



**ESPE**

**UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS  
INNOVACIÓN PARA LA EXCELENCIA**

**DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y  
MECÁNICA**

**CARRERA DE INGENIERÍA EN PETROQUÍMICA**

**TRABAJO DE TITULACIÓN, PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO  
DE INGENIERO PETROQUÍMICO**

**TEMA: ESTUDIO DE VIABILIDAD TÉCNICA PARA EL USO DEL COQUE  
DE LA REFINERÍA ESMERALDAS COMO CONTROLADOR DE  
FILTRADO EN FLUIDOS DE PERFORACIÓN BASE AGUA COMO UNA  
ALTERNATIVA A PROCESOS TRADICIONALES.**

**AUTOR: BUSTILLOS PESANTES, DANNES ALEXIS**

**TUTOR: DR. Rer. Nat., Ph.D: RODRIGUEZ MAECKER, ROMAN**

**LATACUNGA**

**2019**



**DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA**  
**CARRERA DE INGENIERÍA EN PETROQUÍMICA**

**CERTIFICACIÓN**

Certifico que el trabajo de titulación, **“ESTUDIO DE VIABILIDAD TÉCNICA PARA EL USO DEL COQUE DE LA REFINERÍA ESMERALDAS COMO CONTROLADOR DE FILTRADO EN FLUIDOS DE PERFORACIÓN BASE AGUA COMO UNA ALTERNATIVA A PROCESOS TRADICIONALES”** fue realizado por el señor **BUSTILLOS PESANTES, DANNES ALEXIS**, el mismo que ha sido revisado en su totalidad, analizado por la herramienta de verificación de similitud de contenido; por lo tanto, cumple con los requisitos teóricos, científicos, técnicos, metodológicos y legales establecidos por la Universidad de Fuerzas Armadas ESPE, razón por la cual me permito acreditar y autorizar para que lo sustente públicamente.

Latacunga, 08 de Julio de 2019

PhD Roman Rodríguez Maecker

C.C.:171208212-0



**DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA**  
**CARRERA DE INGENIERÍA EN PETROQUÍMICA**

**AUTORÍA DE RESPONSABILIDAD**

Yo, **BUSTILLOS PESANTES, DANNES ALEXIS**, declaro que el contenido, ideas y criterios del trabajo de titulación: **“ESTUDIO DE VIABILIDAD TÉCNICA PARA EL USO DEL COQUE DE LA REFINERÍA ESMERALDAS COMO CONTROLADOR DE FILTRADO EN FLUIDOS DE PERFORACIÓN BASE AGUA COMO UNA ALTERNATIVA A PROCESOS TRADICIONALES”** es de mi autoría y responsabilidad, cumpliendo con los requisitos teóricos, científicos, técnicos, metodológicos y legales establecidos por la Universidad de Fuerzas Armadas ESPE, respetando los derechos intelectuales de terceros y referenciando las citas bibliográficas. Consecuentemente el contenido de la investigación mencionada es veraz.

Latacunga, 08 de Julio de 2019



Bustillos Pesantes Dannes Alexis  
C.C.: 050347587-3



## **DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA**

### **CARRERA DE INGENIERÍA EN PETROQUÍMICA**

#### **AUTORIZACIÓN**

Yo, **BUSTILLOS PESANTES, DANNES ALEXIS**, autorizo a la Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE publicar el trabajo de titulación: **“ESTUDIO DE VIABILIDAD TÉCNICA PARA EL USO DEL COQUE DE LA REFINERÍA ESMERALDAS COMO CONTROLADOR DE FILTRADO EN FLUIDOS DE PERFORACIÓN BASE AGUA COMO UNA ALTERNATIVA A PROCESOS TRADICIONALES”** en el Repositorio Institucional, cuyo contenido, ideas y criterios son de mi responsabilidad

Latacunga, 08 de Julio de 2019

Bustillos Pesantes Dannes Alexis  
C.C.: 0503475873

## DEDICATORIA

A Dios, porque a lo largo de mi carrera, jamás me abandonó y me enseñó lo buena que puede ser la vida cuando te esfuerzas y haces todo sin esperar nada a cambio.

A mi madre, Ameriquita por tanto sacrificio para que mis hermanos y yo estudiemos y nos superemos. A ti madre, que más allá de lo material, nos enseñaste el valor del trabajo duro y el amor infinito. Gracias porque eres mi ángel.

A mi Padre que, con su ejemplo, he visto reflejado la disciplina, sencillez e inteligencia.

A mis hermanos: Edison, Orlando y Fernando por aportar a mi vida con enseñanzas de superación y ser los mejores hermanos que pudo regalarme la vida.

A mis sobrinos que tienen toda una vida para aprender y dejar huella en su paso.

## AGRADECIMIENTOS

Agradezco a mis padres todo su sacrificio, el cuál con toda seguridad será retribuido, sean eternos...

A mi familia, con todo su apoyo he logrado cumplir muchas metas, este también es su logro, especialmente a Fernando y Mercy por tanto aprecio.

De manera especial agradezco que la vida me haya puesto un amigo y maestro de vida, Dr. Roman Rodríguez Maecker, quien plantó desde hace ya años atrás en mí el deseo sublime de ser un investigador y confió en mi trabajo. Larga vida Doc.

A David Luna, amigo y maestro, quién con su frontalidad ha contribuido a formar mi carácter y ha implantado en mí las ganas de investigar y abrir mi mente al mundo.

A la Ing. Joana Martínez, gracias por confiar y ofrecer el máximo apoyo a mi trabajo. Se necesitan más personas como usted.

A mis amigos, que gracias a la vida han estado en los buenos y malos momentos. Gracias a Mauricio, Diego, Karla R, Dayana A, Erik, Katherine C, Alexander C, Winny, Mari G, Michelle, Ricardo, Henri, Kassi: gracias a todos porque con ustedes esta etapa fue la mejor de mi vida. Gracias Totales.

*“Mucha gente pequeña en lugares pequeños,*

*haciendo cosas pequeñas*

*pueden cambiar el mundo.” E. Galeano.*

## ÍNDICE DE CONTENIDOS

### CARÁTULA

CERTIFICACIÓN .....i

AUTORÍA DE RESPONSABILIDAD .....ii

AUTORIZACIÓN ..... iii

DEDICATORIA .....iv

AGRADECIMIENTOS ..... v

ÍNDICE DE CONTENIDOS.....vi

ÍNDICE DE TABLAS .....xii

ÍNDICE DE FIGURAS .....xv

RESUMEN ..... xviii

ABSTRACT ..... xviii

### CAPÍTULO I

#### INTRODUCCIÓN

1.1 Antecedentes ..... 1

1.2 Planteamiento del problema ..... 3

1.3 Justificación e importancia..... 4

1.4 Objetivos ..... 5

1.4.1 Objetivo General .....	5
1.4.2 Objetivos Específicos.....	5
1.5 Hipótesis.....	6
1.6 Variables de investigación .....	6
1.6.1 Variables independientes .....	6
1.6.2 Variables dependientes .....	6

## **CAPÍTULO II**

### **FUNDAMENTOS TEÓRICOS**

2.1 Coque .....	7
2.1.1 Definición.....	7
2.1.2 Tipos de coque .....	8
2.1.3 Tipos de procesos de producción de coque de petróleo.....	9
2.2 Azufre en coque .....	10
2.2.1 Peligros ambientales .....	11
2.3 Fluidos de perforación .....	11
2.3.1 Definición.....	11
2.3.2 Tipos de fluidos de perforación .....	13
2.3.3 Funciones de los fluidos de perforación .....	14



2.3.4 Propiedades del fluido de perforación .....	14
2.3.5 Control de filtración .....	15
2.4 Espectroscopía de absorción en el infrarrojo. ....	17
2.5 Análisis de varianza ANOVA.....	18

### **CAPÍTULO III**

#### **METODOLOGÍA**

3.1 Equipos, materiales y reactivos.....	20
3.1.1 Equipos.....	20
3.1.2 Materiales.....	21
3.1.3 Reactivos.....	22
3.2 Tratamiento del coque.....	23
3.2.1 Molienda y tamizado.....	23
3.2.2 Caracterización con FT-IR.....	24
3.2.3 Humedad.....	25
3.2.4 Determinación de pH.....	26
3.2.5 Gravedad específica del sólido .....	28
3.2.6 Concentración de Azufre .....	30
3.2.7 Desulfuración del coque.....	36

3.3	Formulación de fluidos de perforación .....	40
3.4	Diseño Experimental.....	42
3.5	Pruebas de funcionalidad .....	43
3.5.1	Densidad del fluido .....	43
3.5.2	Viscosidad.....	47
3.5.3	Filtrado API.....	50
3.5.4	Revoque .....	53

## **CAPÍTULO IV**

### **ANÁLISIS DE RESULTADOS**

4.1	Caracterización de coque mediante FT-IR.....	55
4.2	Determinación de humedad. ....	58
4.3	Determinación de pH. ....	59
4.4	Determinación de gravedad específica de coque sólido. ....	60
4.5	Concentración porcentual de azufre en coque. ....	62
4.6	Desulfuración de coque mediante reactor de digestión microondas.....	65
4.7	Formulación de fluidos de perforación. ....	68
4.8	Pruebas de funcionalidad. ....	70
4.8.1	Densidad del fluido de perforación.....	70

	x
4.8.2 Viscosidad Plástica. ....	71
4.8.3 Punto Cedente. ....	72
4.8.4 Geles.....	73
4.8.5 Filtrado API.....	75
4.8.6 Calidad del revoque. ....	76
4.9 Análisis de Varianza. ....	78
4.9.1 ANOVA de un solo factor: Densidad vs. Concentración Coque .....	78
4.9.2 ANOVA de un solo factor: Viscosidad Plástica vs. Concentración Coque .....	80
4.9.3 Anova Punto cedente, Esfuerzo de gel a los 10 segundos y minutos. ....	82
4.9.4 ANOVA de un solo factor: FILTRADO API vs. Concentración de Coque .....	82
4.9.5 ANOVA de un solo factor: Espesor de Revoque vs. Concentración Coque .....	84
4.10 Prueba de rango múltiple de Dunnett.....	86
4.10.1 Comparación de Densidad vs Patrón método de Dunnett.....	86
4.10.2 Comparación de Viscosidad plástica vs Patrón mediante el método de Dunnett.....	87
4.10.3 Comparación de Filtrado API vs Patrón mediante el método de Dunnett.....	89
4.10.4 Comparación de Espesor del Revoque vs Patrón mediante el método de Dunnett.....	91

## **CAPÍTULO V**

### **CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES**

	xi
5.1 Conclusiones.....	93
5.2 Recomendaciones.....	96
<b>REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>97</b>
<b>ANEXOS .....</b>	<b>100</b>

## ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 1.</b> <i>Comparación típica entre los tres procesos de coquizado</i> .....	10
<b>Tabla 2.</b> <i>Modelo de recolección de datos para ensayo de pH</i> .....	28
<b>Tabla 3.</b> <i>Modelo de recolección de datos para ensayo de gravedad específica</i> .....	30
<b>Tabla 4.</b> <i>Modelo de recolección de datos para ensayo de porcentaje de azufre</i> .....	35
<b>Tabla 5.</b> <i>Condiciones de evaluación del coque con diferentes tipos de ácido</i> .....	37
<b>Tabla 6.</b> <i>Condiciones de operación de reactor microondas para HCl</i> .....	38
<b>Tabla 7.</b> <i>Condiciones de operación de reactor microondas para HNO<sub>3</sub> y mezcla</i> .....	39
<b>Tabla 8.</b> <i>Formulación del fluido de perforación base agua</i> .....	40
<b>Tabla 9.</b> <i>Fluidos de perforación a diferentes concentraciones de coque tratado</i> .....	41
<b>Tabla 10.</b> <i>Aleatorización de bloques para diseño de experimentos</i> .....	42
<b>Tabla 11.</b> <i>Descripción del diseño experimental a emplear</i> .....	43
<b>Tabla 12.</b> <i>Modelo de recolección de datos para la propiedad de densidad</i> .....	46
<b>Tabla 13.</b> <i>Modelo de recolección de datos para la propiedad de viscosidad plástica</i> .....	49
<b>Tabla 14.</b> <i>Modelo de recolección de datos para la propiedad de punto cedente</i> .....	49
<b>Tabla 15.</b> <i>Modelo de recolección de datos para la propiedad de gel 10 segundos</i> .....	50
<b>Tabla 16.</b> <i>Modelo de recolección de datos para la propiedad de gel 10 minutos</i> .....	50
<b>Tabla 17.</b> <i>Modelo de recolección de datos para la propiedad de filtrado API</i> .....	52
<b>Tabla 18.</b> <i>Modelo de recolección de datos para la propiedad de espesor de revoque</i> .....	54
<b>Tabla 19.</b> <i>Asignación de bandas características para espectro de coque</i> .....	57
<b>Tabla 20.</b> <i>Condiciones y valores estadísticos obtenidos de la propiedad humedad</i> .....	58
<b>Tabla 21.</b> <i>Condiciones y valores estadísticos obtenidos de la propiedad pH</i> .....	59

<b>Tabla 22.</b> <i>Condiciones y valores estadísticos obtenidos de propiedad gravedad específica ...</i>	61
<b>Tabla 23.</b> <i>Resultados de ensayos realizados para prueba de porcentaje de azufre .....</i>	63
<b>Tabla 24.</b> <i>Resultados de porcentaje de azufre .....</i>	64
<b>Tabla 25.</b> <i>Cálculo de parámetros estadísticos para resultados de azufre.....</i>	64
<b>Tabla 26.</b> <i>Prueba de azufre después de digestión microondas con HCL.....</i>	66
<b>Tabla 27.</b> <i>Prueba de azufre después de digestión microondas con HNO<sub>3</sub>.....</i>	66
<b>Tabla 28.</b> <i>Prueba de azufre después de digestión microondas con HNO<sub>3</sub> – HCl 2: 1 .....</i>	67
<b>Tabla 29.</b> <i>Porcentaje de azufre obtenido con tratamientos ácidos de digestión microondas ..</i>	67
<b>Tabla 30.</b> <i>Resumen de propiedades físico químicas del coque del pretratamiento .....</i>	68
<b>Tabla 31.</b> <i>Datos de referencias de ajuste de propiedades de lodos de perforación .....</i>	69
<b>Tabla 32.</b> <i>Propiedades del fluido patrón .....</i>	69
<b>Tabla 33.</b> <i>Medición de densidad de fluidos de prueba .....</i>	70
<b>Tabla 34.</b> <i>Valores obtenidos experimentalmente en lodos para la propiedad densidad.....</i>	71
<b>Tabla 35.</b> <i>Valores obtenidos experimentalmente lodos para propiedad viscosidad plástica...72</i>	72
<b>Tabla 36.</b> <i>Valores obtenidos experimentalmente en lodos para la propiedad punto cedente ..72</i>	72
<b>Tabla 37.</b> <i>Valores obtenidos experimentalmente en lodos para la propiedad Gel 10 seg .....</i>	73
<b>Tabla 38.</b> <i>Valores obtenidos experimentalmente en lodos para la propiedad Gel 10 minutos 74</i>	74
<b>Tabla 39.</b> <i>Valores obtenidos experimentalmente en lodos para la propiedad filtrado API .....</i>	75
<b>Tabla 40.</b> <i>Valores obtenidos experimentalmente en lodos para la propiedad revoque .....</i>	77
<b>Tabla 41.</b> <i>Información del factor .....</i>	78
<b>Tabla 42.</b> <i>Análisis de varianza para la propiedad densidad .....</i>	78
<b>Tabla 43.</b> <i>Comparaciones en parejas de Tukey para la propiedad densidad .....</i>	79
<b>Tabla 44.</b> <i>Análisis de varianza para la propiedad Viscosidad Plástica.....</i>	80

<b>Tabla 45.</b> <i>Comparaciones en parejas de Tukey para la propiedad viscosidad plástica</i> .....	81
<b>Tabla 46.</b> <i>Análisis de varianza para la propiedad Filtrado API</i> .....	82
<b>Tabla 47.</b> <i>Comparaciones en parejas de Tukey para la propiedad Filtrado API</i> .....	83
<b>Tabla 48.</b> <i>Análisis de varianza para la propiedad Espesor del Revoque</i> .....	84
<b>Tabla 49.</b> <i>Comparaciones en parejas de Tukey para la propiedad Espesor de Revoque</i> .....	85
<b>Tabla 50.</b> <i>Comparación de rango múltiple de Dunnett de Densidad de fluidos vs patrón</i> .....	86
<b>Tabla 51.</b> <i>Comparación de rango múltiple de Dunnett de Viscosidad Plástica vs patrón</i> .....	87
<b>Tabla 52.</b> <i>Comparación de rango múltiple de Dunnett de Filtrado API de fluidos vs patrón</i> .	89
<b>Tabla 53.</b> <i>Comparación de rango múltiple de Dunnett de Revoque de fluidos vs patrón</i> .....	91

## ÍNDICE DE FIGURAS

<i>Figura 1.</i> Evolución del grado API(1) y contenido de azufre(2).....	8
<i>Figura 2.</i> Camino o ciclo del fluido durante la perforación de un pozo.....	12
<i>Figura 3.</i> Tipos de fluidos de perforación. ....	13
<i>Figura 4.</i> Características de la filtración.....	17
<i>Figura 5.</i> Tipos de vibración en espectroscopía FT-IR. ....	18
<i>Figura 6.</i> Coque sin tratar .....	23
<i>Figura 7.</i> Proceso de molienda y tamizado del coque sin tratar .....	24
<i>Figura 8.</i> Espectrofotómetro FT-IR.....	25
<i>Figura 9.</i> Analizador de humedad .....	26
<i>Figura 10.</i> Condensador de reflujo .....	27
<i>Figura 11.</i> Introducción de la muestra de coque en recipiente. ....	29
<i>Figura 12.</i> Pesaje de mezcla Eschka y muestra de coque.....	31
<i>Figura 13.</i> Introducción de la muestra preparada en mufla. ....	31
<i>Figura 14.</i> Digestión de muestra incinerada.....	32
<i>Figura 15.</i> Filtración de muestra digerida.....	33
<i>Figura 16.</i> Neutralización y sub-acidez de solución tratada.....	33
<i>Figura 17.</i> Filtración de precipitados.....	34
<i>Figura 18.</i> Ahumación de papel filtro. ....	35
<i>Figura 19.</i> .Precipitado final de Sulfato de Bario.....	36
<i>Figura 20.</i> Reactor de digestión microondas .....	36
<i>Figura 21.</i> Minireactores modelo CX100 para digestión de microondas.....	38
<i>Figura 22.</i> Filtración de ácidos posterior a la digestión.....	39



<b>Figura 23.</b> Recuperación de coque sólido después de digestión microondas.....	40
<b>Figura 24.</b> Preparación del fluido de perforación.....	41
<b>Figura 25.</b> Balanza de lodo presurizada. ....	44
<b>Figura 26.</b> Llenado del lodo en la balanza.....	45
<b>Figura 27.</b> Completación de lodo dentro del recipiente de la balanza.....	45
<b>Figura 28.</b> Estabilización de la balanza. ....	46
<b>Figura 29.</b> Viscosímetro digital rotativo.....	47
<b>Figura 30.</b> Colocación de lodo en viscosímetro. ....	48
<b>Figura 31.</b> Lectura digital de valores en viscosímetro digital. ....	48
<b>Figura 32.</b> Filtro Prensa. ....	51
<b>Figura 33.</b> Colocación de celda de filtrado API. ....	52
<b>Figura 34.</b> Medición de espesor de revoque.....	53
<b>Figura 35.</b> Espectro del coque de petróleo sin tratar. ....	55
<b>Figura 36.</b> Determinación de la precisión del ensayo.....	60
<b>Figura 37.</b> Precisión para gravedad específica de un solo operador o varios laboratorios.....	62
<b>Figura 38.</b> Límites de repetibilidad y reproducibilidad de ensayo de % de azufre. ....	65
<b>Figura 39.</b> Tipos de Geles.....	74
<b>Figura 40.</b> Comportamiento de los fluidos en la propiedad de Filtrado API. ....	76
<b>Figura 41.</b> Comportamiento de los fluidos en la propiedad espesor del revoque.....	77
<b>Figura 42.</b> Intervalos de confianza prueba Tukey para la propiedad densidad. ....	79
<b>Figura 43.</b> Intervalos de confianza prueba Tukey para la propiedad viscosidad plástica. ....	81
<b>Figura 44.</b> Intervalos de confianza prueba Tukey para la propiedad Filtrado API. ....	83
<b>Figura 45.</b> Intervalos de confianza prueba Tukey para la propiedad Espesor del revoque. ....	85

<b>Figura 46.</b> Intervalos de confianza prueba Dunnett para la propiedad Densidad.....	87
<b>Figura 47.</b> Intervalos de confianza prueba Dunnett para la propiedad Viscosidad Plástica.....	88
<b>Figura 48.</b> Intervalos de confianza prueba Dunnett para la propiedad Filtrado API.....	90
<b>Figura 49.</b> Intervalos de confianza prueba Dunnett para la propiedad Revoque.....	91

## RESUMEN

El coque de petróleo es un residuo no deseable en la industria de la refinación del petróleo, que mantiene una producción a nivel mundial en constante crecimiento debido al aumento de crudos, denominados pesados y extra pesados. En Ecuador existen tres Refinerías, una de ellas la Refinería Esmeraldas que genera este excedente. El coque de petróleo tuvo que ser pre tratado, por ende, se realizaron ensayos físico químicos para caracterizar sus propiedades, tales como FT-IR, granulometría y porcentaje de azufre, entre otros. El coque al contener azufre es un problema potencial para el ambiente y la industria, es por ello que se realizó un proceso de extracción de este elemento mediante una digestión ácida con un reactor microondas, en efecto el tratamiento con ácido clorhídrico tuvo las mejores tasas de extracción disminuyendo a un 0.95% de azufre. Se prepararon fluidos de perforación estableciendo un diseño experimental de bloques aleatorios al azar de 5 tratamientos con 3 repeticiones de concentraciones de 1-3 gramos de coque tratado. Se analizó estadísticamente mediante pruebas ANOVA, Tukey y Dunnet y los resultados evidenciaron, que el fluido C correspondiente a la concentración de 2 gramos es el tratamiento óptimo porque no presenta diferencias desfavorables en propiedades evaluadas, concretamente en el Filtrado API, el fluido C tiene un valor de filtrado menor que el fluido patrón evaluado, por lo que corrobora su factibilidad como controlador de filtrado en fluidos de perforación base agua.

### **PALABRAS CLAVE:**

- **COQUE DE PETRÓLEO**
- **FLUIDOS DE PERFORACIÓN**
- **PETRÓLEO-INDUSTRIA**

## **ABSTRACT**

Petroleum coke is an undesirable waste in the oil refining industry, which maintains a worldwide production in constant growth due to the increase of crude, called heavy and extra heavy. In Ecuador there are three Refineries, one of them the Esmeraldas Refinery that generates this surplus. The petroleum coke had to be pre-treated, therefore, physical chemical tests were carried out to characterize its properties, such as FT-IR, granulometry and percentage of sulfur, among others. Coke containing sulfur is a potential problem for the environment and industry, which is why a process of extraction of this element was carried out by acid digestion with a microwave reactor, in fact the treatment with hydrochloric acid had the best rates of extraction decreasing to 0.95% sulfur. Drilling fluids were prepared by establishing an experimental randomized block design of 5 treatments with 3 replicates of concentrations of 1-3 grams of treated coke. It was analyzed statistically by means of ANOVA, Tukey and Dunnet tests and the results showed that the C fluid corresponding to the concentration of 2 grams is the optimal treatment because it does not present unfavorable differences in evaluated properties, specifically in the API Filtering, the C fluid has a filter value less than the standard fluid evaluated, so it corroborates its feasibility as a filter controller in water-based drilling fluids.

### **KEYWORDS:**

- **PETROLEUM COKE**
- **DRILLING FLUIDS**
- **PETROLEUM-INDUSTRY**

# CAPÍTULO I

## INTRODUCCIÓN

### 1.1 Antecedentes

El estudio para el desarrollo de fluidos de perforación es de gran relevancia en el ámbito científico de la industria petrolera, específicamente cuando se refiere a la funcionalidad como controladores de filtrado. Estos aditivos buscan satisfacer parámetros propios de su sistema, para evitar pérdidas y mejorar el control del pozo, de la mano de materiales rentables y amigables con el medio ambiente. En el mismo contexto, el coque es un residuo de varios procesos en refinerías, que generalmente se lo mal utiliza y por ende su valor en la industria no tiene mayor relevancia.

No obstante, Vega (2016) señala que el uso del coque del complejo petroquímico general de división José Anzoátegui, después del acondicionamiento con procesos como el de: desulfuración y desmetalización del mismo, mantuvo un volumen de filtrado menor o igual al establecido (7-14 MI/30 min) por lo que se concluye que el petrocoque es eficiente como controlador de filtrado en fluidos base agua en concentraciones de 1.5 y 2 lb/b y abre una puerta para la investigación con materiales análogos.

Se han desarrollado diferentes controladores de filtrado en base a materias primas alternativas así lo señala Gonzalez, Martínez, Vega y Otahola (2012) en donde se analiza el estudio de almidón de yuca como aditivo de filtrado para fluidos de perforación base agua, en la investigación

desarrollada se emplean tres tipos de almidón de yuca y se formulan los fluidos poliméricos controladores de filtrado. Se concluye que el almidón de Yuca tuvo un comportamiento aceptable en las propiedades en estudio, pero no se consiguió obtener el filtrado deseado, por lo que se hace una nueva formulación y se demuestra su capacidad de controlar el filtrado adecuadamente.

También se ha incursionado en la factibilidad del uso del coque de petróleo con otras bases del fluido de perforación diferente al agua, este es el caso del estudio señalado por Lara, León y Vega (2018) en donde el fluido base a utilizar es el aceite, para el acondicionamiento se utilizan procesos como: extracción de Soxhlet, utilización de microondas para desulfuración y caracterización por infrarrojo, comprobando así la efectividad de este material como controlador de filtrado.

Es importante señalar la adición de nuevos materiales para lograr un filtrado deseado en la formulación de fluidos de perforación en base a materia no convencional y así lo señala Ariza, Castro y Gómez (2013) en donde se utiliza el almidón de achira como un agente controlador de filtrado concluyendo que puede ser utilizado debido a su alto rendimiento comparado con aditivos estándar.

El coque por lo general es utilizado como combustible para calderas o generación de electricidad, así lo señala Da Silva, Ferreira y Brandt (2004), en donde se implementa al coque como alternativa de combustible sin considerar otros usos que se le puede asignar a este residuo, cabe señalar que las emisiones y contaminación que este material produce al combustionarse, no son mitigadas significativamente y esto representa un problema para el medio ambiente.

En algunos sectores industriales, el coque de petróleo ha aumentado su consumo en los últimos años, así lo menciona Santos y Silva (2008) en donde se resalta el uso de crudos más pesados en

refinerías y por lo tanto mayor cantidad de fracciones pesadas, obteniéndose así mayor cantidad de este material que por defecto contiene azufre, que en algunas ocasiones imposibilita el uso del coque y a su vez es uno de los contaminantes más preocupantes para el medio ambiente.

Finalmente, es importante mencionar que en la actualidad ya se está dando importancia a los usos que puede ofrecer el coque, así lo señala Lopera, Gutierrez y Quiroga (2018), donde este residuo es utilizado para la eliminación de contaminantes emergentes en aguas residuales con la implementación de filtros intermitentes hechos a base de arena y coque, logrando así solucionar problemas de contaminación y escasez del agua. En este marco, es vital una incesante investigación de los usos del coque de petróleo para ofrecer alternativas de reutilización, reciclaje y reducción de este material en procesos clave demandados por la industria.

## **1.2 Planteamiento del problema**

El uso de fluidos de perforación se remonta siglos atrás, donde la civilización egipcia perforaba pozos de poca magnitud, utilizando agua para suavizar la roca y mantener el orificio libre de residuos. Sin embargo, a lo largo del paso del tiempo se han ido desarrollando diferentes tipos de fluidos de perforación, con mezclas específicas para determinados usos y controlar propiedades y funciones como: presión, densidad, viscosidad, lubricación, control de la pérdida de circulación y control de filtración entre otros, siendo esta última una de las más importantes al ser un agente que reduce el volumen de filtrado que el lodo pierde a la formación y así evitar pérdidas millonarias en la perforación de pozos de petróleo.

Ecuador cuenta con tres refinerías: Refinería Esmeraldas, La Libertad y Shushufindi, de la cual se destaca refinería de Esmeraldas por su mayor capacidad de procesamiento de barriles de crudo.

En el mismo contexto, debido al incremento del procesamiento de crudos pesados en la refinería y en consecuencia de ello, se produce mayor cantidad residuos en las diferentes unidades de la refinería, uno de los más importantes es el coque. En la Refinería Esmeraldas se produce una gran cantidad de coque y este contiene azufre, nitrógeno, metales pesados, compuestos aromáticos entre otros componentes y al ser utilizados como combustibles para calderas, las emisiones provocadas presentan un grave problema para la salud humana y al mismo tiempo para el medio ambiente.

El desarrollo de controladores de filtrado requiere una gran inversión económica y de conocimiento, por ende, es de vital importancia buscar alternativas que reduzcan estos costos y favorezcan al medio ambiente. Estas alternativas favorecen el desarrollo de controladores de filtrado en base a materias no convencionales, es por ello que esta investigación plantea el uso del coque como controlador de filtrado en fluidos de perforación base agua.

### **1.3 Justificación e importancia**

En la actualidad, Ecuador es un país petrolero desde hace ya años atrás, que cuenta con importantes reservas de este recurso, con substanciales asentamientos que contribuyen a la economía nacional, en este esquema de producción de petróleo se realizan operaciones de gran alcance, en las cuales se requieren de insumos de gran relevancia en procedimientos cotidianos. Un adecuado control de filtrado en un pozo de perforación asegura la reducción del volumen de filtrado que el lodo pierde hacia la formación, debido a efectos de presión y permeabilidad.

Hoy por hoy empresas petroleras y de servicios ya sean grandes, medianas o pequeñas exigen una gran demanda en lo que respecta a controladores de filtrado, que en su mayoría son importados y realizados con materiales sintéticos o de gran valor económico, que indudablemente requieren de



años de investigación e inversión económica para su desarrollo, obligando a las empresas a adquirirlos por la demanda de éstos en las operaciones cotidianas de la industria.

El uso de coque de petróleo de la Refinería Esmeraldas como controlador de filtrado, que es catalogado como materia prima no convencional, es una solución bidireccional al aportar con el medio ambiente con un uso diferente al actual del coque que provoca un sin número de daños a personas y entorno, y en el mismo contexto contribuye a incrementar el mercado nacional de insumos para operaciones de perforación en el negocio petrolero.

## **1.4 Objetivos**

### **1.4.1 Objetivo General**

- Estudiar la viabilidad técnica para el uso del coque de petróleo de la Refinería Esmeraldas como controlador de filtrado de fluidos de perforación base agua como una alternativa a procesos tradicionales

### **1.4.2 Objetivos Específicos**

- Acondicionar el coque crudo a fin de ajustar sus características fisicoquímicas (granulometría, humedad, cantidad de azufre), acordes a las funciones requeridas en el controlador de filtrado.
- Preparar fluidos de perforación con el coque acondicionado y desarrollar pruebas de funcionalidad a base de Filtrado API, reología y densidad para establecer su efectividad como controlador de filtrado.

- Determinar la cantidad óptima de coque adecuada que permita su uso operacional en el fluido de perforación, con base al diseño experimental propuesto.

## **1.5 Hipótesis**

El coque de petróleo es viable como controlador de filtrado en fluidos de perforación base agua como alternativa a procesos tradicionales.

## **1.6 Variables de investigación**

### **1.6.1 Variables independientes**

- Concentración de coque en fluido de perforación

### **1.6.2 Variables dependientes**

- Filtrado de agua en ml/30min, densidad, viscosidad plástica, punto cedente, esfuerzo de gel, revoque.

## CAPÍTULO II

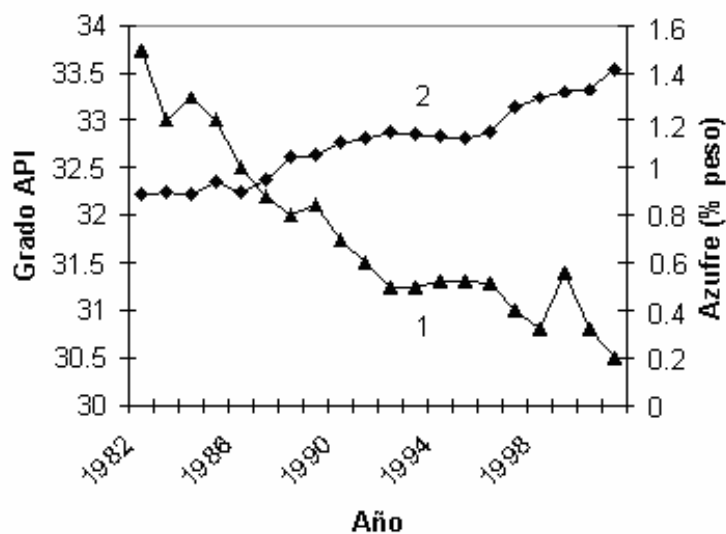
### 2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

#### 2.1 Coque

El coque de petróleo es la materia prima no convencional utilizada en este estudio por lo cual es importante conocer sus características, tipos y demás información que se requiere para el desarrollo de su investigación.

##### 2.1.1 Definición

El coque de petróleo también conocido como petrocoque, es un producto no deseado de la industria de refinación de petróleo, con diferentes características físico químicas como alto poder calorífico y bajo costo y por lo general con contenidos considerables de azufre y otros metales. Por la presencia cada vez mayor de petróleos pesados procesados a nivel mundial, la producción de coque ha ido en aumento. La fácil disposición del coque de petróleo tornó este residuo atrayente para la industria e investigación, principalmente para el área productora de energía. Mientras más pesados son los crudos producidos, el indicador API va disminuyendo y elementos como azufre y metales pesados, van en aumento constante. Esta predisposición queda asegurada en los datos presentados en la Fig. 1, que afirma mediante un estudio en refinerías ubicadas en Estados Unidos con una producción de cerca de 14.8 millones de barriles/día; (A. Santos, 2008, p. 94)



**Figura 1.** Evolución del grado API(1) y contenido de azufre(2)  
Fuente: (A. Santos, 2008)

### 2.1.2 Tipos de coque

El coque de petróleo no tiene una clasificación específica, pero se lo puede dividir como se lo muestra a continuación:

- **Coque grado de combustible:** Es un tipo de carbón considerado puro y su uso principal es para combustible
- **Coque grado de ánodos:** Es utilizado en la elaboración de algunos tipos de pilas y electrodos.
- **Coque de aguja o coque acicular:** Este tipo de coque es del tipo cristalino que principalmente se usa en las industrias de acero y aluminio.

- **Coque de catalizador:** Este tipo de coque tiene usos como el refinado del petróleo cuando se impregna en un catalizador, uno de los ejemplos es la unidad Fcc.
- **Coque de petróleo calcinado o CPC:** Este tipo de coque tiene importancia en la industria de fabricación de metales como aluminio y acero.
- **Coque verde:** Es un tipo de coque caracterizado por la ausencia de metales y es catalogado como de grado anódico. (Quiminet, 2012)

Y de la misma forma pueden catalogarse de muchas formas diferentes, pero la clasificación descrita anteriormente, contribuirá a tener un panorama más claro de los tipos de coque que existen en el mercado

### **2.1.3 Tipos de procesos de producción de coque de petróleo**

La producción de coque a nivel mundial se da a consecuencia de algunos procesos diferentes tales como: el coquizado retardado, en lecho fluidizado y en lecho fluidizado, con influencia de gas. Cuando un coque proviene de un crudo pesado, va a tener como consecuencia la presencia de metales pesados y principalmente compuestos de azufre, y como efecto van a tener la misma repercusión los productos procesados del mismo. En efecto en lo que se refiere al mercado internacional se tendrán petrocoques con porcentajes de entre 4-7 por ciento en azufre. Con la aplicación de cada uno de los procesos se darán coques con diferentes composiciones en el material mencionado. (A. Santos, 2008)

En la Tabla 1 presenta la composición en masa del coque producido por los procesos mencionados, pero originadas de petróleos diferentes. La tabla exclusivamente muestra la relación

H/C, que está relacionada a los entornos del proceso, ya que los crudos no tienen el mismo origen.

(A. Santos, 2008)

**Tabla 1.**

*Comparación típica entre los tres procesos de coquizado*

Composición(% en masa)	Proceso de Producción de Coque		
	Retardado	Lecho fluidizado	Lecho fluido con gasificación
<b>C</b>	87.9	86.3	94.9
<b>H</b>	3.51	2.2	0.3
<b>H/C</b>	0.47	0.31	0.04
<b>N</b>	1.61	2.4	1.1
<b>S</b>	7.5	6.9	2.8
<b>O</b>	-	0.9	0
<b>Cenizas</b>	0.33	1.3	1.0
<b>d (<math>g/cm^3</math>)</b>	2.00	0.80	0.96

Fuente: (A. Santos, 2008)

## 2.2 Azufre en coque

El azufre suele ser un problema en la industria, así lo menciona Parker (2001) donde se especifica que la eliminación del azufre, es uno de los procesos que más relevancia tiene en una refinería, se efectúa la mayoría de las ocasiones mediante tratamiento con hidrógeno en presencia de un catalizador. Se produce sulfuro de hidrógeno y después se recupera el azufre en forma elemental a partir del mismo.

Es por tanto que el azufre que no se pudo eliminar va a estar presente en el coque de petróleo, este a su vez al ser utilizado como combustible generará peligros ambientales que podrían afectar la salud humana y del medio ambiente.

### **2.2.1 Peligros ambientales**

El azufre puede acarrear muchos peligros ambientales, uno de ellos es la emisión del gas  $SO_2$  que es un gas que carece color pero cuando se manifiesta en grandes concentraciones se lo detecta por parámetros como el sabor y olor intenso que irrita la piel y mucosas, a continuación este gas se disuelve en agua y puede formar ácido sulfuroso, el cual posteriormente se transformará mediante una oxidación en ácido sulfúrico. Este mismo ácido sulfuroso, puede formar trióxido de azufre que es muy peligroso en lo que concierne a efectos negativos hacia la salud. (Aránguez, 2009).

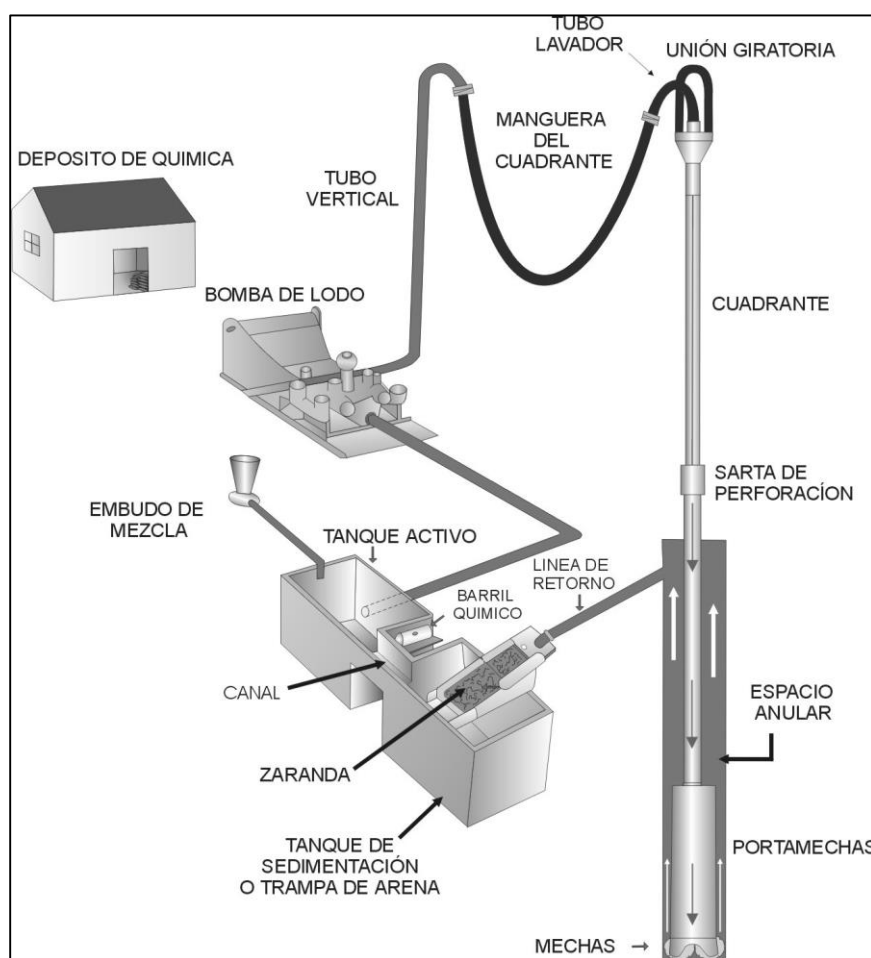
## **2.3 Fluidos de perforación**

### **2.3.1 Definición**

El lodo de perforación o fluido de perforación tradicionalmente, puede englobar cualquier combinación de sustancias con propiedades físico químicas que se ajusten a las necesidades, como composiciones de agua y aceite, que incluyen ciertos sólidos para su mejor estabilización.

El fluido debe tener varias características para ponerlo a evaluación entre ellas no debe ser tóxico, corrosivo, ni inflamable, pero sí debe reaccionar de manera neutral algunos tipos de poluciones de sales solubles o minerales y como es de esperar mantener estabilidad a las altas temperaturas. Además, asegurar que no se proliferen o desarrollen bacterias que puedan afectar el correcto funcionamiento de los mismos. (Romai, 2008)

Mientras se desarrollan las operaciones de perforación de pozos es importante mantener estables ciertas propiedades de gran relevancia y dentro de los parámetros correctos, para evadir los problemas de desequilibrio del pozo. En efecto, hay que recordar que el ingeniero de campo puede cambiar según las necesidades que se van produciendo, las propiedades del lodo en las operaciones efectuadas. Por ende es responsabilidad de la persona encargada monitorear las propiedades del lodo mientras se suscitan los procedimientos (Romai, 2008, p. 2).



**Figura 2.** Camino o ciclo del fluido durante la perforación de un pozo.

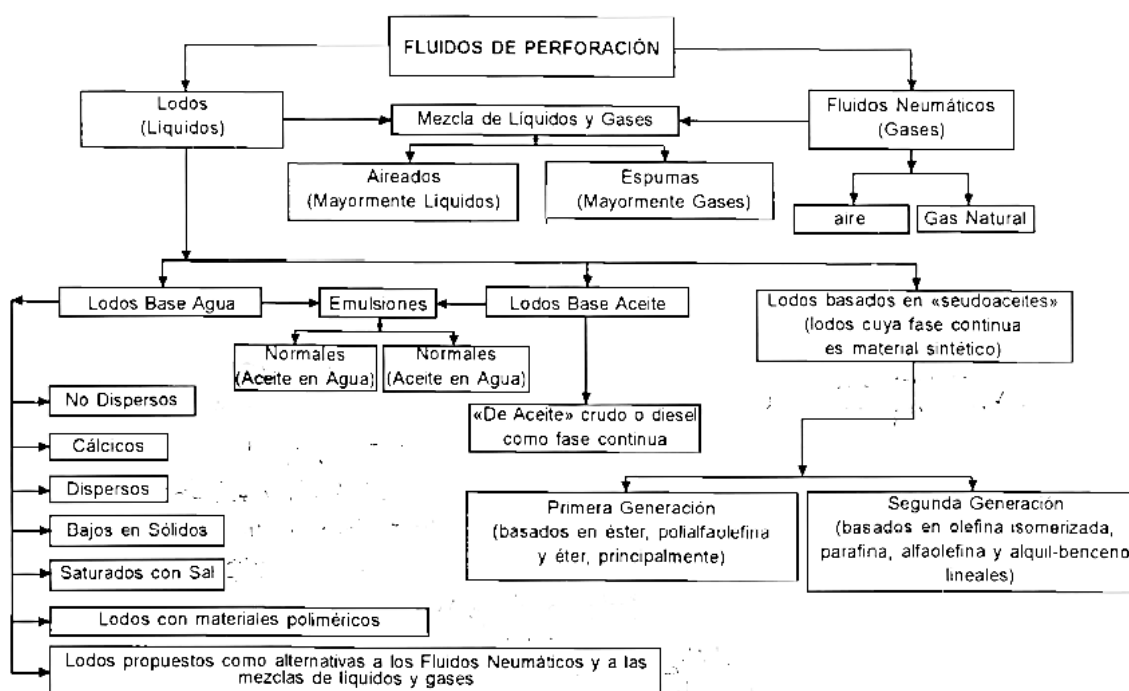
Fuente (Romai, 2008)



### 2.3.2 Tipos de fluidos de perforación

Los dos tipos más comunes de fluidos o lodos de perforación utilizados son el lodo a base de agua y el lodo a base de aceite. Los lodos a base de agua por sus siglas en inglés (WBM) son aquellos fluidos de perforación en los que la fase continua del sistema es agua, esta puede ser dulce o salada que se utiliza por lo general en zonas costeras y los lodos a base de aceite por sus siglas en inglés (OBM) son aquellos en los que la fase continua es el aceite y por lo general son más costosos. Los WBM son los lodos más utilizados en todo el mundo (Oil and Gas Drilling, 2015).

En la Figura 4 se clasifica de forma más detallada los tipos de fluidos de perforación:



**Figura 3.** Tipos de fluidos de perforación.

Fuente.(Sierra, n.d.)

### **2.3.3 Funciones de los fluidos de perforación**

Las funciones que desempeña el lodo de perforación figuran las tareas que realizadas para controlar variables cotidianas, aunque muchas no tengan mayor relevancia. Entre las funciones más importantes se señala el control de presión ya se las de las formaciones como del lodo. Cada pozo tiene diferentes condiciones y variables a controlar se pueden señalar las funciones más usadas en las operaciones de perforación y son las siguientes: (American Petroleum Institute, 2014a, p. 21)

- Retirar los recortes del pozo.
- Controlar las presiones de la formación e hidrostática.
- Suspende y expulsar los recortes.
- Cerrar las formaciones permeables.
- Proteger la estabilidad del agujero.
- Mermar los daños al yacimiento.
- Enfriar, lubricar y apoyar la barrena y el conjunto de perforación para una perforación más suave.
- Ceder la energía hidráulica a los instrumentos y a la barrena.
- Certificar una evaluación adecuada de la formación.
- Controlar la corrosión.
- Facilitar la cementación y la completación.
- Disminuir el impacto al ambiente.

### **2.3.4 Propiedades del fluido de perforación**

**Densidad:** Es una propiedad de estricto control, que mantiene aislados a los fluidos en las formaciones y mantiene la presión hidrostática que ejerce la recirculación del lodo en el pozo, lo ideal es que esta presión ejercida por el lodo sea mayor a la ejercida por la columna de la formación para evitar derrumbamientos, las unidades típicas de la densidad es lb/gal o ppg,

**Viscosidad API:** Es una propiedad que, por sus características tixotrópicas, mantienen en suspensión los recortes en el espacio anular. Según la experiencia es recomendable, evitar en la medida de lo posible valores altos de viscosidad, aunados de puntos cedentes y esfuerzos de gel altos. También en campo se la mide directamente con un instrumento denominado embudo de Marsh.

**Punto cedente:** Esta propiedad expresa cuan fuerte se atraen las partículas cuando están fluyendo, y está relacionado directamente con la calidad de limpieza del lodo mientras fluye. Y al igual que los geles, ayuda en el caso que se haga un paro en la recirculación del lodo para mantener suspendidos los sólidos sin que se depositen en el fondo y causen problemas graves. (Romai, 2008, p. 3,5)

### **2.3.5 Control de filtración**

Una propiedad de gran importancia de estudio es la capacidad de control de filtrado, que sella las formaciones permeables e impide la filtración de agua en ellas. Como efectos negativos de esta propiedad se pueden encontrar causas como la formación de revoques gruesos y permeables, así como también problemas de pérdidas de circulación y arrastres. Usualmente, el revoque debe ser de bajo espesor y poca permeabilidad para controlar esta propiedad de interés. (American Petroleum Institute, 2014a)

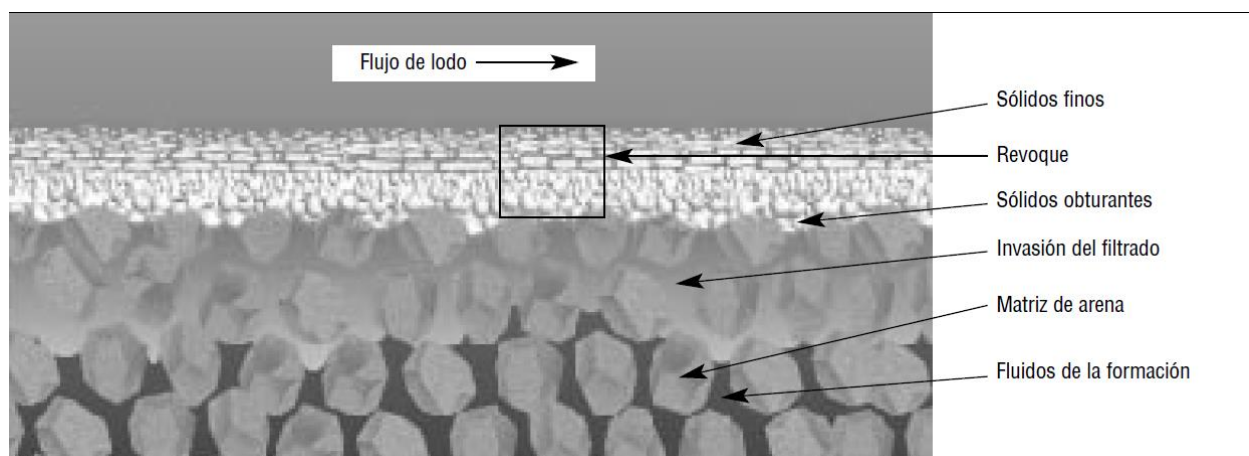
***Problemas potenciales relacionados con el espesor excesivo del revoque:***

Cuando un revoque o costra tiene un espesor que sobrepasan los límites, se pueden ocasionar varios problemas tales como:

- Lugares apretados en el pozo que causan un transporte excesivo de materiales.
- Mayor pega debido a la presión generada en la operación de perforación.
- Problemas con el fraguado primario debido al movimiento inadecuado del revoque grueso. (American Petroleum Institute, 2014a)

***Problemas potenciales relacionados con la invasión excesiva de filtrado:***

- Si la formación es invadida por filtrado, no va a ser recuperada o remediada inmediatamente ya que la profundidad es muy extensa. La formación se puede afectar de sobremanera por problemas por cambios de propiedades como humedad, precipitación de cualquier tipo de sólidos insolubles.
- Al estar invadida la formación puede arrojar falsos valores de las pruebas realizadas a la misma, generando incertidumbre en los resultados.
- Al tener una cantidad gigante de filtrado, no se podrá analizar correctamente la formación, además si se quiere realizar cualquier tipo de trabajo que requiera bajar herramientas o recuperar registros.
- Cuando se encuentre zonas que tengan hidrocarburos tales como zonas de gas o a su vez de aceite, pasaran por alto por el agua filtrada empuja a estos compuestos, impidiendo su localización. (American Petroleum Institute, 2014a, p. 71)



**Figura 4.** Características de la filtración.

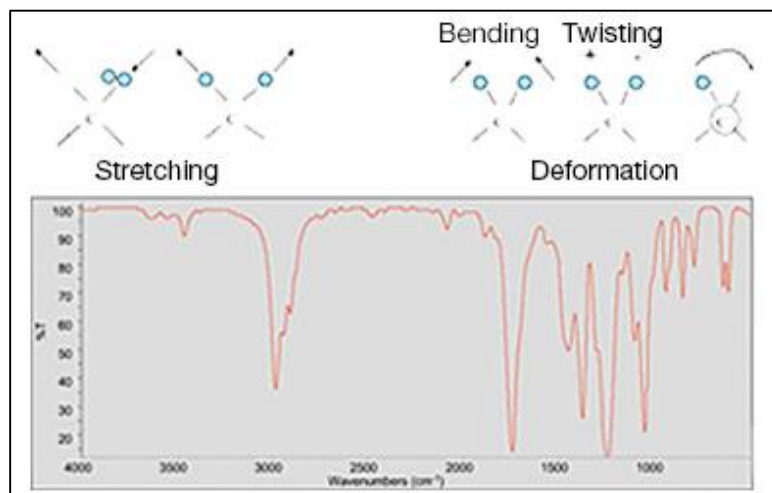
Fuente.(American Petroleum Institute, 2014a)

## 2.4 Espectroscopía de absorción en el infrarrojo.

Esta técnica instrumental es muy utilizada y poderosa al mismo tiempo, y su principio mantiene en que los enlaces entre sustancias químicas tienen frecuencias o números de ondas específicos para vibrar, esto debido a que las moléculas poseen niveles de energía específicos.

En el tipo de espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier por sus siglas (FT-IR) a diferencia del instrumento común, este mantiene integrado un interferómetro que suministrará información con mayor minuciosidad y sensibilidad. (Antunes, 2019)

Este tipo de espectroscopía entrega una visión más amplia de investigaciones a realizar, cubre, por ejemplo, análisis de polímeros, hidrocarburos, entre un sinnúmero de aplicaciones. En la figura 5 se observan vibraciones típicas que ocurren en espectroscopía FT-IR (ThermoFisher, 2018).



**Figura 5.** Tipos de vibración en espectroscopía FT-IR.

Fuente: (ThermoFisher, 2018)

## 2.5 Análisis de varianza ANOVA

El análisis de varianza o también conocido como ANOVA, es una herramienta muy potente a la hora de analizar grupos de datos, ya que determina las causas de variación. Además ANOVA es muy útil en panoramas en donde existe más de una fuente de variación aleatoria, separando y determinando fuentes de variación. En el mismo contexto si se tiene un solo factor que se lo pueda controlar, es catalogado como ANOVA de un solo factor. En el mismo se diferencia la existencia de diferencias estadísticas significativas entre las medias si se tienen más de dos muestras, las fórmulas a utilizar son las que se describen a continuación. (Miller & Miller, 2002)

Entre muestras:

$$\text{Suma de Cuadrados} = \sum_i \frac{T^2}{n} - \frac{T^2}{N}$$

$$\text{Grados de libertad} = h - 1$$

Dentro de muestras:

$$\text{Suma de Cuadrados} = \sum_i \sum_j x_{ij}^2 - \frac{T^2}{N}$$

$$\text{Grados de libertad} = N - 1$$

Donde:

$$N = nh = \text{Número total de medidas}$$

$$T_i = \text{Suma de las medidas en la } i - \text{ésima muestra}$$

$$T = \text{Suma de todas las medidas, gran total}$$

El estadístico F se calcula de la siguiente manera:

$$F = \frac{\text{Cuadrado medio entre muestras}}{\text{Cuadrado medio dentro de muestras}}$$

El valor crítico de F es correspondiente se lo encuentra en tablas utilizando los grados de libertad:

$$F_{h-1, N-h}$$

## CAPÍTULO III

### 3 METODOLOGÍA

#### 3.1 Equipos, materiales y reactivos

Los trabajos a desarrollar serán realizados en el Complejo de Laboratorios de la carrera de Ingeniería Petroquímica de la Universidad de las Fuerzas Armadas Espe extensión Latacunga y en el laboratorio de fluidos de perforación y petrofísica de la Escuela Politécnica Nacional. El coque mediante una solicitud de uso será transportado desde la Refinería Esmeraldas para el desarrollo de esta investigación y será almacenado herméticamente para su posterior uso. A continuación, se detalla una lista de equipos, materiales de laboratorio y reactivos que fueron necesarios para realizar el presente trabajo de titulación:

##### 3.1.1 Equipos

- Espectrofotómetro infrarrojo con transformada de Fourier FT-IR accesorio de muestra universal ATR, PerkinElmer modelo Frontier.
- Balanza analítica digital
- Tamices Mesh Números. 60 y 200
- Agitador orbital multifuncional
- Bomba de vacío



- Analizador de humedad Mettler Toledo HB43-5
- Estufa Esco Isotherm de convección forzada
- Plancha de calentamiento Boeco MSH-420
- pHmetro marca Boeco BT-675
- Balón de tres bocas, refrigerante y reflujo
- Muffa Marca Thermo Scientific modelo Thermolyne
- Desecador
- Reactor digestor de Microondas marca Analytik Jena modelo TOPWave
- Accesorios para reactor microondas CX 100
- Filtro Prensa API
- Balanza presurizada de lodo marca Ofite 100-70
- Viscosímetro rotativo digital marca Ofite 900
- Micrómetro exterior 0-25 mm marca Mitutoyo
- Mezcladora marca Hamilton Beach

### **3.1.2 Materiales**

- Balones de aforo de 100, 250, 500 ml
- Bandejas y estándar para analizador de humedad
- Termómetro de mercurio
- Molino de granos
- Vasos de precipitación de 50,100,200,250,500,1000 ml
- Elenmeyers de 500 ml

- Matraz Kitasato de 500 ml
- Frascos de tapa azul de 250, 500 ml
- Papel filtro grado analítico marca Chmlab No. 41 y 50
- Pipetas de 1,2,5,10,20,25 ml
- Embudos
- Probeta de 100 ml
- Agitadores magnéticos
- Fundas con sellado hermético
- Goteros y corchos
- Piseta
- Cápsulas de porcelana de 30 y 75 ml

### **3.1.3 Reactivos**

- Cloruro de Bario dihidratado 99% marca Loba Chemie
- Carbonato de Sodio Anhidro marca Merck
- Oxido de Magnesio
- Ácido Clorhídrico fumante 37% marca Merck
- Indicador de Naranja de metilo marca Loba Chemie
- Nitrato de Plata
- Ácido Nítrico 65% marca Merck
- Barazan
- Bentonita

- Filter chek
- Barita
- Carbonato de calcio malla 200 y 325

### 3.2 Tratamiento del coque

El coque de petróleo fue recogido en el proceso de limpieza de la unidad FCC de la Refinería Esmeraldas, e inmediatamente se lo colocó en fundas herméticas para su posterior uso y transporte al complejo de laboratorios de Petroquímica.

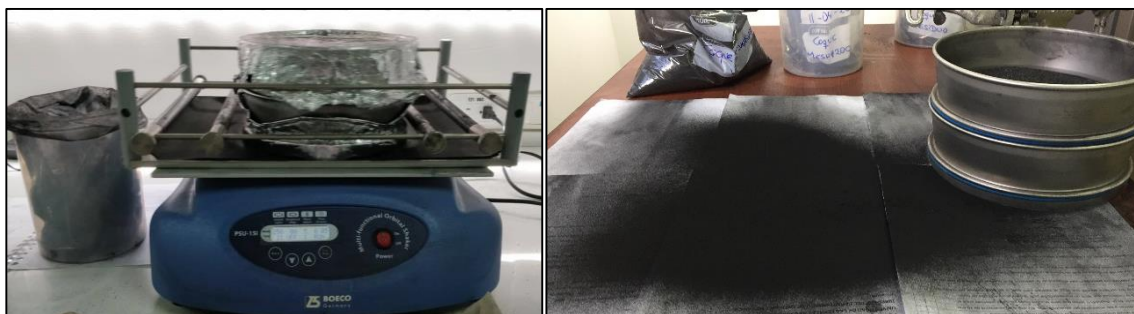


*Figura 6.* Coque sin tratar

#### 3.2.1 Molienda y tamizado

El coque se sometió a un procedimiento de molienda, pulverizado y tamizado: apoyado en la norma ASTM C136-05 (2005). Para la molienda se recurrió a un molino de granos para triturar y pulverizar la muestra, seguidamente se utilizó un agitador orbital multifuncional para facilitar el tamizado hasta alcanzar un tamaño de partícula de aproximadamente 74  $\mu\text{m}$  correspondientes a un número de malla mesh 200. Este proceso continuó hasta obtener un peso final de aproximadamente

1000 gramos de coque con la granulometría descrita. El producto fue depositado en envases al vacío para evitar percances.



**Figura 7.** Proceso de molienda y tamizado del coque sin tratar

### 3.2.2 Caracterización con FT-IR

Consecutivamente se caracterizó el coque de petróleo con un espectrofotómetro Perkin Elmer Frontier (FT-IR), con la finalidad de tener una perspectiva cualitativa, amplia y detallada de los componentes presentes en este material. Las condiciones y parámetros utilizados en las corridas para la obtención de espectros se configuran como se detalla a continuación:

- Temperatura ambiente aproximadamente  $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
- Resolución Espectral  $8\text{ cm}^{-1}$ .
- Longitud de onda de  $4000\text{-}700\text{ cm}^{-1}$ .
- Accesorio de reflexión total atenuada ATR.
- Tres barridos para obtención de espectro.
- Se aplicaron cuatro procesos de tratamiento del espectro en el siguiente orden: suavizado, corrección línea base, normalización 20%.

El equipo posee un software propio denominado Spectrum, el cual permite la visualización de los datos que se generan.



*Figura 8.* Espectrofotómetro FT-IR

Seguidamente se realiza varias pruebas físicas y químicas para su caracterización como se detalla a continuación:

### **3.2.3 Humedad**

Para el cálculo del valor de humedad se utilizó un analizador de humedad Mettler Toledo, el cual se caracteriza por trabajar con rapidez y con gran fiabilidad. El dispositivo utiliza el principio termogravimétrico, que consiste en pesar una muestra inicial en la balanza integrada en el equipo, seguidamente se calienta con gran rapidez y toda la humedad presente se disipa, visualizando finalmente el contenido total de humedad de la muestra. Los parámetros del método fueron los siguientes:

- Peso teórico de 4 gramos.
- Programa de secado estándar.

- Temperatura de 140 °C.
- Modo de desconexión 3.
- Modo de visualización %MC.
- Factor libre off.



*Figura 9.* Analizador de humedad

### 3.2.4 Determinación de pH

Esta medición se la realiza mediante la norma ASTM D3838-05 (2017) , en donde una muestra de coque de petróleo se hirvió en agua tipo II con las especificaciones descritas en ASTM 1193-06 (2018), utilizando un condensador de reflujo para reciclar vapor de agua. Las partículas de carbono se filtran, el filtrado se enfría a 50 ° C y el pH del filtrado se determina por medición electrométrica.

Se siguió el procedimiento descrito a continuación:

- Se determinó la humedad total del material y posteriormente se pesó una muestra equivalente a  $10,00 \pm 0.01$  gramos sobre una base seca, considerando el valor de

humedad de este material el pesaje de la muestra se lo realiza como se describe a continuación:

Humedad del coque 74  $\mu\text{m}$  (malla 200) = 0.42%

Humedad de coque en 10 gramos de muestra = 0.042 gr

Coque húmedo equivalente a 10 gr sobre base seca = 10.042 gr

- Se introdujo la muestra dentro del matraz de tres bocas acoplado a un condensador con reflujo y se lo llevó a ebullición con  $100 \pm 0.1$  ml de agua reactiva durante un tiempo de  $900 \pm 10$  segundos.



**Figura 10.** Condensador de reflujo

- Se retiró el matraz de tres bocas de la placa de calentamiento e inmediatamente se filtró su contenido al vacío. Seguidamente se dejó enfriar el filtrado hasta alcanzar una temperatura de aproximadamente  $50 \pm 5$  °C y se midió el pH con un instrumento calibrado, con tres repeticiones del mismo ensayo, como se lo muestra en la tabla 2:

**Tabla 2.**

*Modelo de recolección de datos para ensayo de pH.*

	Repetición 1	Repetición 2	Repetición 3	Media	Desviación E.
<b>Ensayo 1</b>	$X_{1,R1}$	$X_{1,R2}$	$X_{1,R3}$	$X_{media}$	$S_{DX1}$

### 3.2.5 Gravedad específica del sólido

Este parámetro fue medido mediante el principio de Arquímedes de desplazamiento de los fluidos, uno de los métodos es el procedimiento gravimétrico descrito en la ASTM C128-15 (2015), con el procedimiento que se enuncia a continuación:

- En primer lugar, es importante desairar el agua, para que las burbujas no ocupen un volumen en el agua, por lo que este procedimiento se lo hizo con la ayuda de una bomba de vacío y constante agitación, hasta que no se presenten burbujas pequeñas al remover el agua.
- Luego se pesó el balón seco y el balón más agua a una determinada temperatura.
- Seguidamente, se pesó  $30 \pm 0.01$  gramos de muestra y se introdujo en el balón de aforo con agua, sin olvidar desairar esta mezcla.





**Figura 11.** Introducción de la muestra de coque en recipiente.

- Se pesó el balón más la muestra en solución con agua y se registra este valor acompañado de la temperatura a  $23 \pm 2$  °C correspondiente a la medición.
- Finalmente se vierte todo el contenido del balón en un recipiente y se lo deja secar a 110 °C durante toda la noche, registrando el peso final de la muestra secada al horno. La gravedad específica secada al horno (OD) se calcula con la siguiente ecuación, reportada en la misma norma (ASTM C128-15, 2015):

$$\text{Gravedad Específica (OD)} = \frac{A}{B + S - C}$$

Donde:

*A = Masa de la muestra secada al horno en gramos*

*B = Masa del recipiente + agua en gramos*

*C = Masa del recipiente + agua + muestra en gramos*

$S = \text{Masa de la muestra inicial en gramos}$

- El procedimiento descrito se lo realizó por triplicado para verificar la precisión en el experimento con la ayuda de parámetros como el de desviación estándar que se encuentran en la norma descrita tal como se describe en la tabla 3:

**Tabla 3.**

*Modelo de recolección de datos para ensayo de gravedad específica.*

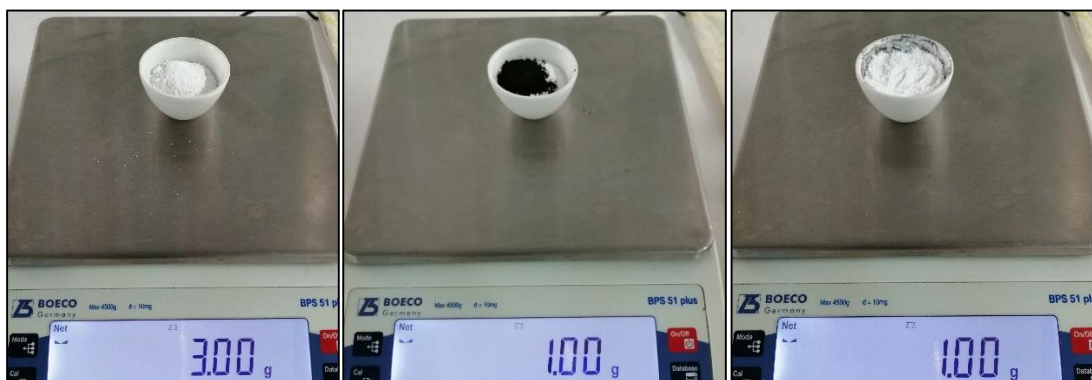
	Repetición 1	Repetición 2	Repetición 3	Media	Desviación E.
<b>Gravedad Específica</b>	$Y_{1,R1}$	$Y_{1,R2}$	$Y_{1,R3}$	$Y_{media}$	$S_{DY1}$

### 3.2.6 Concentración de Azufre

La cantidad de azufre presente en el coque, fue determinada mediante la norma ASTM D3177-02 (2007) método A denominado Eschka Method que se refiere a un método gravimétrico, en el cual una muestra de coque previamente pesada y la mezcla de Eschka se mezclan conjuntamente y son colocadas en una mufla para ser incineradas. El azufre se lava y disuelve en agua caliente y luego es precipitado de la solución que resulta como sulfato de bario  $BaSO_4$ . El precipitado se filtra en un papel especial de grado analítico, se incinera y se pesa. El procedimiento detallado se describe a continuación:

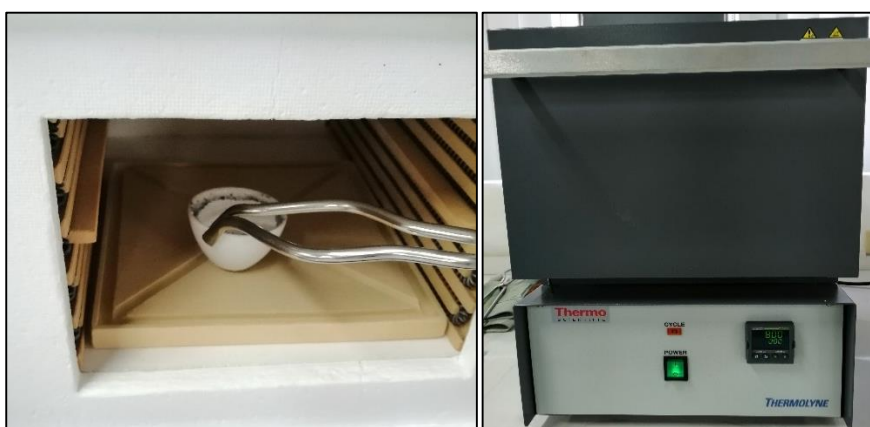
- En un crisol de 30 ml de capacidad se pesaron: 3 gramos de mezcla Eschka (2 partes de  $MgO$  con 1 parte de  $Na_2CO_3$ ), conjuntamente con 1 gramo de muestra con tamaño de

partícula de  $74 \mu\text{m}$ , se mezclaron íntimamente en el mismo crisol y finalmente se cubrió con 1 gramo adicional de mezcla Eschka.



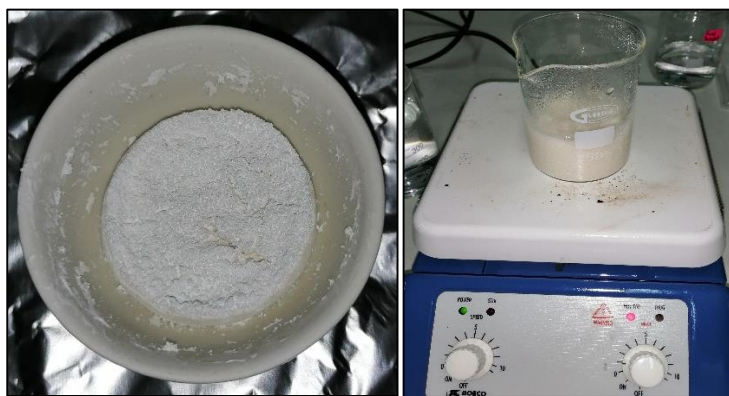
**Figura 12.** Pesaje de mezcla Eschka y muestra de coque.

- El crisol se introduce en una mufla con ventilación previamente calentada a  $200 \text{ }^\circ\text{C}$  y se incrementó la temperatura gradualmente en un tiempo aproximado de 30 minutos hasta llegar a la temperatura de  $800 \pm 15 \text{ }^\circ\text{C}$ , posterior a ello se mantuvo esta temperatura durante 1 hora hasta que todas las partículas negras desaparecían.



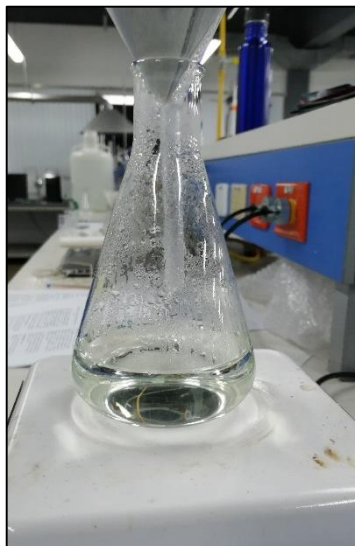
**Figura 13.** Introducción de la muestra preparada en mufla.

- En el tratamiento posterior a la incineración se dejó enfriar durante 1 hora y siguiente a ello se retiró el crisol y se vació todo su contenido en un vaso de precipitación de 250 ml, lavando reiteradas veces el crisol para evitar pérdida de material.
- Posteriormente, se digirió con 100 ml de agua caliente durante 30-45 minutos agitando el contenido ocasionalmente.



*Figura 14.* Digestión de muestra incinerada.

- Se filtró la solución, procurando que el material sólido permanezca en el vaso, luego a ello se lavó 10 veces el material insoluble con agua caliente hasta obtener una solución de aproximadamente 250-300 ml.



**Figura 15.** Filtración de muestra digerida.

- Seguidamente se añadió gotas de naranja de metilo como indicador de pH a la solución anterior, que posteriormente se neutralizó con 4 ml de una solución de  $HCl - H_2O$  1:1 en volumen. Ya neutralizada la solución se añadieron 2ml adicionales de  $HCl - H_2O$  1:1 para que la solución presente sub acidez.



**Figura 16.** Neutralización y sub-acidez de solución tratada.

- Se hirvió el contenido y se añadió 10 ml de la solución de  $BaCl$  ( $\frac{100gr}{L}$ ) con constante agitación durante 30 min, se enfrió y se dejó reposar durante toda la noche.

- Al día siguiente se filtró el contenido con papel filtro grado analítico número 42 que retiene partículas de tamaño pequeño como el  $BaSO_4$  y se lavó un número cercano de 15 veces el precipitado con agua caliente, hasta que al colocar unas gotas de solución de  $\frac{10gr}{L}$  de  $AgNO_3$  no produzca más que una ligera opalescencia, que es el resultado de una solución libre de cloruros.



**Figura 17.** Filtración de precipitados.

- Seguidamente, se secó el papel filtro y fue colocado con un dobléz en una cápsula de porcelana previamente pesada y calibrada, se lo introdujo en la mufla a aproximadamente  $230 \pm 30$  °C hasta que empezó a ahumarse, es importante no provocar una llama porque podría quemar el precipitado, se subió progresivamente la temperatura hasta aproximadamente los 300 °C hasta lograr ahumar completamente el papel y finalmente se alcanzó la temperatura de  $800 \pm 15$  °C durante 1 hora para incinerar todo tipo de residuos que puedan interferir con el precipitado.



**Figura 18.** Ahumación de papel filtro.

- Finalmente, se retiró la capsula de porcelana, se dejó enfriar y reposar en un desecador durante 1 hora. A seguir, se pesó la cápsula y se determinó el peso del precipitado. Esta prueba fue realizada por triplicado para asegurar la precisión, restando el blanco realizado con tres repeticiones para tratar de minimizar errores propios del sistema:

**Tabla 4.**

*Modelo de recolección de datos para ensayo de porcentaje de azufre.*

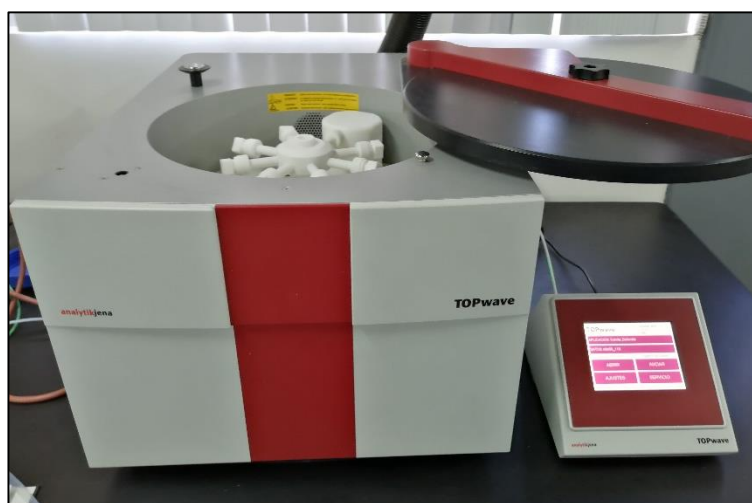
	Repeticón 1	Repeticón 2	Repeticón 3	Media	Desviación E
<b>Ensayos 1</b>	$Y_{1,R1}$	$Y_{1,R2}$	$Y_{1,R3}$	$X_{media}$	$S_{D1}$
<b>Blancos</b>	$B_{1,R1}$	$B_{1,R2}$	$B_{1,R3}$	$X_{B1}$	$S_{D,B1}$



*Figura 19.* .Precipitado final de Sulfato de Bario.

### 3.2.7 Desulfuración del coque

Luego de establecer la cantidad de azufre presente se procedió a desulfurar la muestra de coque, mediante el procedimiento descrito por Chamorro y Romano (2000), en un reactor de microondas modelo Topwave **figura**, el proceso de desulfuración de una mezcla de material carbonoso en un medio ácido sometió a la mezcla a la influencia de la energía de onda en el rango de microondas, recuperando, luego, el azufre y separando el material tratado de las fracciones ricas en metales.



*Figura 20.* Reactor de digestión microondas TOPWave.



El procedimiento a detalle se enuncia a continuación:

- Se pesó una porción de 1 gramo de coque de petróleo previamente caracterizado con tamaño de partícula de  $74 \mu\text{m}$ .
- El material se colocó en un reactor microondas Topwave en contacto directo con tres tipos de ácidos para su evaluación en la desulfuración con una relación entre masa del material y volumen del ácido de 0.1, tal como se describe en la tabla 5:

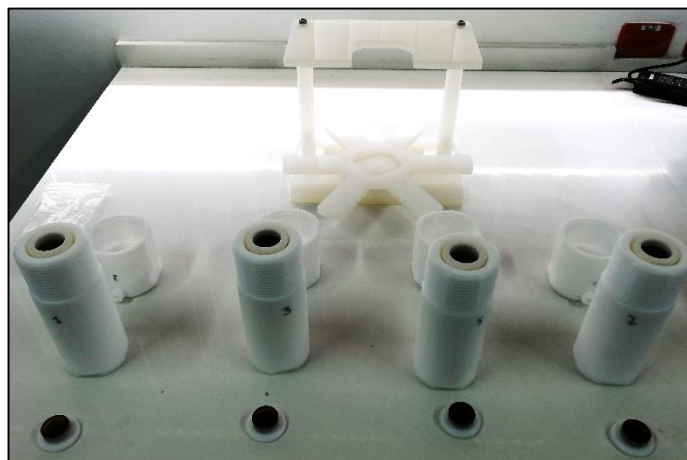
**Tabla 5.**

*Condiciones de evaluación del coque con diferentes tipos de ácido*

Ácido	Masa de Coque (gr)	Volumen de ácido (ml)	Temperatura (°C)	Presión (psig)
<i>HCl</i>	1	10	50	101.53
<i>HNO<sub>3</sub></i>	1	10	130	101.53
<i>HCl – HNO<sub>3</sub></i> <b>1:2</b>	1	6.7 <i>HNO<sub>3</sub></i> 3.3 <i>HCl</i>	130	101.53

- Cada una de estas pruebas se las hizo por triplicado en mini reactores propios del instrumento, específicamente fueron utilizados los recipientes modelo CX100 con sus respectivos accesorios figura 21, sellados para evitar pérdidas de vapores, con un tiempo

total de digestión de 20 minutos, además se estableció una frecuencia de microondas de 2450 MHz y con parámetros que se detallan en las tablas 6 y 7 que a continuación se presentan para cada una de las digestiones:



*Figura 21.* Minireactores modelo CX100 para digestión de microondas.

**Tabla 6.**

*Condiciones de operación de reactor microondas para HCl.*

	Temperatura (°C)	Presión (psig)	Rampa (min)	Tiempo (min)	Frecuencia MHz
<b>1</b>	40	101.53	1	1	2450
<b>2</b>	45	101.53	1	1	2450
<b>3</b>	50	101.53	1	15	2450

**Tabla 7.**

*Condiciones de operación de reactor microondas para HNO<sub>3</sub> y mezcla.*

	Temperatura (°C)	Presión (psig)	Rampa (min)	Tiempo (min)	Frecuencia MHz
1	100	101.53	1	1	2450
2	120	101.53	1	1	2450
3	130	101.53	1	15	2450

- Ya realizada la digestión de microondas se sacaron con cuidado los contenedores debido a la emisión de posibles gases, se filtró el contenido de cada uno de los recipientes y se dejó secar durante toda la noche, al día siguiente se verificó que el precipitado esté seco, en el caso que todavía exista restos de ácido se los evaporan incidiendo una corriente lenta de aire, de esta manera se recuperó el sólido de cada uno de los ensayos, para su posterior análisis de porcentaje de azufre.



**Figura 22.** Filtración de ácidos posterior a la digestión.



**Figura 23.** Recuperación de coque sólido después de digestión microondas.

### 3.3 Formulación de fluidos de perforación

Con el coque tratado y caracterizado mediante los procedimientos señalados anteriormente, se procedió a formular fluidos de perforación base agua con reactivos certificados según las hojas técnicas del laboratorio, se decidió establecer un peso del lodo de 10,1 lb/barril,

El fluido de perforación se sometió a diferentes pruebas que verificaron su validez como un fluido de perforación funcional, la formulación para el lodo base y variaciones con el material de estudio se puntualizan en la tabla 8.

**Tabla 8.**

*Formulación del fluido de perforación base agua*

Producto	Concentración	Unidad	Mezcla (min)
Agua	350	ml	0
Barazan	1.5	gramos	5
Bentonita	5	gramos	5
Filter Chek/Coque Tratado	1	gramos	5

CONTINÚA



<b>Barita</b>	80	gramos	5
<b>CaCO<sub>3</sub> malla 200</b>	23	gramos	5
<b>CaCO<sub>3</sub> malla 325</b>	23	gramos	5
<b>NaOH</b>	Hasta pH 9.5	-	5



**Figura 24.** Preparación del fluido de perforación.

Asimismo, se elaboraron fluidos de perforación, variando únicamente la concentración del coque tratado, como se describe en la tabla 9:

**Tabla 9.**

*Fluidos de perforación a diferentes concentraciones de coque tratado.*

Fluido	Masa de coque tratado (gramos)
--------	--------------------------------

CONTINÚA



<b>A</b>	1
<b>B</b>	1.5
<b>C</b>	2
<b>D</b>	2.5
<b>E</b>	3

### 3.4 Diseño Experimental

Se empleó un diseño experimental de bloques al azar  $m \times n$  de 5 tratamientos por 3 repeticiones, ya que el material a utilizar experimentalmente es heterogéneo, y se la aleatorización sirvió a evitar errores del tipo aleatorio y sistemático ya que con medidas sucesivas están correlacionados y por ende para controlar de mejor manera las variables que dependen de la concentración de coque utilizada.

La aleatorización de cada uno de los tratamientos se la hizo en el siguiente orden

**Tabla 10.**

*Aleatorización de bloques para diseño de experimentos.*

<b>1) B</b>	<b>6) C</b>	<b>11) B</b>
<b>2) E</b>	<b>7) D</b>	<b>12) E</b>
<b>3) D</b>	<b>8) A</b>	<b>13) A</b>
<b>4) C</b>	<b>9) C</b>	<b>14) E</b>
<b>5) D</b>	<b>10) B</b>	<b>15) A</b>

De esta manera fue posible agrupar en una tabla de 5 tratamientos con 3 repeticiones, disminuyendo errores que puedan causar alteraciones en los resultados.

En los fluidos formulados se midieron propiedades o variables de respuesta tales como: densidad, Filtrado API, calidad de revoque y propiedades reológicas tales como: Viscosidad plástica, punto cedente y esfuerzo de gel, basado en los procedimientos descritos en (American Petroleum Institute, 2014a).

En la tabla 11 se describe el diseño experimental a utilizar:

**Tabla 11.**

*Descripción del diseño experimental a emplear: variables de respuesta vs tratamientos, acorde a las diferentes observaciones en cada repetición.*

Tratamiento	Variable de Respuesta			
	R1	R2	R3	Media
<b>A</b>	$Y_{A,R1}$	$Y_{A,R2}$	$Y_{A,R3}$	$Y_{A,media}$
<b>B</b>	$Y_{B,R1}$	$Y_{B,R2}$	$Y_{B,R3}$	$Y_{B,media}$
<b>C</b>	$Y_{C,R1}$	$Y_{C,R2}$	$Y_{C,R3}$	$Y_{C,media}$
<b>D</b>	$Y_{D,R1}$	$Y_{D,R2}$	$Y_{D,R3}$	$Y_{D,media}$
<b>E</b>	$Y_{E,R1}$	$Y_{D,R2}$	$Y_{E,R3}$	$Y_{E,media}$

### 3.5 Pruebas de funcionalidad

#### 3.5.1 Densidad del fluido

La densidad o tradicionalmente llamada peso del lodo de perforación fue medida con mediante la norma American Petroleum Institute (2014) la ayuda de una balanza de lodo a presión figura

25, que consiste de un brazo con un contrapeso hacia un recipiente que contiene el fluido a medir en unidades de lb/gal, el procedimiento realizado para cada lodo se lo enuncia a continuación:



*Figura 25.* Balanza de lodo presurizada.

- Antes de empezar con las mediciones, fue necesario calibrar la balanza con agua destilada y esta al medir su peso da un valor de 8.33 lb/gal con lo que se asegura su correcta calibración.
- Para las mediciones de densidad de los lodos, para empezar, se quitó la tapa del recipiente y se llenó completamente con el lodo previamente preparado.





**Figura 26.** Llenado del lodo en la balanza.

- Se colocó la tapa del vaso con el pin de la tapa hacia abajo hasta que reboce el lodo.
- Seguidamente se posicionó el empaque y tapa rosca del vaso girando hasta que esté asentada.
- Con el accesorio de succión se introdujo dentro del recipiente un volumen de lodo mediante el accesorio acoplado a la tapa, hasta que rebosó y este accesorio se ubicó en su posición superior, sellando el lodo hasta su límite.



**Figura 27.** Completación de lodo dentro del recipiente de la balanza.

- Se limpió y secó el lodo en exceso de las paredes y tapa y seguidamente se lo colocó en la base de la balanza asegurándose que el punto de apoyo esté perfectamente fijado.
- Se desplaza el contrapeso hasta que el nivel de burbuja esté en el centro y nivelado.



**Figura 28.** Estabilización de la balanza.

- Finalmente se tomó la lectura de la cantidad correspondiente a la densidad de cada fluido con tres repeticiones para cada una de las variaciones de concentración como se muestra en la tabla 12:

**Tabla 12.**

*Modelo de recolección de datos para la propiedad de densidad.*

Fluido	Densidad lb/gal			
	R1	R2	R3	Media
<b>A</b>	$X_{A,1}$	$X_{A,2}$	$X_{A,3}$	$X_{media,A}$
<b>B</b>	$X_{B,1}$	$X_{B,1}$	$X_{B,1}$	$X_{media,B}$
<b>C</b>	$X_{C,1}$	$X_{C,2}$	$X_{C,3}$	$X_{media,C}$
<b>D</b>	$X_{D,1}$	$X_{D,2}$	$X_{D,3}$	$X_{media,D}$
<b>E</b>	$X_{E,1}$	$X_{E,2}$	$X_{E,3}$	$X_{media,E}$

### 3.5.2 Viscosidad

La viscosidad es un parámetro importante que fue medido basado en la norma American Petroleum Institute (2014) con la ayuda de un viscosímetro rotativo digital figura 29, la técnica consistió en rotar un cilindro sobre el lodo a diferentes velocidades de rotación, el procedimiento se describe a continuación:



*Figura 29.* Viscosímetro digital rotativo.

- Se colocó en un vaso térmico de acero inoxidable la muestra hasta la señal trazada en el interior del recipiente, está se puso a calentar en el accesorio acoplado y se subió la muestra para que tenga contacto con el rotor hasta la primera marca del cilindro.



**Figura 30.** Colocación de lodo en viscosímetro.

- Se calentó la muestra hasta alcanzar una temperatura de 120 °F (48.9 °C) y agitar lentamente para que haya un correcto ajuste de la temperatura.
- Cuando se alcanzó la temperatura mencionada, se puso en acción el rotor, presionando la tecla “mud” y automáticamente el equipo proporcionó valores de viscosidad plástica, punto cedente, gel a los 10 segundos y minutos.



**Figura 31.** Lectura digital de valores en viscosímetro digital.

- Finalmente se hicieron 3 repeticiones con cada concentración para las variables de respuesta como se muestran en las tablas 14, 15 y 16, se limpió el equipo y se transfirió el lodo al vaso original para enfriarlo y continuar con las pruebas siguientes.

**Tabla 13.**

*Modelo de recolección de datos para la propiedad de viscosidad plástica.*

Fluido	Viscosidad Plástica (cP)			
	R1	R2	R3	Media
<b>A</b>	$X_{A,1}$	$X_{A,2}$	$X_{A,3}$	$X_{media,A}$
<b>B</b>	$X_{B,1}$	$X_{B,1}$	$X_{B,1}$	$X_{media,B}$
<b>C</b>	$X_{C,1}$	$X_{C,2}$	$X_{C,3}$	$X_{media,C}$
<b>D</b>	$X_{D,1}$	$X_{D,2}$	$X_{D,3}$	$X_{media,D}$
<b>E</b>	$X_{E,1}$	$X_{E,2}$	$X_{E,3}$	$X_{media,E}$

**Tabla 14.**

*Modelo de recolección de datos para la propiedad de punto cedente.*

Fluido	Punto cedente ( $lb/100ft^2$ )			
	R1	R2	R3	Media
<b>A</b>	$X_{A,1}$	$X_{A,2}$	$X_{A,3}$	$X_{media,A}$
<b>B</b>	$X_{B,1}$	$X_{B,1}$	$X_{B,1}$	$X_{media,B}$
<b>C</b>	$X_{C,1}$	$X_{C,2}$	$X_{C,3}$	$X_{media,C}$
<b>D</b>	$X_{D,1}$	$X_{D,2}$	$X_{D,3}$	$X_{media,D}$
<b>E</b>	$X_{E,1}$	$X_{E,2}$	$X_{E,3}$	$X_{media,E}$

**Tabla 15.**

*Modelo de recolección de datos para la propiedad de gel 10 segundos.*

Fluido	Gel 10 segundos ( $lb/100ft^2$ )			
	R1	R2	R3	Media
<b>A</b>	$X_{A,1}$	$X_{A,2}$	$X_{A,3}$	$X_{media,A}$
<b>B</b>	$X_{B,1}$	$X_{B,1}$	$X_{B,1}$	$X_{media,B}$
<b>C</b>	$X_{C,1}$	$X_{C,2}$	$X_{C,3}$	$X_{media,C}$
<b>D</b>	$X_{D,1}$	$X_{D,2}$	$X_{D,3}$	$X_{media,D}$
<b>E</b>	$X_{E,1}$	$X_{E,2}$	$X_{E,3}$	$X_{media,E}$

**Tabla 16.**

*Modelo de recolección de datos para la propiedad de gel 10 minutos.*

Fluido	Gel 10 minutos ( $lb/100ft^2$ )			
	R1	R2	R3	Media
<b>A</b>	$X_{A,1}$	$X_{A,2}$	$X_{A,3}$	$X_{media,A}$
<b>B</b>	$X_{B,1}$	$X_{B,1}$	$X_{B,1}$	$X_{media,B}$
<b>C</b>	$X_{C,1}$	$X_{C,2}$	$X_{C,3}$	$X_{media,C}$
<b>D</b>	$X_{D,1}$	$X_{D,2}$	$X_{D,3}$	$X_{media,D}$
<b>E</b>	$X_{E,1}$	$X_{E,2}$	$X_{E,3}$	$X_{media,E}$

### 3.5.3 Filtrado API

Se realizaron ensayos de filtración API basado en el procedimiento descrito por la norma American Petroleum Institute (2014) , esta propiedad de filtración o formación de paredes de un

lodo es determinada con un equipo denominado filtro prensa figura 32. La prueba consistió en determinar la velocidad a la cual se fuerza un fluido a través del papel filtro. La prueba se realizó bajo las condiciones de tiempo, temperatura y presión especificadas. Después de la prueba se mide el espesor del revoque sólido que se ha asentado.



**Figura 32.** Filtro Prensa.

El procedimiento de esta prueba se especifica como sigue:

- En la parte inferior de la celda se colocó una malla, seguidamente un filtro de papel de grado analítico número 50 y luego un empaque de goma fue sellado con la celda, tal como se observa en la figura 33:



**Figura 33.** Colocación de celda de filtrado API.

- Luego se llenó con lodo la celda y se ajustó la tapa evitando que existan fugas.
- Se colocó un cilindro graduado debajo del orificio para recibir el filtrado durante la prueba. Seguidamente se presurizó a 100 psi durante 30 minutos.
- Al finalizar el tiempo establecido, se cerró la válvula y se registró el valor de filtrado en mililitros por triplicado para cada una de las concentraciones como se señala en la tabla 17:

**Tabla 17.**

*Modelo de recolección de datos para la propiedad de filtrado API.*

Fluido	Filtrado (ml/30minutos)			
	R1	R2	R3	Media
<b>A</b>	$X_{A,1}$	$X_{A,2}$	$X_{A,3}$	$X_{media,A}$
<b>B</b>	$X_{B,1}$	$X_{B,1}$	$X_{B,1}$	$X_{media,B}$
<b>C</b>	$X_{C,1}$	$X_{C,2}$	$X_{C,3}$	$X_{media,C}$
<b>D</b>	$X_{D,1}$	$X_{D,2}$	$X_{D,3}$	$X_{media,D}$

**CONTINÚA**





<b>E</b>	$X_{E,1}$	$X_{E,2}$	$X_{E,3}$	$X_{media,E}$
----------	-----------	-----------	-----------	---------------

### 3.5.4 Revoque

El revoque es el residuo o costra que se forma, en la pared de la formación y su espesor es de gran importancia para posteriormente tener una adecuada limpieza del pozo para obtenerlo se sigue el procedimiento descrito a continuación:

- Se desmontó con cuidado la celda de filtración y con cuidado se sacó la malla y el empaque de goma, se lava cuidadosamente para eliminar cualquier exceso de lodo.
- Se midió el espesor del revoque con la ayuda de un micrómetro tal como se lo puede observar en la figura 34:



*Figura 34.* Medición de espesor de revoque.

- Para cada lodo se midió el espesor por triplicado tal como se enuncia en la tabla 18:

**Tabla 18.**

*Modelo de recolección de datos para la propiedad de espesor de revoque.*

Fluido	Espesor de Revoque (mm)			
	R1	R2	R3	Media
<b>A</b>	$X_{A,1}$	$X_{A,2}$	$X_{A,3}$	$X_{media,A}$
<b>B</b>	$X_{B,1}$	$X_{B,1}$	$X_{B,1}$	$X_{media,B}$
<b>C</b>	$X_{C,1}$	$X_{C,2}$	$X_{C,3}$	$X_{media,C}$
<b>D</b>	$X_{D,1}$	$X_{D,2}$	$X_{D,3}$	$X_{media,D}$
<b>E</b>	$X_{E,1}$	$X_{E,2}$	$X_{E,3}$	$X_{media,E}$

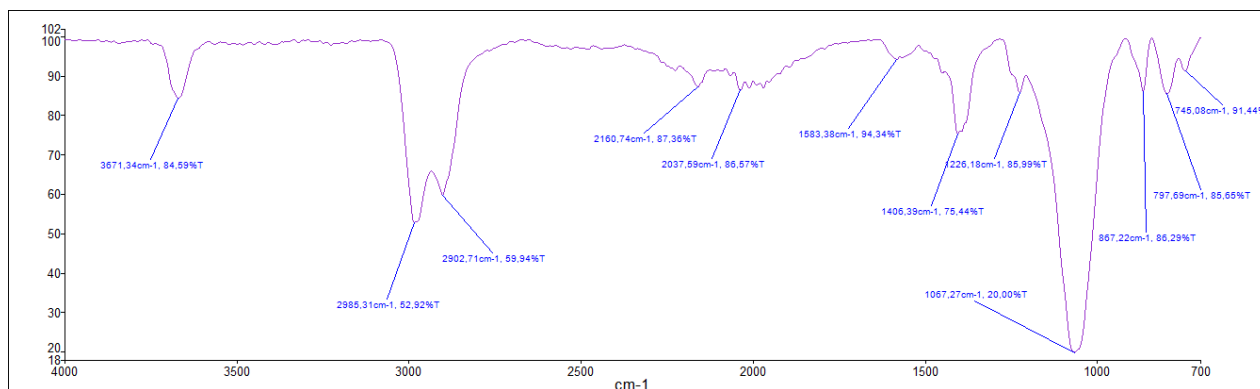
Finalmente se hizo el uso de pruebas estadísticas como Anova, Tukey y Dunnett para comparar los fluidos formulados con un estándar de fluido patrón para verificar si hay o no diferencia significativa entre ellos y para determinar que sistemas tuvieron efecto sobre las propiedades en estudio de los fluidos de perforación respectivamente.

## CAPÍTULO IV

### 4 ANÁLISIS DE RESULTADOS

#### 4.1 Caracterización de coque mediante FT-IR.

La espectroscopía FT-IR es una herramienta poderosa al momento de caracterizar materiales en los cuales se tenga incertidumbre de los componentes presentes, en este estudio es importante conocer si existen grupos funcionales atribuidos a aromáticos, olefinas, parafinas, ésteres, y compuestos que contengan azufre en cualquiera de sus formas que puedan afectar ya sea a su funcionalidad, solubilidad y al mismo tiempo que no provoquen daños al medio ambiente. En la figura 35 se ilustra el espectro obtenido del coque sin tratar:



**Figura 35.** Espectro del coque de petróleo sin tratar.

En el espectro se evidencia la vibración 3000-2840  $cm^{-1}$  que se asigna claramente al estiramiento del tipo stretching del enlace  $C - H$  el cual corresponde a vibraciones típicas de compuestos parafínicos y posiblemente vibraciones de ciclo alcanos.

En el rango de  $1132-885\text{ cm}^{-1}$  se puede asignar a los alargamientos de C-C correspondiente a alcanos o alicíclicos presentes en el material.

En el rango desde  $1250-800\text{ cm}^{-1}$  se asigna al tipo de vibración de tensión  $CH_3\gamma$  correspondiente a las terminaciones de cadenas de hidrocarburos.

En el mismo contexto en el rango de  $900-650\text{ cm}^{-1}$  se pueden encontrar vibraciones de anillos aromáticos del tipo flexión fuera del plano *ar C - H  $\delta$  oop* o en el mismo rango C-O-C que se pueden atribuir a los compuestos aromáticos tales como benceno, tolueno, etc presentes en el material de estudio.

Para compuestos que contengan azufre se pueden establecer en un rango de  $1250-1100\text{ cm}^{-1}$  estos pueden ser del tipo stretching de la forma C=S ó S=O. Estos además se pueden encontrar como sulfóxidos en el rango de  $1225-980\text{ cm}^{-1}$  y se lo puede atribuir a estos compuestos debido al azufre que el coque contiene en su estructura.

La deformación simétrica de debido a varios átomos  $X - CH_3\gamma$  en el caso específico del  $N - CH_3\gamma$  se produce en  $1410\text{ cm}^{-1}$  y se lo puede atribuir ya que el coque presenta en su estructura un porcentaje de nitrógeno.

En el rango de  $3650-3200\text{ cm}^{-1}$  se encuentran vibraciones típicas de los alcoholes que pueden ser asignadas al grupo funcional  $O - H\gamma$  en unión o como radical libre.

Cuando tenemos alquenos presentes del tipo  $C = C - X$  con  $X: O, N, S$  existen bandas características bajo a  $\cong 1590\text{ cm}^{-1}$  y se pueden atribuir a este tipo de alquenos sustituidos por estos elementos. (Pretsch, 2009)

Para una correcta caracterización se clasifican las bandas características del espectro del coque por su intensidad, se las separan en tres grupos y se les asigna un tipo de vibración, tal como se muestra en la tabla 19:

**Tabla 19.**

*Asignación de bandas características para espectro de coque.*

Longitud de onda ( $cm^{-1}$ )	Intensidad	Asignación
1067.27	Fuerte	C-C $\gamma$
2902.71	Fuerte	C-H $\gamma$
2985.31	Fuerte	C-H $\gamma$
797.69	Media	CH <sub>3</sub> $\gamma$
867.22	Media	<i>ar</i> C – H $\delta$ <i>oop</i> ó COC
1226.18	Media	S=Ost C=Sst
1406.39	Media	N – CH <sub>3</sub> $\gamma$
3671.34	Media	O-H $\gamma$
745.08	Débil	<i>ar</i> C – H $\delta$ <i>oop</i> ó COC
1583.38	Débil	C=C-X X:O,N,S

Como se suponía, el coque al estar compuesto en su mayoría de carbón posee grupos funcionales característicos de parafinas, alicíclicos, alquenos y gran variedad de grupos funcionales afines, pero también es importante señalar la presencia de algunos grupos funcionales indeseables como lo son los compuestos de azufre, estos pueden causar problemas como la corrosión o daños al ambiente,

por ello es importante que sean eliminados total o parcialmente para mejorar las propiedades del coque.

#### 4.2 Determinación de humedad.

La determinación del porcentaje de humedad en el equipo HB43-5 es muy rápida y efectiva, y para obtener un valor con mayor precisión, se realizaron 3 réplicas en las mismas condiciones tal como lo muestra la tabla 20:

**Tabla 20.**

*Condiciones y valores estadísticos obtenidos de la propiedad humedad.*

Condiciones en repeticiones		Temperatura (°C)	Cantidad (gr)	Tamaño Partícula (µm)			Secado		
		140	4	74			Estándar		
		Repetición 1	Repetición 2	Repetición 3			Media		
<b>Muestra 1</b>		0.42	0.42	0.42			0.42		
Variable	N	Media	Error estándar de la media	Desv.Est.	Varianza	CoefVar	Mínimo	Q1	Mediana
<b>%HUMEDAD</b>	3	0,42000	0,000000	0,000000	0,000000	0,00	0,42000	0,42000	0,42000
Variable	Q3	Máximo	Rango	Modo	N para moda				
<b>%HUMEDAD</b>	0,42000	0,42000	0,000000	0,42	3				

Fuente: Minitab

El valor de humedad es de 0.42% ya que en las tres mediciones expresa el mismo valor y no existe un error, cumpliendo con los parámetros exigidos a nivel de laboratorio para que un material actúe como controlador de filtrado.

### 4.3 Determinación de pH.

El procedimiento para determinación de pH fue repetido tres veces, tratando de mantener una temperatura de  $50 \pm 5$  °C

**Tabla 21.**

*Condiciones y valores estadísticos obtenidos de la propiedad pH.*

		Repetición 1	Repetición 2	Repetición 3	Media					
<b>Ensayo 1</b>		7.70	7.77	7.64	7.70					
<b>Temperatura</b>		50.4	50.6	50.2	50.4					
°C										
Variable	N	Media	Error estándar de la media	Desv.Est.	Varianza	CoefVar	Mínimo	Máximo	Rango	MSSD
<b>pH</b>	3	7,7033	0,0376	0,0651	0,0042	0,84	7,6400	7,7700	0,1300	0,0054

Fuente: Minitab

Se hace una comparación con la figura 36 proporcionada por la norma elaborada en cuatro diferentes laboratorios con la finalidad de hacer una clasificación previa del material de estudio.

Sample	Number of Tests	Average pH	Standard Deviation
2N	11	3.65	0.18
11N	12	3.64	0.19
12N	11	3.56	0.14
1D	11	5.57	0.67
4D	12	5.62	0.60
9D	12	5.65	0.60
3B	11	8.82	0.38
5B	12	8.93	0.30
10B	12	8.90	0.29
6P	11	7.91	0.17
7P	12	8.07	0.41
8P	12	7.85	0.23

**Figura 36.** Determinación de la precisión del ensayo.  
Fuente: (ASTM D 3838-05, 2017)

En donde las letras de las muestras clasifican el material según su tipo: N base de madera, D tipo lignito, B y P tipo bone char. La muestra de coque analizada mantiene valores similares al tipo P y no sobrepasa la desviación estándar señalada, por lo que puede ser catalogado en esta clasificación. Este valor es muy importante ya que los fluidos de perforación están en rangos de Ph básico y en comparación con otros aditivos como el lignito natural que tiene un Ph ácido, el coque no requerirá de ningún tratamiento para ajustar esta propiedad.

#### **4.4 Determinación de gravedad específica de coque sólido.**

De acuerdo al procedimiento detallado, se realizaron tres experimentos para determinar la gravedad específica del coque de petróleo, utilizando la ecuación señalada en la sección 3.2.5, se determinó esta propiedad, para lo cual los datos recogidos se resumen en la tabla 22:



**Tabla 22.**

*Condiciones y valores estadísticos obtenidos de la propiedad gravedad específica.*

	Repetición 1		Repetición 2		Repetición 3		Media	
<b>A</b>	29.99		30		29.99		29.99	
<b>B</b>	344.88		344.89		344.86		344.88	
<b>C</b>	357.96		357.97		357.95		357.96	
<b>S</b>	30.01		30.01		30.01		30.01	
<b>Gravedad Específica</b>	1.771		1.772		1.772		1.772	
	Repetición 1		Repetición 2		Repetición 3		Media	Desviación E.
<b>Gravedad Específica</b>	1.771		1.772		1.772		1.772	0.000577
<b>Variable</b>	N	Media	Error estándar de la media	Desv.Est.	Varianza	CoefVarr	Mínimo	Máximo
<b>Gravedad Específica</b>	3	1,7717	0,000333	0,000577	0,000000	0,03	1,7710	1,7720

Fuente: Minitab

Estos valores se comparan con la tabla proporcionada en la norma descrita, para mantener una precisión dentro de los límites y aceptar los valores calculados, tal como se discierne mediante la figura 37:

TABLE 1 Precision		
	Standard Deviation	Acceptable Range of Two Results (d2s) <sup>A</sup>
<b>Single-Operator Precision</b>		
Relative density (specific gravity) (OD)	0.011	0.032
Relative density (specific gravity) (SSD)	0.0095	0.027
Apparent relative density (specific gravity)	0.0095	0.027
Absorption, <sup>B</sup> %	0.11	0.31
<b>Multilaboratory Precision</b>		
Relative density (specific gravity) (OD)	0.023	0.066
Relative density (specific gravity) (SSD)	0.020	0.056
Apparent relative density (specific gravity)	0.020	0.056
Absorption, <sup>B</sup> %	0.23	0.66

**Figura 37.** Precisión para gravedad específica de un solo operador o varios laboratorios.  
Fuente: (ASTM C128-15, 2015)

La desviación obtenida en la serie de experimentos realizados es de 0.000577 y como se puede corroborar la precisión de un solo operador está dentro de los límites aceptables para la gravedad específica secada al horno (OD).

#### 4.5 Concentración porcentual de azufre en coque.

El azufre presente en el coque es un parámetro de gran relevancia porque se determinó la existencia del mismo y en efecto puede alterar su funcionalidad, para determinar la cantidad de este compuesto se realizó el procedimiento gravimétrico descrito en la sección 3.2.6 y los resultados de los ensayos realizados restando un valor promedio de blanco de 0.0061 gr se muestran en la tabla 23:

**Tabla 23.**

*Resultados de ensayos realizados para prueba de porcentaje de azufre.*

	Repetición 1	Repetición 2	Repetición 3
<b>Peso Crisol encerado (gramos)</b>	58.2988	50.3101	61.4182
<b>Peso crisol después + precipitado</b>	58.6477	50.6576	61.7673
<b><i>BaSO<sub>4</sub></i> precipitado</b>	0.3489	0.3475	0.3491
<b>Resta Blanco</b>	0.0061	0.0061	0.0061
<b><i>BaSO<sub>4</sub></i> final</b>	0.3428	0.3414	0.3430

Para el cálculo del porcentaje de azufre total en la muestra de coque se emplea la ecuación proporcionada por la norma (ASTM D3177-02, 2007), la cual se define de la siguiente forma:

$$\% \text{ de Azufre, en la muestra} = \frac{(A - B) * 13.738}{C}$$

Donde:

*A = Gramos de BaSO<sub>4</sub> precipitados*

*B = Gramos de corrección de BaSO<sub>4</sub>*

*C = Gramos de muestra usada*

Los resultados de porcentaje de azufre para los ensayos realizados se resumen en la tabla 24:

**Tabla 24.**

*Resultados de porcentaje de azufre.*

	Repetición 1	Repetición 2	Repetición 3	Media	Desviación
<b>% de Azufre</b>	4.709	4.690	4.712	4.704	0.0119

Fuente: Minitab

Se realizan pruebas estadísticas básicas mostradas en la tabla para conocer datos que servirán para calcular el límite de repetibilidad:

**Tabla 25.**

*Cálculo de parámetros estadísticos para resultados de azufre.*

Variable	N	Media	Error estándar de la media	Desv.Est.	Varianza	CoefVar	Mínimo	Máximo	Rango
<b>% de Azufre</b>	3	4,7037	0,00689	0,0119	0,00014	0,25	4,6900	4,7120	0,0220

Fuente: Minitab

El límite de repetibilidad se calcula con la siguiente ecuación descrita en (Eurachem, 2016):

$$r = \sqrt{2} * t * s_r$$

Donde:

$t = t$  de student a dos colas para un determinado número de  $gl$

$s_r =$  desviación estándar de las medidas repetidas

Para un número relativamente grande de grados de libertad  $t \approx 2$  a nivel de confianza del 95%, la ecuación anterior se resuelve de la siguiente manera:

$$r = 2.8 * s_r$$

$$r = 2.8 * 0.0119$$

$$r = 0.033$$

En la norma descrita se describen límites de repetibilidad y reproducibilidad, que ayudan a corroborar los ensayos realizados para calcular el porcentaje de azufre presente en el coque, el límite de repetibilidad calculado está dentro de los límites que se indican en la figura 38:

Range, %	Repeatability Limit, <i>r</i>	Reproducibility Limit, <i>R</i>
Under 2	0.05	0.10
Over 2	0.10	0.20
Coke	0.03	0.05

**Figura 38.** Límites de repetibilidad y reproducibilidad de ensayo de % de azufre.  
Fuente: (ASTM D3177-02, 2007)

#### **4.6 Desulfuración de coque mediante reactor de digestión microondas.**

Este procedimiento fue clave en el desarrollo de este trabajo de investigación y se lo realizó tal y como se describe en la sección 3.2.7, luego de recuperar el coque tratado mediante el reactor de digestión microondas, se procedió a realizar la prueba de porcentaje de azufre detallada en la sección 3.2.6 con los datos que se muestran en la tabla 26:

**Tabla 26.***Prueba de azufre después de digestión microondas con HCL.*

HCL	Repetición 1	Repetición 2	Repetición 3
<b>Coque recuperado de digestión (gr)</b>	0.9122	0.9115	0.9141
<b>Peso Crisol encerado (gramos)</b>	58.3001	50.3102	61.4182
<b>Peso crisol después + precipitado</b>	58.3681	50.3793	61.4894
<b><i>BaSO<sub>4</sub></i> precipitado</b>	0.0680	0.0691	0.0712
<b>Resta Blanco</b>	0.0061	0.0061	0.0061
<b><i>BaSO<sub>4</sub></i> final</b>	0.0619	0.063	0.0651

**Tabla 27.***Prueba de azufre después de digestión microondas con HNO<sub>3</sub>.*

HNO <sub>3</sub>	Repetición 1	Repetición 2	Repetición 3
<b>Coque recuperado de digestión (gr)</b>	0.7415	0.7425	0.7371
<b>Peso Crisol encerado (gramos)</b>	58.3012	50.3117	61.4185
<b>Peso crisol después + precipitado</b>	58.3740	50.3837	61.4930
<b><i>BaSO<sub>4</sub></i> precipitado</b>	0.0728	0.072	0.0745
<b>Resta Blanco</b>	0.0061	0.0061	0.0061
<b><i>BaSO<sub>4</sub></i> final</b>	0.0667	0.0659	0.0684

**Tabla 28.**

*Prueba de azufre después de digestión microondas con  $HNO_3 - HCl$  2: 1.*

$HNO_3 - HCl$ 2: 1	Repetición 1	Repetición 2	Repetición 3
<b>Coque recuperado de digestión (gr)</b>	0.7892	0.7914	0.7911
<b>Peso Crisol encerado (gramos)</b>	58.3007	50.3112	61.4189
<b>Peso crisol después + precipitado</b>	58.3909	50.3983	61.5038
<b><math>BaSO_4</math> precipitado</b>	0.0902	0.0871	0.0849
<b>Resta Blanco</b>	0.0061	0.0061	0.0061
<b><math>BaSO_4</math> final</b>	0.0841	0.0810	0.0788

**Tabla 29.**

*Porcentaje de azufre obtenido con los tratamientos ácidos de digestión microondas.*

% de Azufre	Repetición 1	Repetición 2	Repetición 3	Media	Desviación
<b><math>HCl</math></b>	0.932	0.949	0.978	0.953	0.023
<b><math>HNO_3</math></b>	1.236	1.219	1.275	1.243	0.029
<b><math>HNO_3</math> – <math>HCl</math> 2: 1</b>	1.464	1.406	1.368	1.413	0.048

Como se observa en la tabla 29 todos los tratamientos con ácido aportaron con un porcentaje de extracción de azufre del coque, sin embargo la digestión de microondas realizada con  $HCl$  fue la que presentó mayores porcentajes de extracción con una media de 0.953% de azufre que representa y comprobando así la efectividad de este proceso.

En la tabla 30 se hace un resumen de las propiedades físico químicas obtenidas del pretratamiento del coque de petróleo:

**Tabla 30.**

*Resumen de propiedades físico químicas del coque del pretratamiento.*

	Propiedad	Valor final
<b>Físicas</b>	Color	Negro
	Granulometría	74 $\mu\text{m}$
	% de Humedad	0.42%
	Gravedad Específica	1.772
<b>Químicas</b>	pH	7.70
	% de Azufre coque sin tratar	4.704
	% de Azufre muestra tratada con digestión microondas	0.953

#### 4.7 Formulación de fluidos de perforación.

Con la formulación dada en la sección 3.3 para lodos de perforación se preparó un fluido patrón según las normas del laboratorio de fluidos y perforación de la Escuela Politécnica Nacional, el cual sirvió de lodo base para comparaciones posteriores, según las normas internas del laboratorio, los parámetros a evaluar deben ser ajustados a las siguientes propiedades que son tomadas de referencia:



**Tabla 31.**

*Datos de referencias de ajuste de propiedades de lodos de perforación.*

Propiedad	Valor referencial
Densidad	9-12 (lb/gal)
Viscosidad plástica	7-15 (cP)
Punto cedente	6-20 (lb/100ft <sup>2</sup> )
Resistencia de Gel	10-20 (lb/100ft <sup>2</sup> )
Filtrado API	6-14 (ml/30min)
Espesor de revoque	Hasta 1/32 pulgada ó 0.79mm
pH	9-10

El fluido patrón se ajustó a las propiedades, descritas en la tabla 32, como sigue:

**Tabla 32.**

*Propiedades del fluido patrón.*

Propiedad	Valor referencial
Densidad	10.1 lb/gal
Viscosidad plástica	7.3 cP
Punto cedente	20 (lb/100ft <sup>2</sup> )
Resistencia de Gel	10(10seg) -20(10min) (lb/100ft <sup>2</sup> )
Filtrado API	10.15 (ml/30min)
Espesor Revoque	0.516 mm
pH	9.35

## 4.8 Pruebas de funcionalidad.

Para establecer un intervalo en las concentraciones a utilizar en el diseño experimental, se decidió probar con concentraciones de 1, 2, 3, 5, 7.5 gr y se evidenció un aumento en la propiedad de densidad, tal como lo señala la tabla 33:

**Tabla 33.**

*Medición de densidad de fluidos de prueba.*

Concentración (gramos)	Densidad (lb/gal)
1	10.1
2	10.1
3	10.2
5	10.2
7.5	10.3

Con lo expuesto anteriormente se decidió establecer un intervalo de 5 concentraciones de 1-3 gramos con un incremento de 0.5 gramos en cada una de ellas, con tres repeticiones para disminuir el error propio del sistema.

### 4.8.1 Densidad del fluido de perforación.

La densidad del fluido de perforación es un parámetro clave al momento de perforar, y se debe mantener un minucioso control de esta propiedad, ya que controla la presión hidrostática que la columna del lodo de perforación ejerce durante las operaciones, que tiene como finalidad

estabilizar las paredes del agujero. A continuación, se presentan los resultados obtenidos referente a esta propiedad:

**Tabla 34.**

*Valores obtenidos experimentalmente en lodos de perforación para la propiedad densidad.*

Fluido	Densidad lb/gal			
	R1	R2	R3	Media
<b>A</b>	10.1	10.1	10.1	10.1
<b>B</b>	10.1	10.1	10.1	10.1
<b>C</b>	10.1	10.1	10.1	10.1
<b>D</b>	10.1	10.2	10.2	10.167
<b>E</b>	10.2	10.2	10.2	10.2

Como se puede observar los fluidos A, B, C no presentaron alteraciones en esta propiedad, mientras que en los fluidos D, E se alteró esta propiedad en la primera cifra significativa, debido al incremento del material de estudio.

#### **4.8.2 Viscosidad Plástica.**

La viscosidad plástica es importante porque es el resultado de la fricción física entre los componentes del lodo de perforación, permitiendo así altas tasas de penetración, así como también de limpieza del hoyo. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 35:

**Tabla 35.**

*Valores obtenidos experimentalmente en lodos de perforación para la propiedad viscosidad plástica.*

Fluido	Viscosidad Plástica (cP)			
	R1	R2	R3	Media
<b>A</b>	6.9	6.7	6.9	6.83
<b>B</b>	7.1	7.2	6.8	7.03
<b>C</b>	7.2	7.1	7.3	7.2
<b>D</b>	7.3	7.3	7.2	7.3
<b>E</b>	7.3	7.4	7.3	7.33

Relacionado a los resultados obtenidos, el fluido E es el fluido con mayor viscosidad plástica y es debido al aumento de la fricción que existen entre los sólidos.

#### 4.8.3 Punto Cedente.

El punto cedente es una medida que refleja cuan fuerte es la atracción que se da entre las partículas contenidas en el lodo, esto ya sea en condiciones estáticas o dinámicas y al igual que la viscosidad plástica contribuye a la limpieza del hoyo. Los datos de punto cedente para los fluidos formulados se exponen en la tabla 36:

**Tabla 36.**

*Valores obtenidos experimentalmente en lodos de perforación para la propiedad punto cedente.*

Fluido	Punto cedente ( $lb/100ft^2$ )			
	R1	R2	R3	Media

**CONTINÚA**



<b>A</b>	20	20	20	20
<b>B</b>	20	20	20	20
<b>C</b>	20	20	20	20
<b>D</b>	20	20	20	20
<b>E</b>	20	20	20	20

Como se puede observar es una propiedad que se mantuvo constante en todos los fluidos, esto es importante ya que no se suscitaron problemas relacionados como el de floculación y por ende todos los sólidos se mantuvieron suspendidos en el fluido de perforación

#### 4.8.4 Geles.

El esfuerzo de gel es un parámetro importante en el caso de que ocurra un paro de la recirculación del lodo, si este suceso ocurriera es posible que los recortes se vayan al fondo y ocurran problemas más graves, pero con la ayuda de un buen esfuerzo de gel estos recortes o sólidos se mantienen suspendidos en el lodo hasta que nuevamente se reanude la operación. Los datos a analizar de esfuerzos de gel a los 10 segundos y minutos, se presentan en la tabla 37:

**Tabla 37.**

*Valores obtenidos experimentalmente en lodos para la propiedad Gel 10 segundos.*

Fluido	Gel 10 segundos ( $lb/100ft^2$ )			
	R1	R2	R3	Media
<b>A</b>	10	10	10	10
<b>B</b>	10	10	10	10
<b>C</b>	10	10	10	10
<b>D</b>	10	10	10	10

CONTINÚA



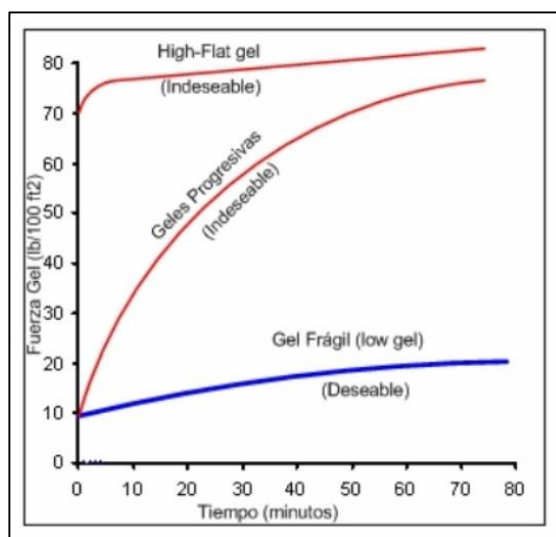
E	10	10	10	10
---	----	----	----	----

**Tabla 38.**

Valores obtenidos experimentalmente en lodos de perforación para la propiedad Gel 10 minutos.

Fluido	Gel 10 minutos ( $lb/100ft^2$ )			
	R1	R2	R3	Media
A	20	20	20	20
B	20	20	20	20
C	20	20	20	20
D	20	20	20	20
E	20	20	20	20

Como se puede observar, todos los fluidos formulados mantienen constante esta propiedad en los 10 segundos y minutos y si se lo hace una comparación con la figura 39, se puede considerar como un gel frágil y deseable en la industria.

**Figura 39.** Tipos de Geles

Fuente: (Guarachi, 2018)

#### 4.8.5 Filtrado API.

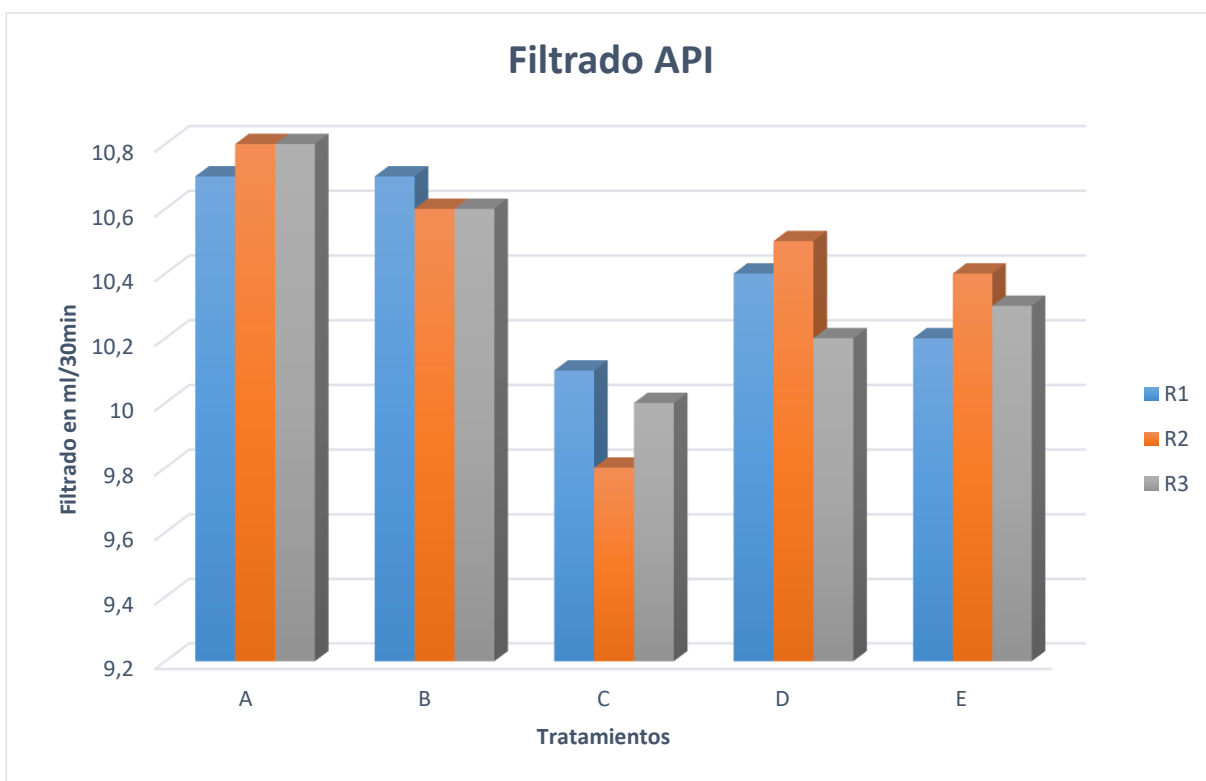
El filtrado API es una de las propiedades de interés de esta investigación, tiene un valor vitalicio en las operaciones de perforación ya que proporciona información de la cantidad de agua que se filtra a través del revoque hacia la formación, y evidentemente puede prevenir pérdidas millonarias por colapsos de formaciones o pérdidas del pozo. Los valores obtenidos para los lodos evaluados se muestran en la tabla 39:

**Tabla 39.**

*Valores obtenidos experimentalmente en lodos de perforación para la propiedad filtrado API.*

Fluido	Filtrado (ml/30minutos)			
	R1	R2	R3	Media
<b>A</b>	10.7	10.8	10.8	10.77
<b>B</b>	10.7	10.6	10.6	10.63
<b>C</b>	10.1	9.8	10	9.97
<b>D</b>	10.4	10.5	10.2	10.36
<b>E</b>	10.2	10.4	10.3	10.3

Como se observa, los resultados reflejan la acción del coque de petróleo tratado en la pérdida de filtrado. Los fluidos C, D, E presentaron el menor filtrado, especialmente el fluido C que presentó un filtrado medio de 9.97 ml/30min y por ende la mejor funcionalidad a la concentración del mismo fluido. La figura 40 muestra el comportamiento de cada uno de los fluidos en los diferentes tratamientos referente a su capacidad de filtrado:



**Figura 40.** Comportamiento de los fluidos en la propiedad de Filtrado API.

#### 4.8.6 Calidad del revoque.

El revoque es la capa que se forma por la deposición de sólidos que están suspendidos en el lodo y por efecto de presión se conglomeran en las paredes de la parte anular en la perforación, principalmente en las secciones de formación, contribuyendo de esta manera a controlar la pérdida de presión, sellar fracturas y a su vez estabilizar la presión para evitar derrumbes. Los datos obtenidos de espesor de revoque de cada uno de los lodos, se enlistan a continuación:

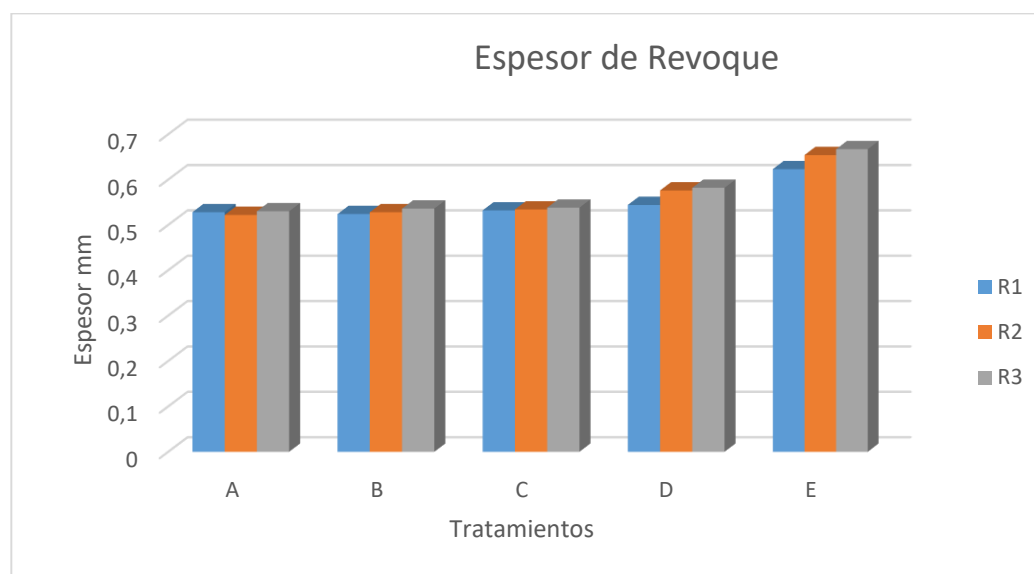


**Tabla 40.**

Valores obtenidos experimentalmente en lodos de perforación para la propiedad espesor del revoque.

Fluido	Espesor de Revoque (mm)			
	R1	R2	R3	Media
<b>A</b>	0.528	0.522	0.53	0.527
<b>B</b>	0.524	0.528	0.536	0.529
<b>C</b>	0.532	0.533	0.538	0.534
<b>D</b>	0.544	0.576	0.582	0.567
<b>E</b>	0.623	0.654	0.667	0.648

Como se evidencia, los datos de espesor de revoque están en el límite adecuado, es decir menor a 1/32 de pulgada (0.79 mm), y se ve un aumento progresivo, aunado con el aumento de concentración del coque, tal y como se evidencia en la figura 41:



**Figura 41.** Comportamiento de los fluidos en la propiedad espesor del revoque.

#### 4.9 Análisis de Varianza.

Para cada una de las propiedades de funcionalidad se sometió a una evaluación estadística con pruebas estadísticas como ANOVA, Rango múltiple de Tukey y Dunnett para establecer si existen o no diferencias significativas entre las medias de los diferentes tratamientos y en comparación con un fluido patrón. Tal como se describen en las tablas siguientes:

Para todas las comparaciones se propuso igualdad de varianzas con un nivel de significancia  $\alpha = 0.05$  en donde las hipótesis se especifican de la siguiente manera:

$$H_0 = \text{Todas las medias son iguales}$$

$$H_1 = \text{No todas las medias son iguales}$$

**Tabla 41.**

*Información del factor.*

Factor	Niveles	Valores
Concentración Coque	5	A; B; C; D; E

#### 4.9.1 ANOVA de un solo factor: Densidad vs. Concentración Coque

**Tabla 42.**

*Análisis de varianza para la propiedad densidad.*

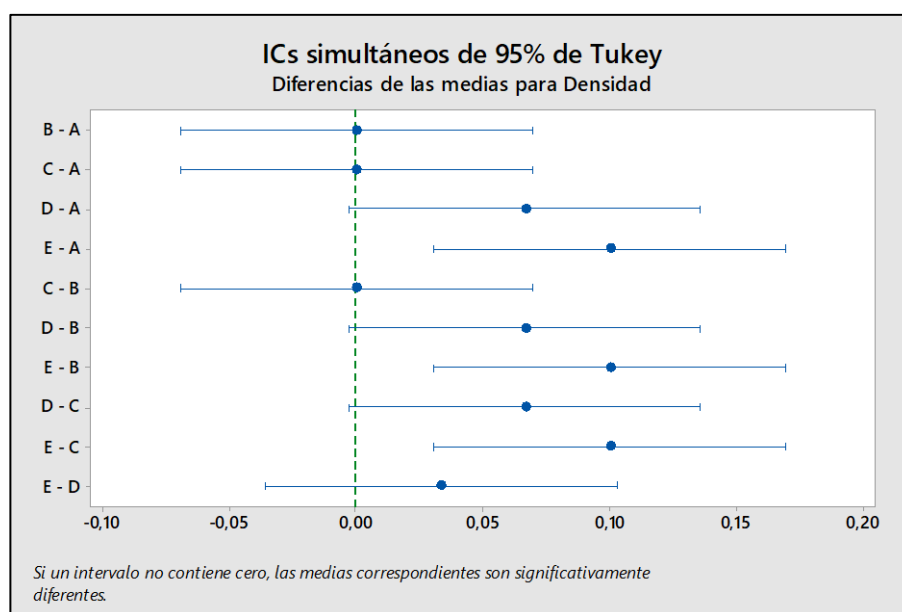
Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Concentración Coque	4	0,026667	0,006667	10,00	0,002
Error	10	0,006667	0,000667		
Total	14	0,033333			

CONTINUA



Concentración Coque	N	Media	Desv.Est.	IC de 95%
A	3	10,10	0,00	(10,07; 10,13)
B	3	10,10	0,00	(10,07; 10,13)
C	3	10,10	0,00	(10,07; 10,13)
D	3	10,1667	0,0577	(10,1335; 10,1999)
E	3	10,20	0,00	(10,17; 10,23)

Fuente: Minitab, Desv.Est. agrupada = 0,0258199



**Figura 42.** Intervalos de confianza prueba Tukey para la propiedad densidad.

Fuente: (Minitab 18)

**Tabla 43.**

*Comparaciones en parejas de Tukey para la propiedad densidad.*

Concentración Coque	N	Media	Agrupación
E	3	10,20	A
D	3	10,1667	A B
C	3	10,10	B
B	3	10,10	B
A	3	10,10	B

*Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes Fuente: Minitab.*

Para las comparaciones en parejas con el rango múltiple de Tukey con un grado de confianza del 95% correspondiente a la densidad, los tratamientos ED, AB, AC, AD, BC, BD, CD no son significativamente diferentes, las comparaciones EA, EB, EC de los tratamientos sí presentan diferencias estadísticas significativas.

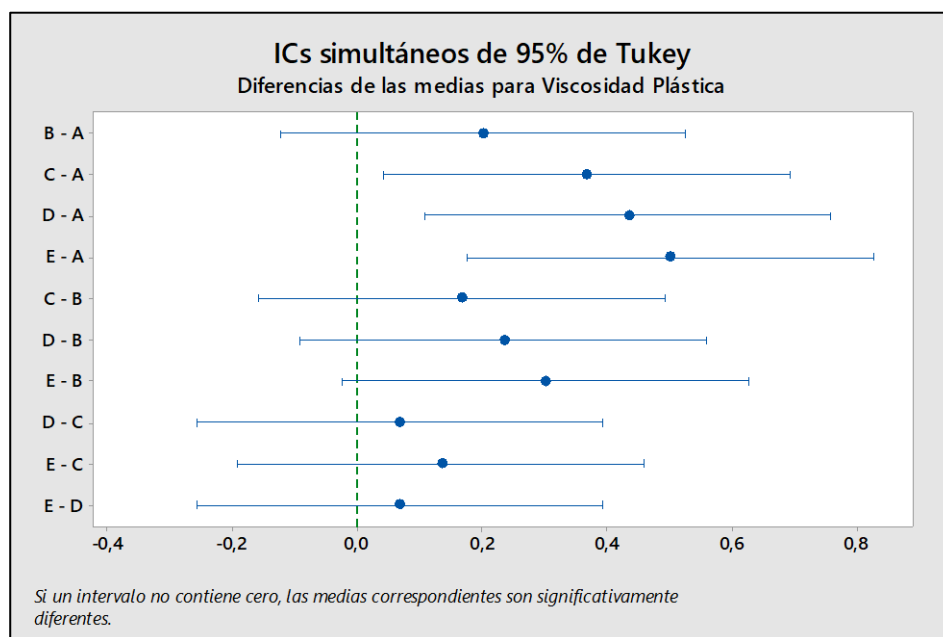
#### 4.9.2 ANOVA de un solo factor: Viscosidad Plástica vs. Concentración Coque

**Tabla 44.**

*Análisis de varianza para la propiedad Viscosidad Plástica.*

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
<b>Concentración Coque</b>	4	0,4867	0,12167	8,30	0,003
<b>Error</b>	10	0,1467	0,01467		
<b>Total</b>	14	0,6333			
<b>Concentración Coque</b>	N	Media	Desv.Est.	IC de 95%	
<b>A</b>	3	6,8333	0,1155	(6,6775; 6,9891)	
<b>B</b>	3	7,033	0,208	(6,878; 7,189)	
<b>C</b>	3	7,2000	0,1000	(7,0442; 7,3558)	
<b>D</b>	3	7,2667	0,0577	(7,1109; 7,4225)	
<b>E</b>	3	7,3333	0,0577	(7,1775; 7,4891)	

Fuente: Minitab, Desv.Est. agrupada = 0,121106



**Figura 43.** Intervalos de confianza prueba Tukey para la propiedad viscosidad plástica.  
Fuente: (Minitab 18)

**Tabla 45.**

*Comparaciones en parejas de Tukey para la propiedad viscosidad plástica.*

Concentración Coque	N	Media	Agrupación	
E	3	7,3333	A	
D	3	7,2667	A	
C	3	7,2000	A	
B	3	7,033	A	B
A	3	6,8333	B	

*Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.*

Para las comparaciones en parejas con el rango múltiple de Tukey con un grado de confianza del 95% correspondiente a la viscosidad plástica, los tratamientos ED, EC, EB, DC, DB, CB, BA no son significativamente diferentes, las demás comparaciones entre tratamientos sí presentan diferencias estadísticas significativas.

### 4.9.3 Anova Punto cedente, Esfuerzo de gel a los 10 segundos y minutos.

Para estas propiedades, no es posible realizar una tabla ANOVA, ya que los datos arrojados en todas las mediciones son los mismos, por lo tanto, no existen diferencias estadísticamente significativas.

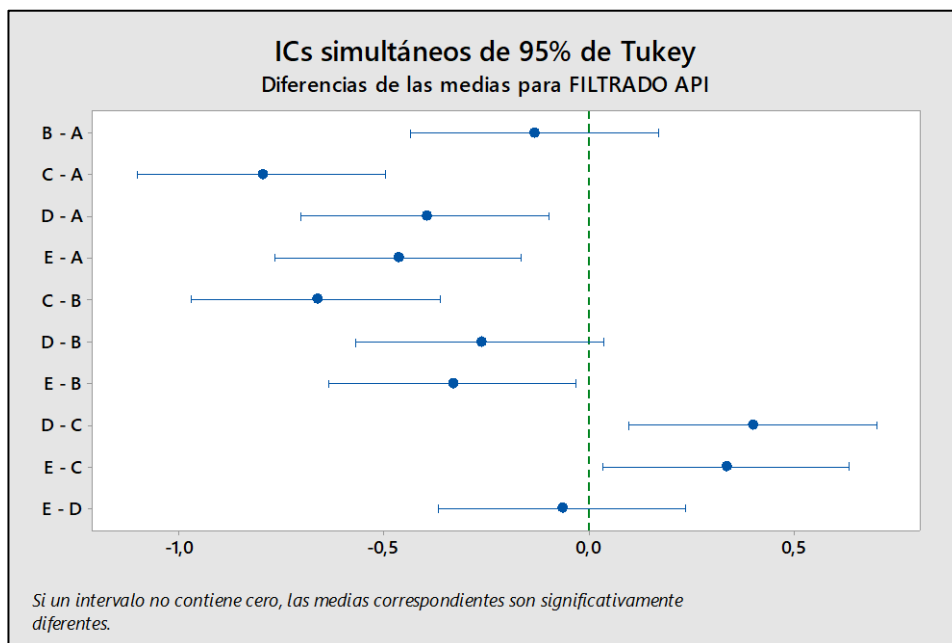
### 4.9.4 ANOVA de un solo factor: FILTRADO API vs. Concentración de Coque

**Tabla 46.**

*Análisis de varianza para la propiedad Filtrado API.*

Fuente		GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Concentración de Coque		4	1,1627	0,29067	22,95	0,000
Error		10	0,1267	0,01267		
Total		14	1,2893			
Concentración de Coque	N	Media	Desv.Est.	IC de 95%		
A	3	10,7667	0,0577	(10,6219; 10,9114)		
B	3	10,6333	0,0577	(10,4886; 10,7781)		
C	3	9,9667	0,1528	(9,8219; 10,1114)		
D	3	10,3667	0,1528	(10,2219; 10,5114)		
E	3	10,3000	0,1000	(10,1552; 10,4448)		

Fuente: Minitab, Desv.Est. agrupada = 0,112546



**Figura 44.** Intervalos de confianza prueba Tukey para la propiedad Filtrado API.  
Fuente: (Minitab 18)

**Tabla 47.**

*Comparaciones en parejas de Tukey para la propiedad Filtrado API.*

Concentración de Coque	N	Media	Agrupación			
A	3	10,7667	A			
B	3	10,6333	A	B		
D	3	10,3667		B	C	
E	3	10,3000			C	
C	3	9,9667				D

Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.

Fuente: Minitab

Para las comparaciones en parejas con el rango múltiple de Tukey con un grado de confianza del 95% correspondiente al filtrado API, los tratamientos AB, BD, DE no son significativamente diferentes, las demás comparaciones entre tratamientos sí presentan diferencias estadísticas significativas.

#### 4.9.5 ANOVA de un solo factor: Espesor de Revoque vs. Concentración Coque

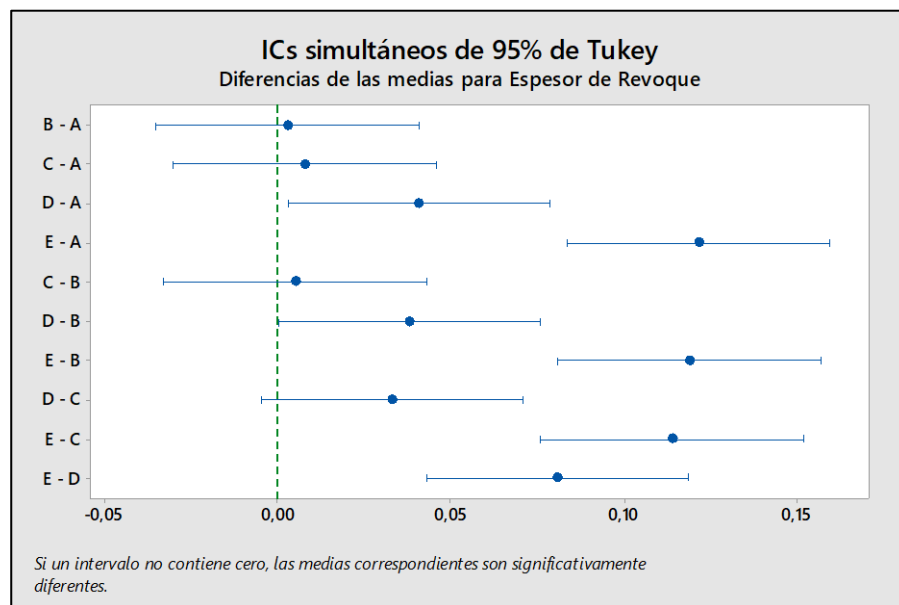
**Tabla 48.**

*Análisis de varianza para la propiedad Espesor del Revoque.*

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
<b>Concentración Coque</b>	4	0,031505	0,007876	39,65	0,000
<b>Error</b>	10	0,001987	0,000199		
<b>Total</b>	14	0,033492			
Concentración Coque	N	Media	Desv.Est.	IC de 95%	
<b>A</b>	3	0,52667	0,00416	(0,50853; 0,54480)	
<b>B</b>	3	0,52933	0,00611	(0,51120; 0,54747)	
<b>C</b>	3	0,53433	0,00321	(0,51620; 0,55247)	
<b>D</b>	3	0,5673	0,0204	(0,5492; 0,5855)	
<b>E</b>	3	0,6480	0,0226	(0,6299; 0,6661)	

Desv.Est. agrupada = 0,0140949 Fuente: Minitab





**Figura 45.** Intervalos de confianza prueba Tukey para la propiedad Espesor del revoque.  
Fuente: (Minitab 18)

**Tabla 49.**

*Comparaciones en parejas de Tukey para la propiedad Espesor de Revoque.*

Concentración Coque	N	Media	Agrupación
E	3	0,6480	A
D	3	0,5673	B
C	3	0,53433	B C
B	3	0,52933	C
A	3	0,52667	C

Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.

Fuente: Minitab

Para las comparaciones en parejas con el rango múltiple de Tukey con un grado de confianza del 95% correspondiente al espesor del revoque, los tratamientos DC, CB, CA no son

significativamente diferentes, las demás comparaciones entre tratamientos sí presentan diferencias estadísticas significativas.

#### 4.10 Prueba de rango múltiple de Dunnett.

Para una comparación minuciosa entre todos los valores de las propiedades obtenidas, se introduce una nueva variable llamada grupo de control, que no es otra cosa que el fluido patrón formulado y descrito en la tabla 32, estas propiedades estándares fueron comparadas con las propiedades de los lodos que contenían coque de los diferentes tratamientos, así como lo muestran las tablas 50, 51, 52 y 53:

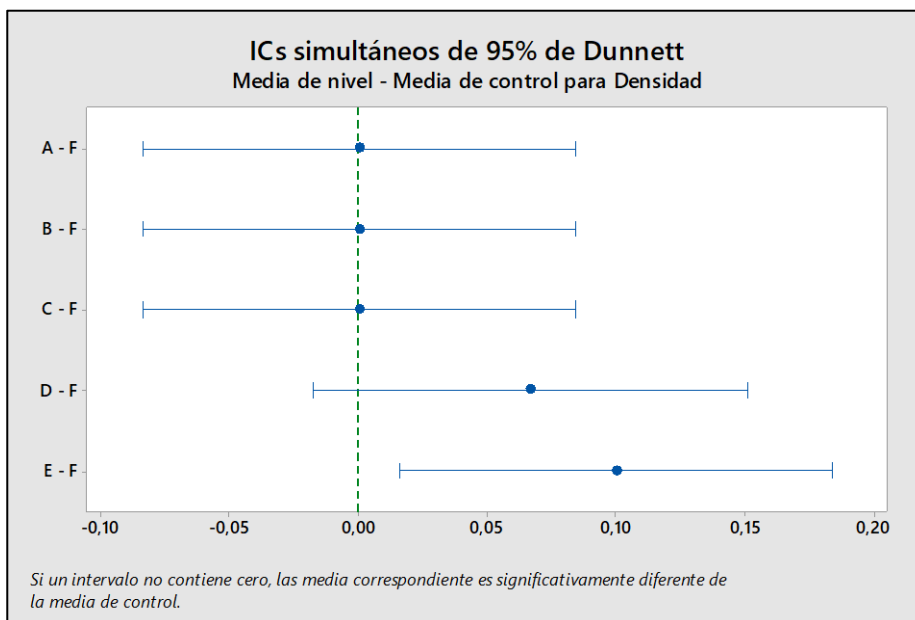
##### 4.10.1 Comparación de Densidad vs Patrón mediante el método de Dunnett

**Tabla 50.**

*Comparación de rango múltiple de Dunnett de Densidad de fluidos vs fluido patrón.*

Concentración Coque	N	Media	Agrupación
<b>F (control)</b>	1	10,10	A
<b>E</b>	3	10,20	
<b>D</b>	3	10,1667	A
<b>C</b>	3	10,10	A
<b>B</b>	3	10,10	A
<b>A</b>	3	10,10	A

*Las medias no etiquetadas con la letra A son significativamente diferentes de la media del nivel de control. Fuente: Minitab*



**Figura 46.** Intervalos de confianza prueba Dunnett para la propiedad Densidad.  
Fuente: (Minitab 18)

Para la comparación de rango múltiple por el método de Dunnett con un grado de confianza del 95%, atribuido a la propiedad de densidad, se incorporó propiedades de un fluido patrón F, la comparación realizada muestra que: los tratamientos FD, FC, FB, FA no presentan diferencias estadísticamente significativas, mientras que el fluido E sí presenta diferencias significativas con el fluido patrón.

Esta desviación del fluido E se considera como desfavorable ya que un aumento de la densidad puede ocasionar problemas con las presiones.

#### 4.10.2 Comparación de Viscosidad plástica vs Patrón mediante el método de Dunnett

##### Tabla 51.

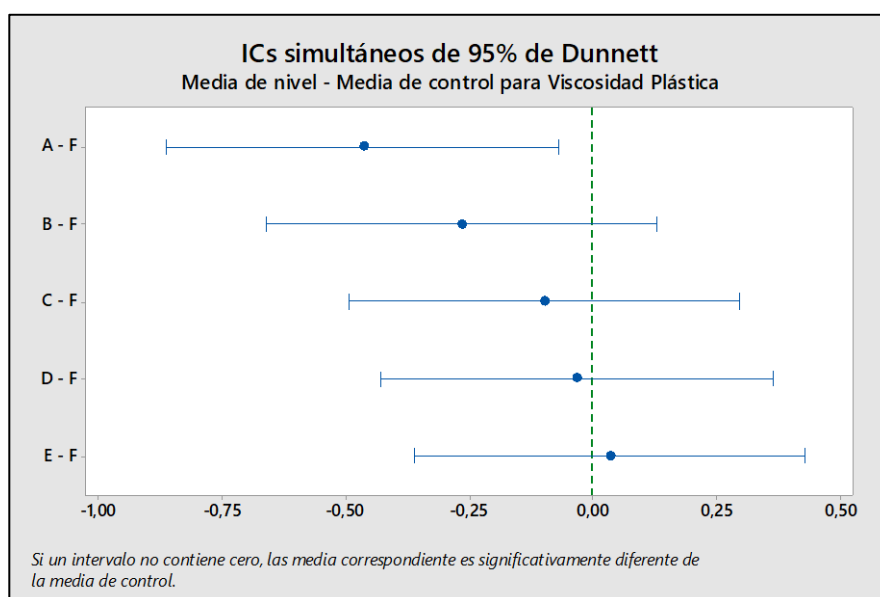
*Comparación de rango múltiple de Dunnett de Viscosidad Plástica de fluidos vs fluido patrón.*

CONTINÚA



Concentración Coque	N	Media	Agrupación
<b>F (control)</b>	1	7,300	A
<b>E</b>	3	7,3333	A
<b>D</b>	3	7,2667	A
<b>C</b>	3	7,2000	A
<b>B</b>	3	7,033	A
<b>A</b>	3	6,8333	

Las medias no etiquetadas con la letra A son significativamente diferentes de la media del nivel de control. Fuente Minitab



**Figura 47.** Intervalos de confianza prueba Dunnett para la propiedad Viscosidad Plástica.  
Fuente: (Minitab 18)

Para la comparación de rango múltiple por el método de Dunnett con un grado de confianza del 95%, atribuido a la propiedad de viscosidad plástica, se incorporó propiedades de un fluido patrón

F, la comparación realizada muestra que: los tratamientos FE, FD, FC, FB no presentan diferencias estadísticamente significativas, mientras que el fluido A sí presenta diferencias significativas con el fluido patrón.

Esta desviación del fluido A es considerada desfavorable ya que la disminución de la viscosidad provoca menor limpieza de recortes y

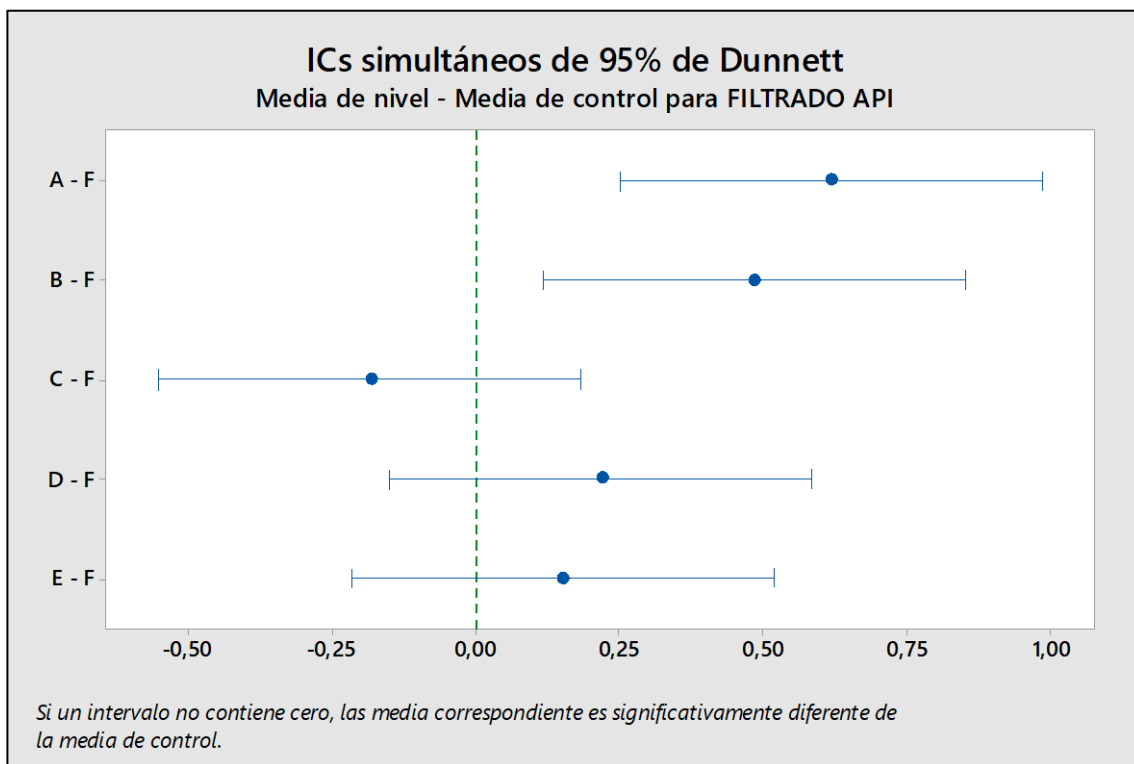
#### 4.10.3 Comparación de Filtrado API vs Patrón mediante el método de Dunnett

**Tabla 52.**

*Comparación de rango múltiple de Dunnett de Filtrado API de fluidos vs fluido patrón.*

Concentración de Coque	N	Media	Agrupación
<b>F (control)</b>	1	10,15	A
<b>A</b>	3	10,7667	
<b>B</b>	3	10,6333	
<b>D</b>	3	10,3667	A
<b>E</b>	3	10,3000	A
<b>C</b>	3	9,9667	A

*Las medias no etiquetadas con la letra A son significativamente diferentes de la media del nivel de control. Fuente: Minitab.*



**Figura 48.** Intervalos de confianza prueba Dunnett para la propiedad Filtrado API.  
Fuente: (Minitab 18)

Para la comparación de rango múltiple por el método de Dunnett con un grado de confianza del 95%, atribuido a la propiedad de Filtrado API, se incorporó propiedades de un fluido patrón F, la comparación realizada muestra que: los tratamientos FC, FD, FE no presentan diferencias estadísticamente significativas, mientras que tratamientos FA, FB sí presentan diferencias significativas con el fluido patrón.

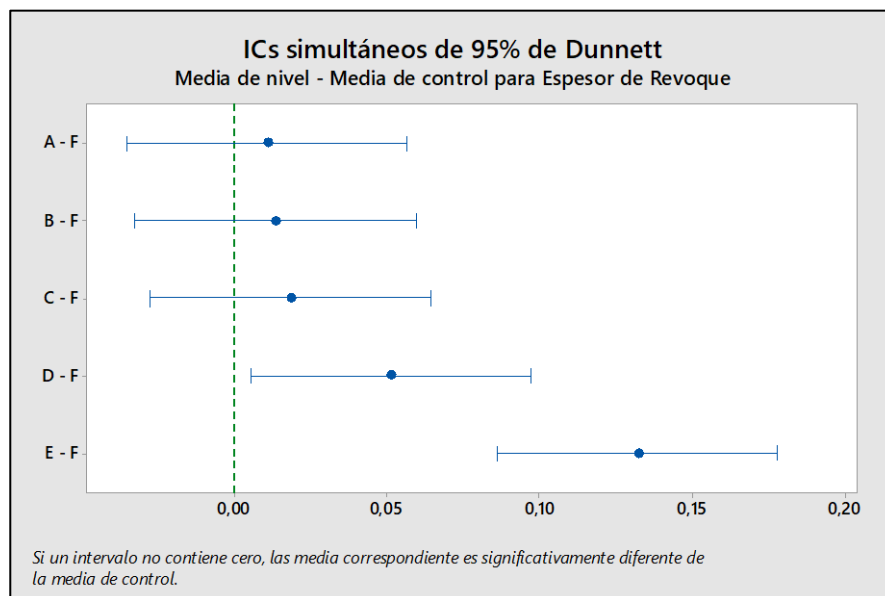
#### 4.10.4 Comparación de Espesor del Revoque vs Patrón mediante el método de Dunnett.

**Tabla 53.**

*Comparación de rango múltiple de Dunnett de Espesor de Revoque de fluidos vs fluido patrón.*

Concentración Coque	N	Media	Agrupación
<b>F (control)</b>	1	0,5160	A
<b>E</b>	3	0,6480	
<b>D</b>	3	0,5673	
<b>C</b>	3	0,53433	A
<b>B</b>	3	0,52933	A
<b>A</b>	3	0,52667	A

*Las medias no etiquetadas con la letra A son significativamente diferentes de la media del nivel de control. Fuente: Minitab.*



**Figura 49.** Intervalos de confianza prueba Dunnett para la propiedad Revoque.

Fuente: (Minitab 18)

Para la comparación de rango múltiple por el método de Dunnett con un grado de confianza del 95%, atribuido a la propiedad de Espesor de Revoque, se incorporó propiedades de un fluido patrón F, la comparación realizada muestra que: los tratamientos FA, FB, FC no presentan diferencias estadísticamente significativas, mientras que tratamientos FD, FE sí presentan diferencias significativas con el fluido patrón.

Esto es debido a que mientras más se incrementa la concentración de coque el efecto será mayor cantidad de sólidos en el revoque, estas dos desviaciones de los fluidos D y F serán consideradas como desfavorables ya que el tener un revoque de mayor espesor afecta gravemente tanto a limpieza, como a posibles obstrucciones de cualquier tipo. Por otro lado, los fluidos A, B y C al no presentar diferencias significativas son considerados con una mayor calidad de revoque y son aptos para cualquier operación de perforación.



## CAPÍTULO V

### 5 CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

#### 5.1 Conclusiones.

El coque tratado es técnicamente viable para ser utilizado como un controlador de filtrado en fluidos de perforación base agua, para ello debió ser sometido a un pretratamiento que modifica varias propiedades físico químicas tales: como granulometría la cual posibilita tener un tamaño de partícula adecuado para que pueda interaccionar de manera efectiva en el fluido de perforación con las diferentes granulometrías que lo componen, en el mismo contexto es de gran relevancia mencionar que el espectro FT-IR denotó la presencia de compuestos de azufre tales como sulfóxidos y sulfocarbonatos en rangos de 1225-980 ó 1250-1180  $cm^{-1}$  que al ser componentes del material de estudio imposibilitan el uso adecuado ya que producen graves problemas tales como corrosión en tuberías y equipos y a su vez disminuyen la efectividad del control de filtrado, es por ello que la desulfuración con la ayuda de un digestor microondas fue de gran utilidad para potenciar su funcionalidad y tener un material que no provoque daños adversos en operaciones cotidianas y su utilización sea con mayor seguridad.

El proceso de desulfuración con la acción de un reactor microondas, resulta ser efectivo y exhibe grandes tasas de extracción de este elemento, específicamente con el tratamiento realizado con *HCl* se obtuvo las mejores tasas de extracción de azufre, reduciendo de un valor medio de 4.704% a un valor de 0.953% en azufre, cabe recalcar que el azufre presente en el coque, es la barrera principal

para la aplicación y desarrollo de este material en muchos ámbitos ya sean industriales o de investigación.

La preparación del fluido se realizó acorde a un panorama general de necesidades en secciones a perforar y el mismo se comportó de manera adecuada ante las diferentes pruebas de funcionalidad, acompañado del diseño experimental de bloques aleatorizados al azar se mitigó parcialmente errores aleatorios o por la naturaleza heterogénea del material, en conexión con el intervalo de concentraciones establecido que evaluó de manera minuciosa cada una de las propiedades de estudio.

El fluido C correspondiente a 2 gramos de coque tratado presentó la concentración óptima del material de estudio, ya que no presenta diferencias significativas desfavorables en comparación con un fluido patrón en ninguna de las propiedades, permitiendo así su uso operacional como controlador de filtrado en fluidos de perforación base agua como una alternativa a procesos tradicionales.

La densidad es una propiedad de estricto control ya que un simple cambio puede ocasionar pérdidas millonarias en la industria petrolera, es por eso que en el análisis de rango múltiple de Dunnett en el nivel E correspondiente a 3gramos de coque presentó una desviación desfavorable al incrementar su densidad, de la misma manera, aunque no exista una diferencia significativa para la concentración D con respecto a un fluido patrón, es posible que se provoque un cambio significativo en esta propiedad, razón por la cual se asume una desviación desfavorable respecto a este tratamiento.

El filtrado API es una de las propiedades de mayor interés y todas las concentraciones están dentro de los rangos de permitidos lo que refleja su funcionalidad, en esencia los niveles C, D, E no presentaron diferencias significativas respecto a un fluido patrón, es por ello que específicamente el tratamiento C correspondiente a una concentración de 2 gramos de coque tratado, conllevó a un filtrado medio de 9.97 ml/ 30minutos, posicionándose así como el punto óptimo para el control de esta propiedad.

Referente a las propiedades restantes, en lo que se refiere a viscosidad plástica, el fluido A presentó diferencias estadísticas significativas al disminuir la viscosidad comparada con un lodo patrón, esto ocasiona que no se tenga una buena limpieza de los recortes en un pozo, por lo que esta desviación se la considera como desfavorable. En lo que se refiere a punto cedente, y esfuerzos de gel no se aplicó ningún análisis estadístico ya que todas las medidas son iguales entre sí y también comparadas con el fluido patrón. Para la propiedad del espesor del revoque, todos los tratamientos están dentro de los límites permitidos, pero si analizamos detalladamente los tratamientos E y D sí expresan diferencias significativas con el fluido patrón, esto se debe que, al aumentar la cantidad de concentración de coque, es natural que se aumente la cantidad de los sólidos suspendidos y por ende mayor espesor en el revoque, estas desviaciones se consideran como desfavorables.

## 5.2 Recomendaciones

Se recomienda evaluar la desulfuración del coque con una variedad más amplia de ácidos, y analizar su efecto químico en las estructuras de azufre y metales pesados, presentes en el coque de petróleo o en materiales de igual similitud.

Con la finalidad de aumentar la utilidad del coque de petróleo tratado, se propone utilizarlo en fluidos con otras bases, tales como fluidos de perforación base aceite, base agua salada, etc y evaluar su comportamiento en cada una de ellas para determinar en qué base de lodo se comporta de manera óptima.

Se propone realizar un estudio de mercado, en donde empresas ya sean públicas o privadas, realicen el proceso a gran escala para la elaboración de un controlador de filtrado con materia no convencional como el coque, para aprovechar al máximo las propiedades que proporciona este material, evitar problemas de contaminación y aplicar el principio de reutilización, reducción y reciclaje para la conservación del ambiente contribuyendo al cambio de la matriz productiva del país.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- American Petroleum Institute. (2014a). *Manual de Fluidos de Perforación -Procedimiento estándar para las pruebas de fluidos de perforación*. (API, Ed.). Dallas, Texas.
- American Petroleum Institute. (2014b). *Prueba estándar de densidad del fluido en lodos base agua*. (API, Ed.). Dallas, Texas.
- American Petroleum Institute. (2014c). *Prueba estándar de filtración en lodos base agua*. (API, Ed.). Dallas, Texas.
- American Petroleum Institute. (2014d). *Prueba estándar de viscosidad del fluido en lodos base agua*. (API, Ed.). Dallas, Texas.
- Antunes, S. (2019). Métodos analíticos aplicados a la identificación de productos de la real farmacopea española.
- Aránguez, E. (2009). Contaminantes atmosféricos y su vigilancia. *Revista Española de Salud Pública*.
- Ariza, E., Castro, A., & Gómez, J. (2013). Factibilidad del uso del almidón de achira como agente controlador de filtrado en lodos de perforación base agua. *Ion*, 26(1), 63–71.
- ASTM C128-15. (2015). Standard Test Method for Relative Density (Specific Gravity) and Absorption of Fine Aggregate. In *American Society for Testing and Materials*. West Conshohocken, PA. <https://doi.org/10.1520/C0128-15>
- ASTM C136-05. (2005). ASTM C 136- 05 Método de ensayo normalizado para determinar el análisis granulométrico de los áridos finos y gruesos. In *ASTM International*. West Conshohocken.

- ASTM D 3838-05. (2017). Standard Test Method for pH of Activated Carbon Method. In *American Society for Testing and Materials* (Vol. 15.01, pp. 1–3). West Conshohocken, PA. <https://doi.org/10.1520/D3838-05R11.2>
- ASTM D1193-06. (2018). Standard specification for reagent water. In *American Society for Testing and Materials*. West Conshohocken, PA. <https://doi.org/10.1520/D1193-06R18>
- ASTM D3177-02. (2007). *Standard Test Methods for Total Sulfur in the Analysis Sample of coal and coke*. West Conshohocken. <https://doi.org/10.1520/E0775-87R08E01.2>
- Chamorro, M. de las M., & Romano, M. C. (2000). Simultaneous demetallization and desulphuration of carbonaceous materials via microwaves. Caracas, Venezuela.
- Da Silva, J., Ferreira, A., & Brandt, M. (2004). COQUE DE PETRÓLEO COMO ENERGÍA PRIMARIA PARA UNA PLANTA DE GENERACIÓN DE ELECTRICIDAD. *Inelectra*.
- Eurachem. (2016). Adecuación al uso de los métodos analíticos. *EuroLab España*.
- Gonzalez, J., Martínez, A., Vega, R., & Otahola, J. (2012). ALMIDÓN DE YUCA ( Manihot esculenta ) COMO ADITIVO CONTROLADOR DE FILTRADO PARA FLUIDOS DE PERFORACIÓN BASE AGUA. *10th LACCEI Latin American and Caribbea Conference (LACCEI'2011), Engineering for a Smart Planet, Innovation, Information Technology and Computational Tools for Sustainable Development.*, 1–11.
- Guarachi, F. (2018). *Guía de fluidos de perforación y laboratorio*. (Universidad del museo social argentino, Ed.). Buenos Aires.
- Lara, P., León, M., & Vega, R. (2018). Coque de petróleo como controlador de filtrado en fluidos de perforación base aceite. *Enfoque UTE*, 9(2), 188–197.
- Lopera, A. E., Gutiérrez, S., & Quiroga, J. (2018). Eliminación de contaminantes emergentes en aguas residuales mediante filtros intermitentes de arena / coke para reutilización . *XII*

*Congreso Internacional de Aedyr, 23–25.*

- Miller, J., & Miller, J. (2002). *Estadística y Quimiometría para química analítica*. (Fourth, Ed.). Madrid: Prentice Hall.
- Oil and Gas Drilling. (2015). Types of drilling fluid. Retrieved May 17, 2019, from <http://www.oilgasdrilling.com/types-of-drilling-fluid.html>
- Parker, A. (2001). *Contaminación del aire por la industria*. Barcelona: Reverté.
- Pretsch, E. (2009). *Structure Determination of Organic Compounds*. (Springer, Ed.) (Fourth). Berlin.
- Quiminet. (2012). Conozca que es el coque de petróleo. Retrieved May 20, 2019, from <https://www.quiminet.com/articulos/conozca-que-es-el-coque-de-petroleo-2681634.htm>
- Romai, Y. (2008). *Manual de Fluidos de Perforación*. México, DF.:
- Santos, A. (2008). Análisis del consumo de coque de petróleo en algunos sectores industriales. *Información Tecnológica, 19*, 94.
- Santos, A. R., & Silva, R. (2008). Análisis del Consumo de Coque de Petróleo en Algunos Sectores Industriales. *Información Tecnológica, 19*(2), 93–102.
- Sierra, M. (n.d.). *Definición y funciones principales de un lodo de perforación*. Colombia.
- ThermoFisher. (2018). Fundamentos de FTIR e introducción a la espectroscopía. Retrieved June 20, 2019, from <https://www.thermofisher.com/ec/en/home/industrial/spectroscopy-elemental-isotope-analysis/spectroscopy-elemental-isotope-analysis-learning-center/molecular-spectroscopy-information/ftir-information/ftir-basics.html>
- Vega, R. (2016). Uso del coque del complejo petroquímico general de división José Antonio Anzoátegui como controlador de filtrado en fluidos base agua. *Ciencia e Ingeniería, 37*(3), 137–146.

# ANEXOS






**DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA**  
**CARRERA DE INGENIERÍA EN PETROQUÍMICA**

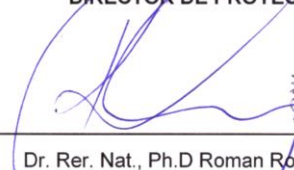
**CERTIFICACIÓN**


Se certifica que el presente trabajo fue desarrollado por el Sr. **Dannes Alexis Bustillos Pesantes**.

En la ciudad de Latacunga a los 08 días del mes de Julio de 2019.

Aprobado por:

  
\_\_\_\_\_  
Dr. Rer. Nat., Ph.D Roman Rodríguez.  
DIRECTOR DE PROYECTO

  
\_\_\_\_\_  
Dr. Rer. Nat., Ph.D Roman Rodríguez.  
DIRECTOR DE CARRERA

  
\_\_\_\_\_  
Abg. Darwin Albán  
SECRETARIO ACADEMICO

