cilindro C3.

FIGURAS

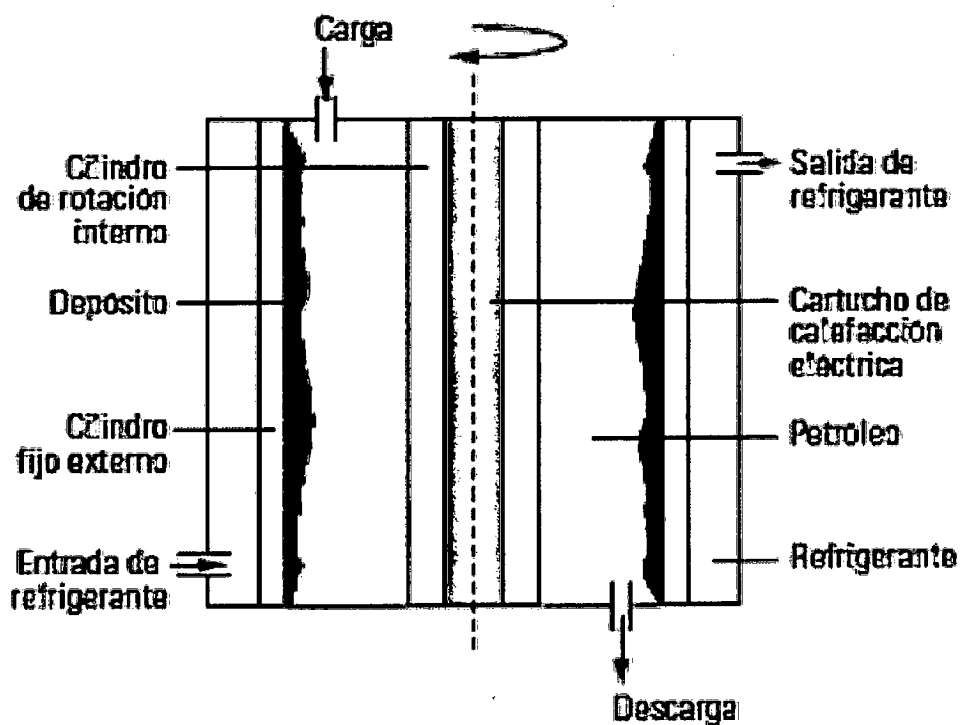


Figura 1. Equipo REALVIEW de Schlumberger (principio de funcionamiento)

http://www.slb.com/~media/Files/core_pvt_lab/industry_articles/201002_wo_asphaltene_deposition.pdf

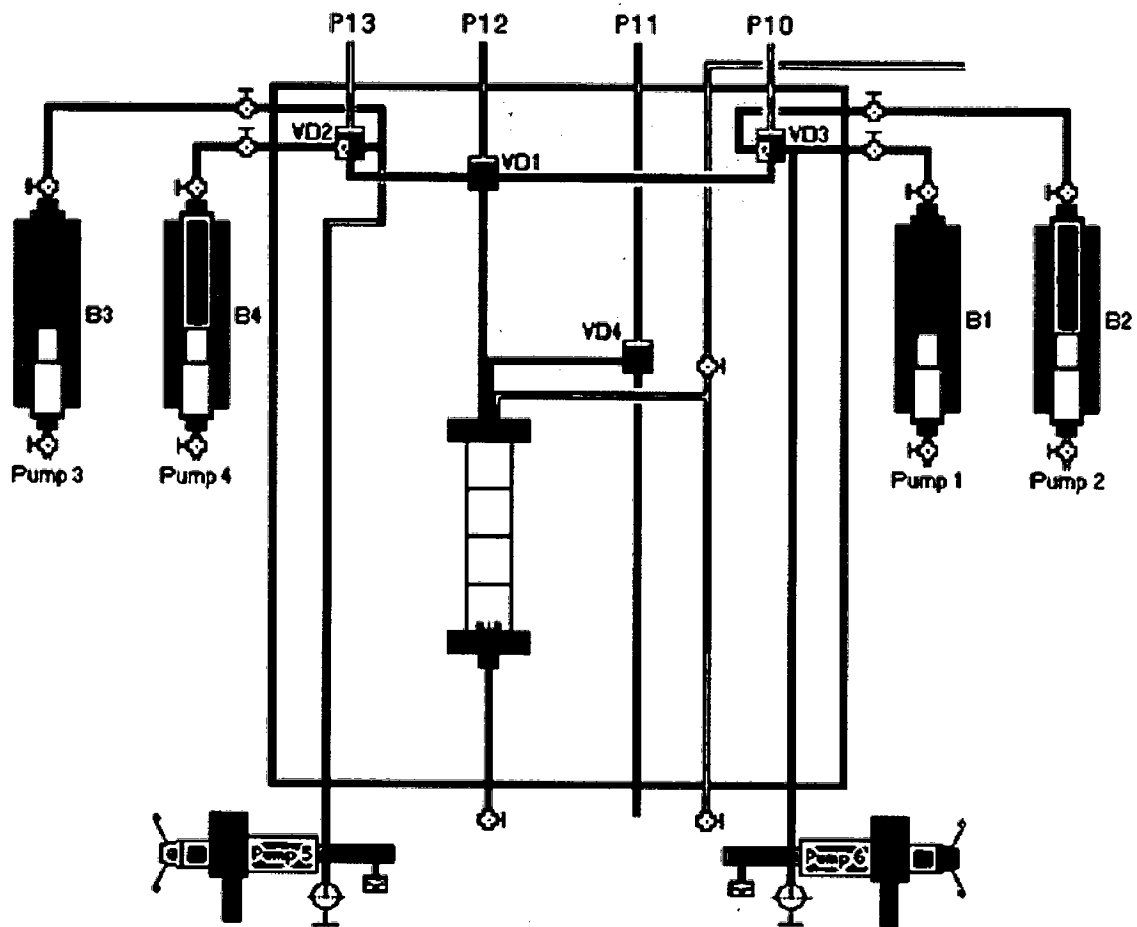


Figura 2. Equipo de Statoil (principio de funcionamiento)

H. Auflem. "Influence of Asfaltene Aggregation and Crude Oil Emulsion Stability" PhD Thesis. Norwegian University of Science and Technology, Norway, 2002

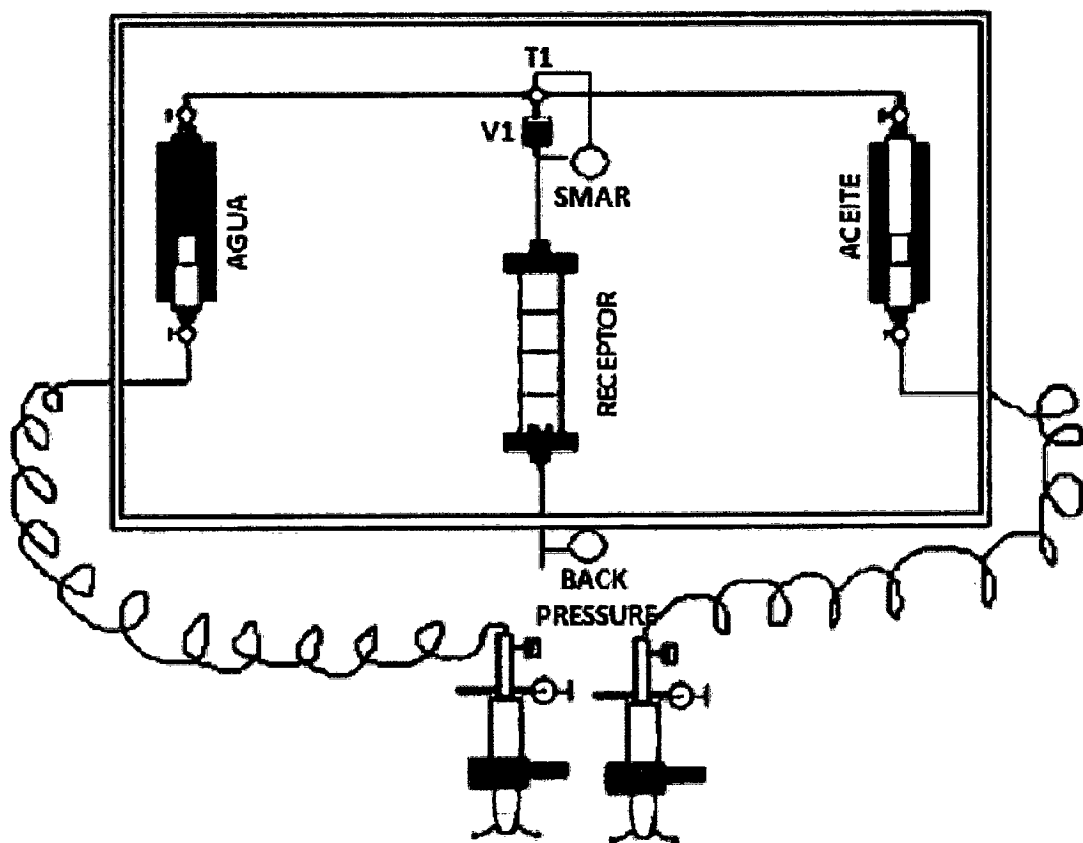


Figura 3. Diseño 1 del equipo y protocolo para la preparación de emulsiones

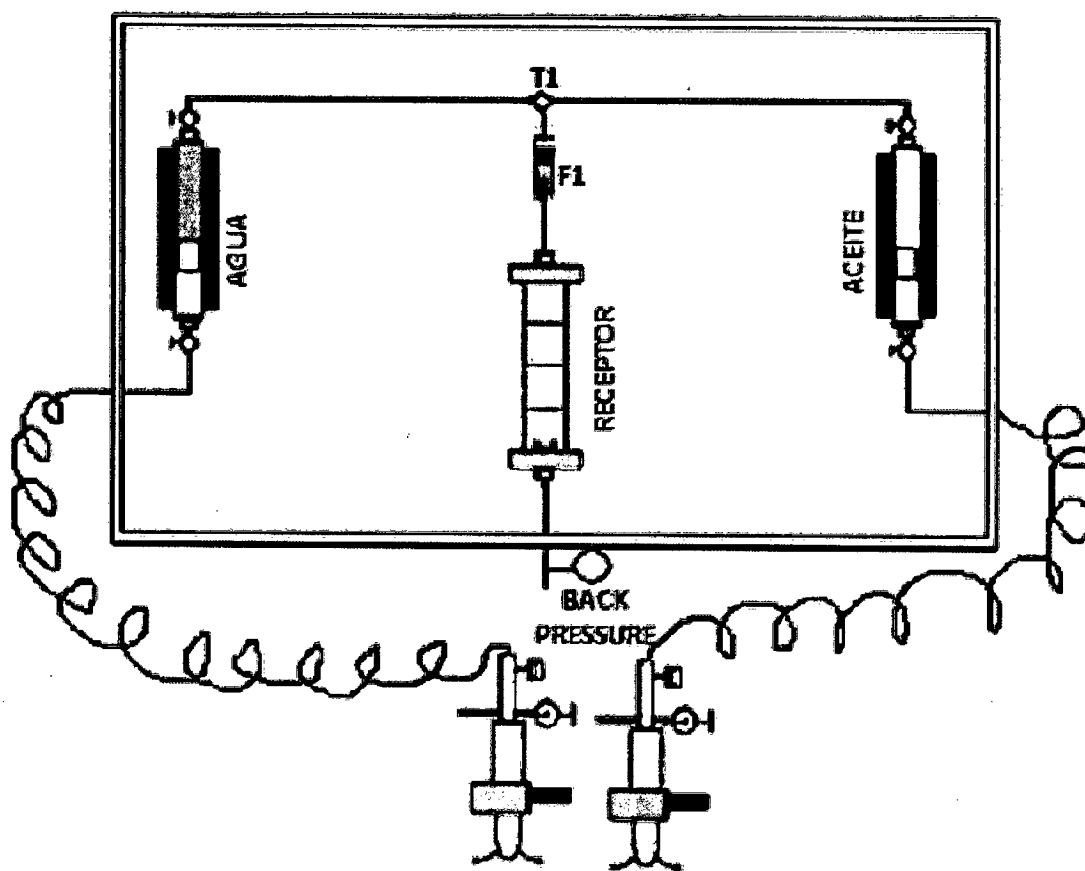


Figura 4. Diseño 2 del equipo y protocolo para la preparación de emulsiones

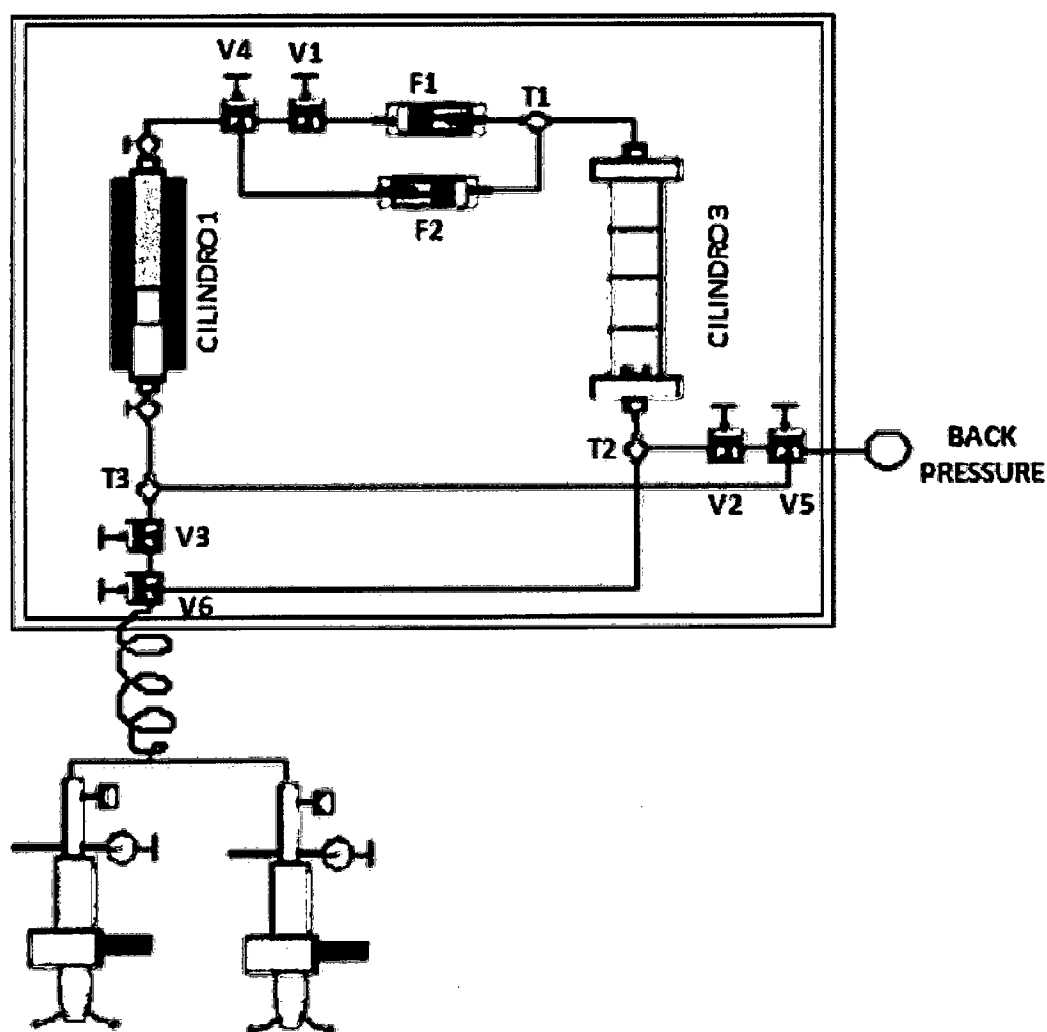


Figura 5. Modificación al Diseño 2 del equipo y protocolo para la preparación de emulsiones

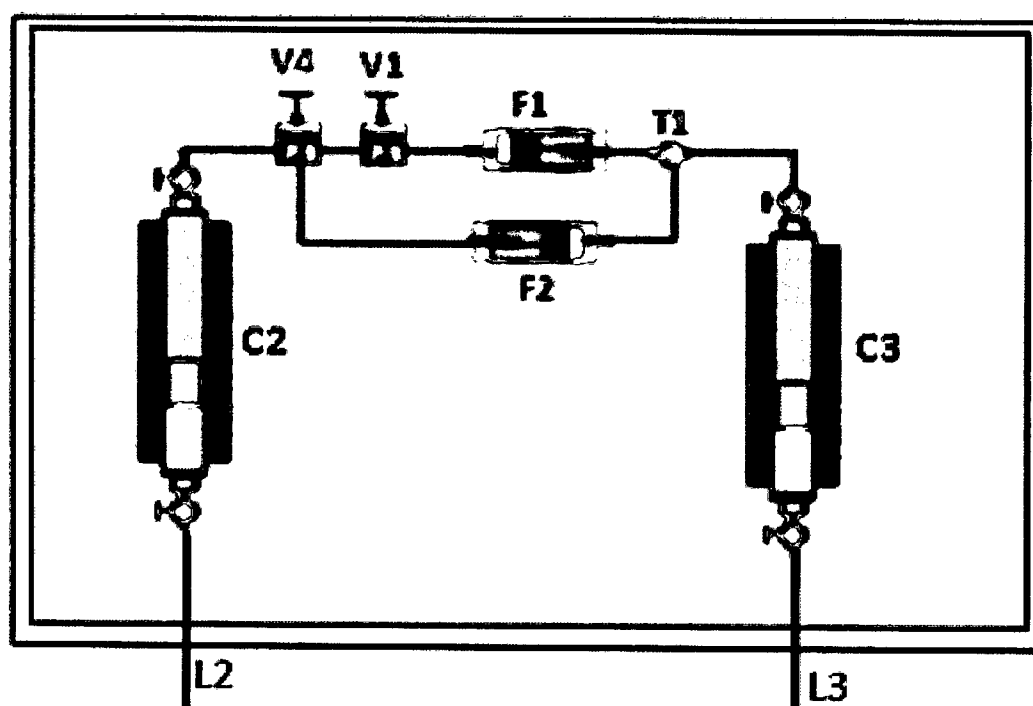


Figura 6. Diseño 3 del equipo y protocolo para la preparación de emulsiones

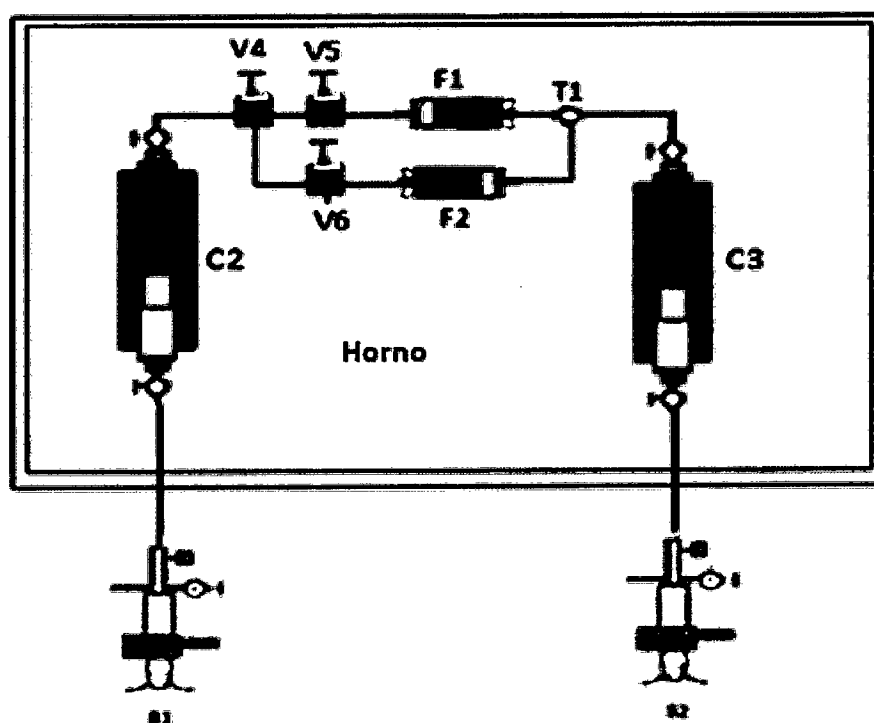


Figura 7. Diseño final del equipo y protocolo para la preparación de emulsiones.

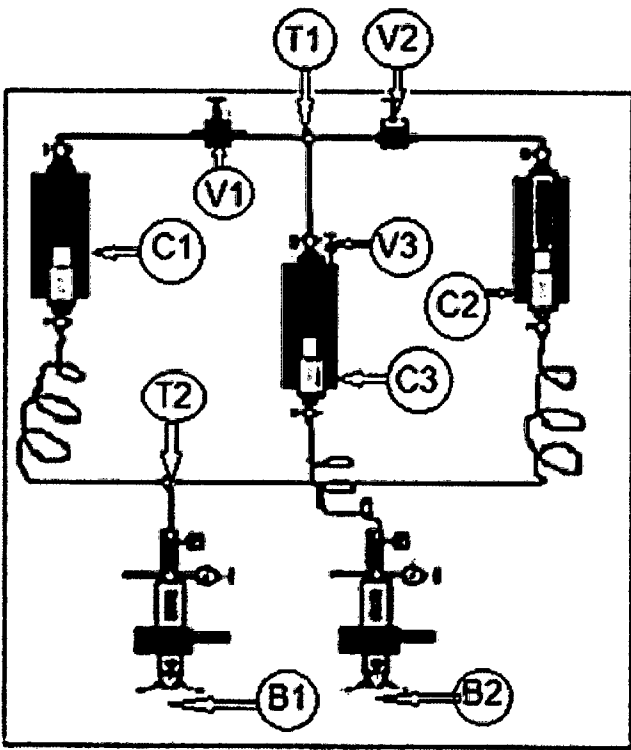


Figura 8. Esquema para la preparación de pre-mezclas del diseño final

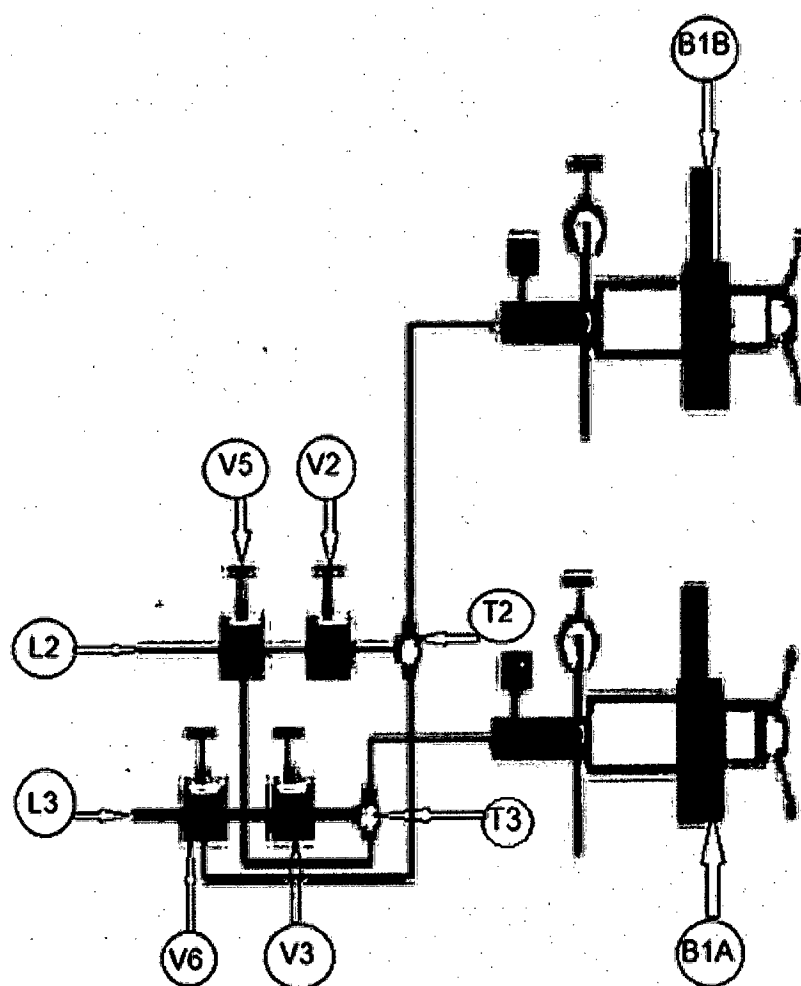
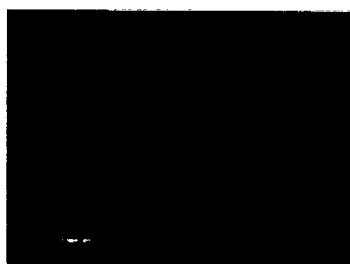


Figura 9. Esquema del montaje de válvulas del diseño final



a)



b)

Figura 10. Imágenes al microscopio de dos fracciones de la emulsión preparada a partir del crudo con gas (es decir, crudo “vivo”) denominado “Fluido C”: (a) Fracción 1, (b) Fracción 2