

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 473 540**

51 Int. Cl.:

C10G 15/08 (2006.01)

C10G 32/02 (2006.01)

B01J 19/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.11.2010 E 10784720 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.03.2014 EP 2513256**

54 Título: **Procedimiento para reducir la viscosidad de petróleos crudos**

30 Prioridad:

14.12.2009 IT MI20092183

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

07.07.2014

73 Titular/es:

**ENI S.P.A. (100.0%)
Piazzale E. Mattei 1
00144 Rome, IT**

72 Inventor/es:

**D'ELIA, LUIGI;
SENTIMENTI, EMILIO;
GUADALUPI, GIUSEPPE;
RISPOLI, GIACOMO FERNANDO y
POLLESEL, PAOLO**

74 Agente/Representante:

CURELL AGUILÁ, Mireia

ES 2 473 540 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para reducir la viscosidad de petróleos crudos.

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para reducir la viscosidad de petróleos crudos por medio de tratamiento con microondas.

10 En la industria petrolífera se han reivindicado numerosas aplicaciones de microondas a la producción-extracción de petróleo, en particular de yacimientos de petróleos pesados, arenas petrolíferas, esquistos bituminosos. Las invenciones se refieren a procedimientos para la aplicación de microondas directamente *in situ*, en el yacimiento. La extracción de petróleos crudos pesados y petróleos no convencionales es difícil debido a la elevada viscosidad de estos petróleos crudos. Se utilizan técnicas particulares para su extracción, tales como CSS (*Cyclic Steam Stimulation*, estimulación cíclica con vapor) o SAGD (*Steam-Assisted Gravity Drainage*, drenaje por gravedad asistido con vapor) que se basan en inyecciones de vapor caliente en el yacimiento para favorecer el movimiento del petróleo crudo y por consiguiente su emisión. Este tipo de técnicas también se denominan “estimulación térmica” del yacimiento. La utilización de microondas generadas *in situ* en el yacimiento, provoca un calentamiento dirigido del petróleo crudo, que facilita su movimiento y por consiguiente su extracción. Aplicaciones de este tipo se describen, por ejemplo, en la patente US nº 5.082.054, que describe cómo aplicar radiaciones electromagnéticas a una frecuencia apta para favorecer la extracción de petróleos de yacimientos, esencialmente por medio de calentamiento “selectivo” inducido por microondas. La patente describe un tipo de protocolo para optimizar el tipo y las condiciones de irradiación que han de aplicarse posteriormente en el yacimiento subyacente. Este procedimiento se aplica principalmente para petróleos no convencionales (arena bituminosa, esquisto bituminoso).

20 El documento US 2007/131591 (A1) describe la aplicación de microondas para producir petróleo a partir de fuentes de petróleo no convencional entre las que se encuentran: arenas bituminosas, arenas petrolíferas, esquistos bituminosos, detritos de petróleo y lodos de petróleo. Las radiaciones de microondas utilizadas adecuadamente permiten descomponer estos materiales al menos parcialmente, obteniendo un “producto a base de petróleo”.

30 El documento US 4419214 reivindica un procedimiento de mejora para la recuperación de petróleo pesado o kerógeno a partir de esquistos bituminosos, o para la obtención de hidrocarburos pesados (alquitrán) a partir de carbonos o lignitos de baja calidad. Estos procedimientos, que convencionalmente se efectúan mediante calentamiento de las rocas que contienen los petróleos hasta 450-550°C (incluso hasta 750°C para carbón), pueden llevarse a cabo a una temperatura muy inferior (230°C) mediante irradiación con microondas a una frecuencia adecuada. La técnica descrita también utiliza un gas como agente de expulsión que favorece la recuperación de hidrocarburos líquidos; este aspecto se considera particular y supone una mejora con respecto a patentes anteriores tales como la patente US nº 3.104.711, que describe la utilización de la energía suministrada por microondas para favorecer la producción de petróleo a partir de yacimientos.

40 Por tanto, se conoce la utilización de ondas electromagnéticas y en particular microondas para estimular la producción de hidrocarburos a partir de sus yacimientos, pero es compleja de implementar, ya que prevé la transmisión de ondas electromagnéticas en el subsuelo por medio de dispositivos específicos.

45 El movimiento y, de manera más general, la reducción de la viscosidad de petróleos crudos pesados o residuos de petróleo crudo y su procesamiento se efectúa normalmente mediante lavado con productos de hidrocarburos más ligeros (por ejemplo gasóleo) y/o por medio de procedimientos térmicos (por ejemplo *visbreaking* o reducción de viscosidad). Estos procedimientos térmicos producen, mediante rotura de las moléculas más pesadas, la fracción más ligera y menos viscosa, acompañada por el depósito de coque en los hornos. El documento US 20070056880 describe un procedimiento para reducir la acidez de mezclas de hidrocarburos, mediante el cual son posibles beneficios adicionales, tales como reducción de la viscosidad. El procedimiento incluye enviar un vapor de hidrocarburo a una unidad de tratamiento por microondas.

50 Se ha descubierto ahora que aplicando adecuadamente microondas a la parte más pesada del petróleo crudo, después de la separación de la fracción más pesada, la viscosidad de esta fracción pesada se reduce considerablemente, de manera permanente y no temporal, favoreciendo por consiguiente su movimiento y mejorando su calidad.

55 Esto evita, parcial o totalmente, tener que lavar el petróleo crudo o el residuo para reducir su viscosidad. El lavado se efectúa en realidad tal como se indicó anteriormente, con productos de hidrocarburos ligeros de alta calidad: la eliminación o reducción de la entidad del lavado proporcionan ventajas económicas y operativas. De esta manera, se obtiene un procedimiento para fluidificar y facilitar el movimiento de petróleos crudos o residuos pesados sin tener que añadir otros productos o aditivos.

60 El procedimiento, objeto de la presente invención, para reducir la viscosidad de petróleos crudos comprende sustancialmente una etapa de separación de dichos petróleos crudos para separar una fracción ligera y una fracción pesada que presenta un contenido en agua residual no superior a 1.400 ppm, preferentemente no superior a 1.000 ppm, más preferentemente no superior a 500 ppm, y una etapa de tratamiento de dicha fracción pesada separada

mediante irradiación con microondas (en modo continuo o pulsado) funcionando a temperaturas comprendidas entre 50 y 350°C, preferentemente entre 100 y 320°C, más preferentemente entre 170 y 280°C, durante un periodo de tiempo que oscila entre 1 segundo y 120 minutos, preferentemente entre 10 segundos y 60 minutos, más preferentemente entre 20 segundos y 40 minutos, y con frecuencias comprendidas entre 0,3 y 300 GHz, preferentemente entre 0,5 y 30 GHz, más preferentemente entre 0,8 y 7 GHz.

Más específicamente, el tratamiento mediante irradiación con microondas puede efectuarse preferentemente sobre una fracción pesada del petróleo crudo que no contiene gas y los componentes ligeros que hierven dentro del intervalo del gas licuado de petróleo (LPG).

Dicho tratamiento de irradiación puede llevarse a cabo preferentemente mediante un sistema de irradiación particular, que se describe en los ejemplos, que permite concentrar la intensidad de la irradiación en la zona del reactor en la que está presente el petróleo crudo obteniendo una mejor irradiación en menos tiempo y beneficios adicionales tales como la disminución del punto de licuefacción y los asfaltenos y la estabilidad del valor de p.

Dicho tratamiento de irradiación no utiliza materiales que absorben microondas.

La etapa de separación puede ser una vaporización ultrarrápida o destilación.

A efectos de la presente invención, las etapas de separación de fracciones pesadas que pueden obtenerse con unidades de desasfaltado también se consideran eficaces; estas fracciones pesadas se someten posteriormente a tratamiento con microondas.

Puede estar presente una etapa de desalinización aguas arriba de la vaporización ultrarrápida o destilación, que consiste en una etapa de desalinización tradicional, que se efectuará preferentemente a de 120°C a 130°C con la adición de desemulsionantes hasta que se alcance el contenido en agua útil para la aplicación de la invención.

La fracción ligera obtenida en la etapa de separación, después de separarse de los gases, puede unirse ventajosamente con la fracción pesada tratada mediante irradiación con microondas.

Los siguientes ejemplos, cuyo objetivo es proporcionar una mejor ilustración de la invención, no han de considerarse limitativos de la misma.

Ejemplos

Se utilizó un petróleo crudo aromático pesado del que se habían retirado las fracciones más ligeras mediante destilación (muestra que consiste en la fracción de petróleo crudo de Gela 230°C+), como muestra para la experimentación.

PETRÓLEO CRUDO

El petróleo crudo, indicado como Gela 55, es un petróleo crudo con 11,6° API y una viscosidad de 2540 mPa·s a 38°C; otras características del petróleo crudo se indican en la tabla:

Tabla: *Propiedades de la muestra Gela 55 como tal*

Propiedades	Valor
Agua [% v/v]	2,25
Azufre [% m/m]	6,65
TAN [mg KOH/g]	1,11
Asfaltenos (C7) [% m/m]	14,41

La fracción de 230°C+ obtenida por destilación (Gela 55 230+) y utilizada para el tratamiento con microondas se caracterizó en primer lugar desde un punto de vista reológico: es más viscosa que el petróleo crudo de partida y su viscosidad dinámica, medida a la temperatura de 38°C, entra dentro de un intervalo de valores de 300.000 a 460.000 mPa·s, dependiendo del estado de envejecimiento de la muestra (exposición a UV, presencia de un entorno oxidante, etc.). Como, además, se trata de una fracción más pesada, su porcentaje en asfaltenos también es mayor con respecto al del petróleo crudo de partida: los asfaltenos C7 ascienden en realidad a un 18,4%.

Se trataron las muestras de Gela 55 230+ con radiación de microondas a una frecuencia de 2,45 GHz, adoptando diferentes configuraciones de planta, con resultados muy diferentes dependiendo de la configuración seleccionada.

Ejemplo 1

Se tratan aproximadamente 120 g de Gela 55 230+ en un reactor metálico (aplicador) conectado a un generador de microondas industrial, según el esquema mostrado en la figura 1a.

El sistema de generación de microondas consiste en un magnetrón, que emite radiaciones a 2,45 GHz con una potencia suministrable máxima de 2.000 W, conectado a un circulador para la absorción, a través de una carga de agua, de la posible radiación reflejada, un acoplador direccional para medir la potencia directa y reflejada (a través de la cual puede estimarse la potencia absorbida por la muestra), un sistema de 3 ramas para el ajuste de la impedancia, una transición de guía de ondas rectangular con un cable coaxial apto para altas potencias.

El sistema previsto para la irradiación de la muestra que está cargándose, mostrado en la figura 1b, es innovador. Dicho sistema comprende en particular, una brida (1) metálica, preferentemente producida de aluminio como en estos ejemplos, para su fijación al conductor externo del cable de transición coaxial (2), brida sobre la que se monta una ventana (3) de material transparente a las microondas (como PTFE (utilizado en estos ejemplos), cuarzo, etc.), que soporta un cilindro (4), una antena, que se inserta en el conductor central del cable de transición coaxial (5) y que sobresale de la ventana una extensión apropiada, apta para garantizar la transmisión de las microondas. Este objeto, denominado también ventana de presión, permite tratar la muestra para aislarla físicamente con respecto al sistema de generación de microondas, garantizando sin embargo la transmisión de radiación. El sistema de sellado a presión entre la antena y la ventana de PTFE se obtiene con juntas (6) tóricas compuestas de materiales transparentes a las microondas (silicona, PTFE, etc.).

El aplicador consiste en un reactor de aluminio, producido para alojar la muestra durante el tratamiento: se trata de un recipiente cilíndrico, con un volumen útil de 200 cc. El material puede agitarse durante el tratamiento con un anclaje metálico alojado en el fondo.

La medición de presión (P) se efectúa con un transductor de presión conectado a la ventana de presión, mientras que la medición de temperatura (T) se efectúa con un termopar por medio de una cavidad situada en el fondo del reactor.

El generador se controla mediante software desarrollado en un entorno LabView y los parámetros de procedimiento principales (P, T, potencia suministrada y reflejada) se monitorizan continuamente y en tiempo real.

Se carga la muestra en el reactor, con una presión inicial de 3 bar de nitrógeno; se lleva el petróleo a una temperatura de 185°C con irradiación de microondas con una potencia promedio de 600 W en 13', sin agitación; esta temperatura se mantiene casi constante durante otros 30' con una potencia de 230 W, de nuevo en condiciones estáticas. Durante el tratamiento, un operario activa manualmente el sistema de sintonización, que varía la profundidad de inserción de las ramas en la guía de ondas para minimizar la potencia reflejada, que en este ejemplo es normalmente inferior a 20-30 W.

Se alcanzan una temperatura de 195°C y una presión de 6,3 bar.

La figura 2 muestra la tendencia de la temperatura (a) y la gráfica de la potencia suministrada, reflejada (valores medidos) y la potencia absorbida por la muestra (estimada) (b).

Al final de la prueba, se enfría la muestra hasta temperatura ambiente y se caracteriza desde un punto de vista reológico: la viscosidad del producto tratado con microondas muestra una viscosidad de 250.000 mPa·s a 38°C, igual a una reducción de la viscosidad de un 19% aproximadamente con respecto al valor de partida (310.000 mPa·s a 38°C).

Ejemplo 2

Se tratan 120 g de Gela 55 230+ en un reactor metálico conectado a un generador de microondas industrial.

El sistema aguas arriba del reactor (generador, acoplar direccional, sintonizador, guía de ondas/transición coaxial) es el mismo que en el ejemplo 1, mientras que se proporciona un sistema innovador diferente de el del ejemplo 1 para irradiar la carga.

En particular, se carga la muestra en un reactor de aluminio con una capacidad útil de 200 cc. El conductor central del cable coaxial sobresale de la ventana de presión y se extiende hasta el fondo del reactor.

La medición de presión se efectúa con un transductor de presión conectado a la ventana de presión, mientras que la medición de temperatura se efectúa con un termopar alojado en una montura de termopar metálica específica, que penetra hacia el interior del reactor y se sumerge por completo en el líquido.

Se carga la muestra en el reactor, con una presión inicial de 3 bar de nitrógeno; se lleva el petróleo a una temperatura de 180°C con irradiación de microondas con una potencia de 600-800 W en 20', en condiciones estáticas; se mantiene entonces la temperatura casi constante durante otros 15' con una potencia promedio de 270 W. Manipulando las ramas, el nivel de potencia reflejada se mantiene en un valor normalmente inferior a 70 W.

La temperatura máxima alcanzada es de 185°C aproximadamente con una presión máxima de 9 bar.

La figura 3 muestra la tendencia de la temperatura (a) y la gráfica de la potencia suministrada, reflejada (valores medidos) y la potencia absorbida por la muestra (estimada) (b).

Después de enfriar la muestra, se efectúa la caracterización reológica: la viscosidad del petróleo tratado es de 98.000 mPa·s a 38°C, lo que corresponde a una reducción de la viscosidad de un 68,5% aproximadamente con respecto al valor de partida (310.000 mPa·s a 38°C).

Ejemplo 3

Se tratan 120 g de Gela 55 230+ en un reactor metálico conectado a un generador de microondas industrial. El sistema aguas arriba del reactor (generador, acoplador direccional, sintonizador, guía de ondas/transición coaxial) es el mismo que en el ejemplo 1, mientras que se proporciona una variante del sistema innovador para irradiar la carga descrito en el ejemplo 2.

Se carga la muestra en el reactor, con una configuración similar a la del ejemplo 2, salvo por la ausencia de la montura metálica del termopar y la presencia de una banda de calentamiento por resistencia en contacto con las paredes del reactor. De esta manera, sólo es posible irradiar la muestra cuando ésta ha alcanzado una temperatura suficientemente alta.

La medición de presión se efectúa con un transductor de presión conectado a la ventana de presión, mientras que la medición de temperatura se efectúa con un termopar por medio de una cavidad situada en el fondo del reactor.

Se carga la muestra en el reactor, con una presión inicial de 3 bar de nitrógeno; se lleva el petróleo a una temperatura de 180°C con la banda de resistencia fijada a las paredes laterales del reactor; posteriormente se irradia la muestra con microondas a 900 W durante 3', con una potencia absorbida promedio de 790 W.

La temperatura máxima alcanzada es 200°C con una presión de aproximadamente 15 bar.

La figura 4 muestra los perfiles de temperatura y presión (a) y la gráfica de la potencia suministrada, reflejada (valores medidos) y la potencia absorbida por la muestra (estimada) (b).

Después del enfriamiento, se mide una presión de 4,5 bar, superior con respecto al valor inicial de 1,5 bar, un índice de la producción de gas.

La viscosidad a 38°C del petróleo tratado es de 48.000 mPa·s a 38°C, lo que corresponde a una reducción de un 85% con respecto al producto como tal caracterizado por una viscosidad a 38°C de aproximadamente 310.000 mPa·s.

Ejemplo 4

Se tratan 120 g de Gela 55 230+ en un reactor metálico conectado a un generador de microondas industrial.

El sistema aguas arriba del reactor (generador, acoplador direccional, sintonizador, guía de ondas/transición coaxial) es el mismo que en el ejemplo 1.

Se carga la muestra en el reactor, según una configuración igual a la del ejemplo 3.

La medición de presión se efectúa con un transductor de presión conectado a la ventana de presión, mientras que la medición de temperatura se efectúa con un termopar por medio de una cavidad situada en el fondo del reactor.

Se carga la muestra en el reactor, con una presión inicial de 3 bar de nitrógeno: se lleva el petróleo a una temperatura de 180°C con una banda de resistencia fijada a las paredes laterales del reactor; posteriormente se irradia la muestra con microondas a 800 W durante 5', con una potencia absorbida promedio de 785 W. Se alcanzan la temperatura máxima de 215°C y una presión de 17 bar.

Al final del tratamiento con microondas, la muestra se mantiene a una temperatura próxima a 180°C durante 30' y después se deja enfriar.

La figura 5 muestra los perfiles de temperatura y presión (a) y la gráfica de la potencia suministrada, reflejada (valores medidos) y la potencia absorbida por la muestra (estimada) (b).

Después del enfriamiento, se mide una presión final de 5 bar, muy superior con respecto al valor inicial de 3 bar: a partir del balance de masas se estima una producción de 1,0 g de gas, que resultó ser metano (29%), H₂S (28%), etano (14%), propano (7%), N-butano (2%), H₂ (2%) y otros gases (18%).

La viscosidad a 38°C del petróleo tratado es de 39.000 mPa·s, con respecto al producto inicial con una viscosidad a 38°C de aproximadamente 320.000 mPa·s.

5 **Ejemplo 5**

Se tratan 120 g de Gela 55 230+ en un reactor metálico conectado a un generador de microondas industrial.

10 El sistema aguas arriba del reactor (generador, acoplador direccional, sintonizador, guía de ondas/transición coaxial) es el mismo que en el ejemplo 1.

Se carga la muestra en el reactor, según una configuración igual a la del ejemplo 3.

15 La medición de presión se efectúa con un transductor de presión conectado a la ventana de presión, mientras que la medición de temperatura se efectúa con un termopar por medio de una cavidad situada en el fondo del reactor.

20 Se carga la muestra en el reactor, con una presión inicial de 3 bar de nitrógeno: se lleva el petróleo a una temperatura de 180°C con una banda de resistencia fijada a las paredes laterales del reactor; posteriormente se irradia la muestra con microondas a 800 W durante 2', con una potencia absorbida promedio de 780 W. Se alcanzan la temperatura máxima de 200°C y una presión de 8,5 bar y se deja enfriar la muestra.

La figura 6 muestra los perfiles de temperatura y presión (a) y la gráfica de la potencia suministrada, reflejada (valores medidos) y la potencia absorbida por la muestra (estimada) (b).

25 Después del enfriamiento, se mide una presión final de 4,5 bar, superior al valor inicial de 3 bar.

La viscosidad a 38°C del petróleo tratado es de 240.000 mPa·s, con respecto al valor inicial a 38°C de aproximadamente 310 000 mPa·s.

30 Al comparar los resultados obtenidos en la prueba del ejemplo 4, llevada a cabo con la misma potencia, puede verificarse la importancia de los tiempos de irradiación de la muestra.

Ejemplo 6

35 Se tratan 120 g de Gela 55 230+ en un reactor metálico conectado a un generador de microondas industrial.

El sistema aguas arriba del reactor (generador, acoplador direccional, sintonizador, guía de ondas/transición coaxial) es el mismo que en el ejemplo 1.

40 Se carga la muestra en el reactor, según una configuración igual a la del ejemplo 3.

La medición de presión se efectúa con un transductor de presión conectado a la ventana de presión, mientras que la medición de temperatura se efectúa con un termopar por medio de una cavidad situada en el fondo del reactor.

45 Se carga la muestra en el reactor, con una presión inicial de 3 bar de nitrógeno: se lleva el petróleo a una temperatura de 180°C con una banda de resistencia fijada a las paredes laterales del reactor; posteriormente se irradia la muestra con microondas con una potencia promedio de 1 200 W durante 2'; la muestra absorbe 1.100 W en promedio. Se alcanzan la temperatura máxima de 200°C y una presión de 17 bar y se deja enfriar la muestra.

50 La figura 7 muestra los perfiles de temperatura y presión (a) y la gráfica de la potencia suministrada, reflejada (valores medidos) y la potencia absorbida por la muestra (estimada) (b).

Después del enfriamiento, se mide una presión final de 5 bar.

55 El producto final presenta una viscosidad a 38°C de 54.000 mPa·s, con respecto al valor inicial de aproximadamente 310.000 mPa·s a 38°C.

60 Con respecto a la prueba del ejemplo 5, la utilización de potencia superiores, con la misma duración del tratamiento, permite obtener una reducción mucho mayor de la viscosidad.

Ejemplo 7

Se tratan 120 g de Gela 55 230+ en un reactor metálico conectado a un generador de microondas industrial.

65 El sistema aguas arriba del reactor (generador, acoplador direccional, sintonizador, guía de ondas/transición coaxial) es el mismo que en el ejemplo 1.

Se carga la muestra en el reactor, según una configuración igual a la del ejemplo 3.

5 La medición de presión se efectúa con un transductor de presión conectado a la ventana de presión, mientras que la medición de temperatura se efectúa con un termopar por medio de una cavidad situada en el fondo del reactor.

10 Se carga la muestra en el reactor, con una presión inicial de 3 bar de nitrógeno: se lleva el petróleo a una temperatura de 180°C con una banda de resistencia fijada a las paredes laterales del reactor; posteriormente se irradia la muestra con microondas con una potencia promedio de 250 W durante 15'; la muestra absorbe 245 W en promedio. Se alcanzan la temperatura máxima de 195°C y una presión de 6,5 bar y se deja enfriar la muestra.

La figura 8 muestra los perfiles de temperatura y presión (a) y la gráfica de la potencia suministrada, reflejada (valores medidos) y la potencia absorbida por la muestra (estimada) (b).

15 El producto final presenta una viscosidad a 38°C de 228.000 mPa·s, con respecto al valor inicial de aproximadamente 310.000 mPa·s a 38°C.

20 A partir de los resultados resulta evidente que tiempos de tratamiento prolongados, pero con menores potencias no inducen reducciones significativas de la viscosidad.

Ejemplo 8

Se tratan 120 g de Gela 55 230+ en un reactor metálico conectado a un generador de microondas industrial.

25 El sistema aguas arriba del reactor (generador, acoplador direccional, sintonizador, guía de ondas/transición coaxial) es el mismo que en el ejemplo 1.

Se carga la muestra en el reactor, según una configuración igual a la del ejemplo 3.

30 La medición de presión se efectúa con un transductor de presión conectado a la ventana de presión, mientras que la medición de temperatura se efectúa con un termopar por medio de una cavidad situada en el fondo del reactor.

35 Se carga la muestra en el reactor, con una presión inicial de 3 bar de nitrógeno: se lleva el petróleo a una temperatura de 180°C con una banda de resistencia fijada a las paredes laterales del reactor; posteriormente se irradia la muestra con microondas con una potencia promedio de 800 W durante 4'; la muestra absorbe 750 W en promedio. Se alcanzan la temperatura máxima de 215°C y una presión de 16,5 bar; al final de la irradiación, la muestra se mantiene a una temperatura de aproximadamente 185°C durante 30' y después se deja enfriar. Una vez enfriada, se mide una presión residual de 4,5 bar.

40 Figura 9 muestra los perfiles de temperatura y presión (a) y la gráfica de la potencia suministrada, reflejada (valores medidos) y la potencia absorbida por la muestra (estimada) (b).

45 El producto final presenta una viscosidad a 38°C de 430.000 mPa·s, con respecto al valor inicial de aproximadamente 310.000 mPa·s a 38°C.

Los resultados muestran la repetibilidad del tratamiento con respecto a los datos obtenidos a partir de la prueba del ejemplo 4, siendo las condiciones operativas adoptadas similares.

Ejemplo 9

50 Se tratan 120 g de Gela 55 230+ en un reactor metálico conectado a un generador de microondas industrial.

55 El sistema aguas arriba del reactor (generador, acoplador direccional, sintonizador, guía de ondas/transición coaxial) es el mismo que en el ejemplo 1.

Se carga la muestra en el reactor, según una configuración igual a la del ejemplo 3.

60 La medición de presión se efectúa con un transductor de presión conectado a la ventana de presión, mientras que la medición de temperatura se efectúa con un termopar por medio de una cavidad situada en el fondo del reactor.

65 Se carga la muestra en el reactor, con una presión inicial de 3 bar de nitrógeno: se lleva el petróleo a una temperatura de 180°C con una banda de resistencia fijada a las paredes laterales del reactor; posteriormente se irradia la muestra con microondas con una potencia promedio de 850 W durante 4' 30"; la muestra absorbe 760 W en promedio. Se alcanzan la temperatura máxima de 215°C y una presión de 17 bar; al final de la irradiación, la muestra se mantiene a una temperatura de aproximadamente 185°C durante 30' y después se deja enfriar. Una vez fría, se mide una presión residual de 5 bar.

La figura 10 muestra los perfiles de temperatura y presión (a) y la gráfica de la potencia suministrada, reflejada (valores medidos) y la potencia absorbida por la muestra (estimada) (b).

- 5 El producto final presenta una viscosidad a 38°C de 35.000 mPa·s, con respecto al valor inicial de aproximadamente 310.000 mPa·s a 38°C.

Los resultados muestran de nuevo la repetibilidad del tratamiento con microondas con respecto a los datos obtenidos a partir de la prueba del ejemplo 4, siendo las condiciones operativas adoptadas similares.

10

CARACTERIZACIÓN DE LAS MUESTRAS TRATADAS

Medición de la viscosidad

- 15 El instrumento utilizado para medir la viscosidad dinámica es un viscosímetro AR 1500 de TA Instruments con un acoplamiento de cono de discos (40 mm, acero 2°).

Para efectuar la medición, se regula en primer lugar la temperatura de acoplamiento y a continuación se carga la muestra a temperatura ambiente o ya caliente sobre el disco fijo precalentado, utilizando una espátula si la muestra es extremadamente viscosa, o un cuentagotas si es fluida. El hueco entre los discos se lleva a 52 micrómetros, teniendo cuidado de que la muestra se distribuya bien y que no queden atrapadas burbujas en su interior y se hace girar el cono de discos con un par motor apto para el análisis durante aproximadamente 10 minutos antes de proceder con la medición.

20

25 CARACTERIZACIÓN DEL PRODUCTO A PARTIR DE GELA 55 230+ DEL EJEMPLO 2

Las caracterizaciones efectuadas sobre la muestra obtenida en el ejemplo 2 muestran claramente la eficacia de la radiación de microondas tanto en cuanto a la reducción de la viscosidad como en cuanto a la mejora en la calidad con respecto a la carga de partida que consiste en Gela 55 230+.

30

El tratamiento con microondas reduce de hecho la viscosidad del producto a 38°C hasta 98.000 mPa·s frente un valor de partida de 310.000 mPa·s a 38°C (par motor aplicado 90 $\mu\text{N}\cdot\text{m}$, cuota de producción a 38°C 0,05116 s^{-1}) generando una reducción de un 68,5%.

35 Esta reducción de viscosidad se observó dentro de un intervalo de temperatura amplio (desde 38 hasta 90°C) y se mantiene con el tiempo, salvo por el "endurecimiento" debido a la oxidación de la muestra, exposición a UV, etc. (figura 11 (a)). En particular (figura 11 (b)) se trazaron en un diagrama cinco determinaciones consecutivas de la viscosidad a 38°C del producto, realizadas a lo largo de un periodo de dos meses tras la irradiación, frente a las determinaciones de viscosidad a 38°C de la carga: puede deducirse que la reducción generada por las microondas es permanente y no temporal. Al comparar las curvas de destilación obtenidas con la técnica de destilación "simulada" SIM-DIST, puede observarse una ligera desviación del rendimiento hacia fracciones más ligeras de hasta 570°C en el producto en comparación con la carga. En particular, se observa una disminución de aproximadamente un 1,53% m/m de la fracción 500°C+.

40

45 El tratamiento con microondas modifica la distribución de las moléculas de alto peso molecular, tal como revela la técnica de GPC: el residuo de partido presenta un peso molecular promedio en peso de 3524 con un índice de polidispersidad igual a 5,26, mientras que la muestra procesada presenta un peso molecular promedio en peso de 2924 y un índice de polidispersidad de 4,6.

50 CARACTERIZACIÓN DEL PRODUCTO A PARTIR DE GELA 55 230+ DEL EJEMPLO 4

Las caracterizaciones efectuadas sobre la muestra obtenida en el ejemplo 4 muestran claramente la eficacia de la radiación de microondas en tanto en cuanto a la reducción de la viscosidad como en cuanto a la mejora en la calidad con respecto a la carga de partida que consiste en Gela 55 230+.

55

El tratamiento con microondas reduce de hecho la viscosidad del producto a 38°C hasta 39.000 mPa·s frente a un valor de partida de 320.000 mPa·s a 38°C generando una reducción de aproximadamente un 88%.

60 Al comparar las curvas de destilación obtenidas con la técnica de destilación "simulada" SIM-DIST, puede observarse una desviación del rendimiento hacia fracciones más ligeras en el producto en comparación con la carga; en particular se observa una disminución de aproximadamente un 5% m/m de la fracción 500°C+.

65 La medición de la estabilidad coloidal de los aglomerados de asfalteno del producto, determinada con el procedimiento valor de peptización (PV) SMS 1600-01, es de PV = 2,4, ligeramente inferior al valor de la carga que es igual a PV = 3,0. La transformación inducida por el procedimiento, objeto de la presente invención, es

sorprendente ya que reduce drásticamente la viscosidad con una modesta depresión del PV, a diferencia de las conversiones térmicas tradicionales.

- 5 La tabla muestra el análisis de los gases desarrollados durante el tratamiento con el procedimiento innovador: están presentes parafinas y olefinas ligeras junto con sulfuro de hidrógeno, lo que demuestra la transformación de la carga a baja temperatura.

Ejemplo 4	
gas	% moles
hidrógeno	2,16
monóxido de carbono	2,23
dióxido de carbono	1,41
metano	29,38
etano	13,96
etileno	1,57
propano	6,75
propileno	3,54
isobutano	0,44
n.butano	2,39
H ₂ S	28,13
1-buteno	0,99
isobuteno	0,96
tr.2-buteno	0,30
isopentano	0,37
cis 2-buteno	0,21
n.pentano	0,75
C5+	4,46
	100,00

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la reducción de la viscosidad de petróleos crudos, que comprende sustancialmente una etapa de separación de dichos petróleos crudos para separar una fracción ligera y una fracción pesada que presenta un contenido en agua residual no superior a 1.400 ppm y una etapa de tratamiento de dicha fracción pesada separada por medio de irradiación de microondas, funcionando a temperaturas comprendidas entre 50 y 350°C, durante un periodo de tiempo comprendido entre 1 s y 120 min y con unas frecuencias comprendidas entre 0,3 y 300 GHz, siendo dicha irradiación llevada a cabo por un sistema que comprende una brida (1) metálica para ser fijada al conductor externo del cable de transición coaxial (2), brida sobre la cual está montada una ventana (3) de material transparente a las microondas, que soporta un cilindro (4), una antena, que es insertada en el conductor central del cable de transición coaxial (5), sobresaliendo dicha antena de la ventana una extensión apropiada, apta para garantizar la transmisión de las microondas.
- 10
- 15 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la etapa de tratamiento por medio de irradiación de microondas es llevada a cabo funcionando a temperaturas comprendidas entre 100 y 320°C, durante un periodo de tiempo comprendido entre 10 s y 60 min y con frecuencias comprendidas entre 0,5 y 30 GHz.
- 20 3. Procedimiento según la reivindicación 2, en el que la etapa de tratamiento por medio de irradiación de microondas es llevada a cabo funcionando a temperaturas comprendidas entre 170 y 280°C, durante un periodo de tiempo comprendido entre 20 s y 40 min y con frecuencias comprendidas entre 0,8 y 7 GHz.
- 25 4. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la fracción ligera, después de haber sido separada de los gases, es mezclada con la fracción pesada tratada por medio de irradiación de microondas.
- 30 5. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la separación de los petróleos crudos es llevada a cabo, de modo que se obtenga una fracción pesada con un contenido en agua residual no superior a 1.000 ppm.
6. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la separación de los petróleos crudos es llevada a cabo, de modo que se obtenga una fracción pesada con un contenido en agua residual no superior a 500 ppm.
- 35 7. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la etapa de separación es una vaporización ultrarrápida o una destilación.
8. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que aguas arriba de la vaporización ultrarrápida o destilación hay una etapa de desalinización.

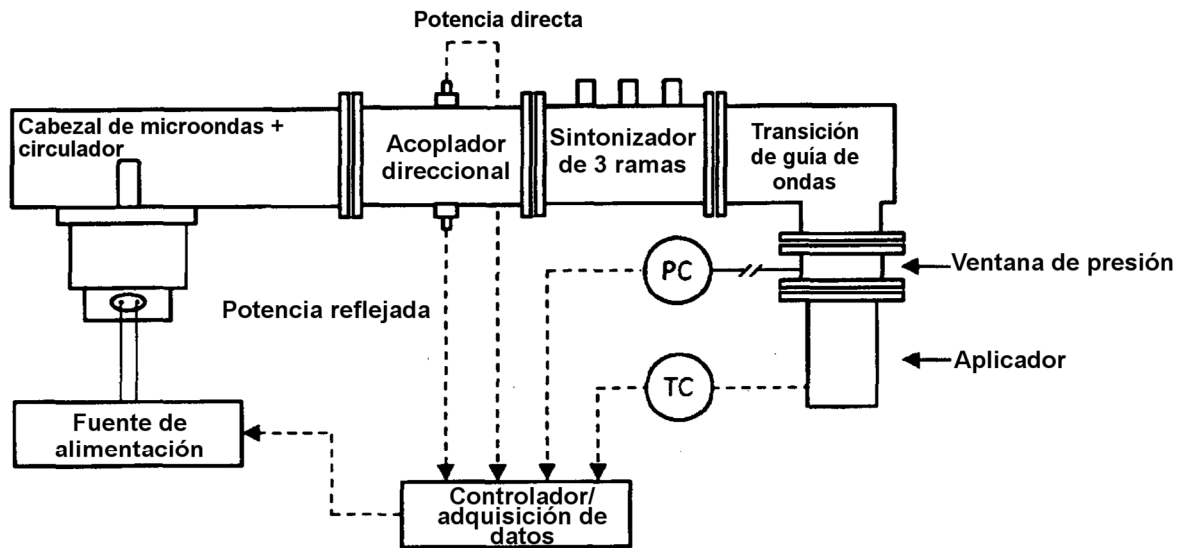


Figura 1A Esquema de la configuración experimental

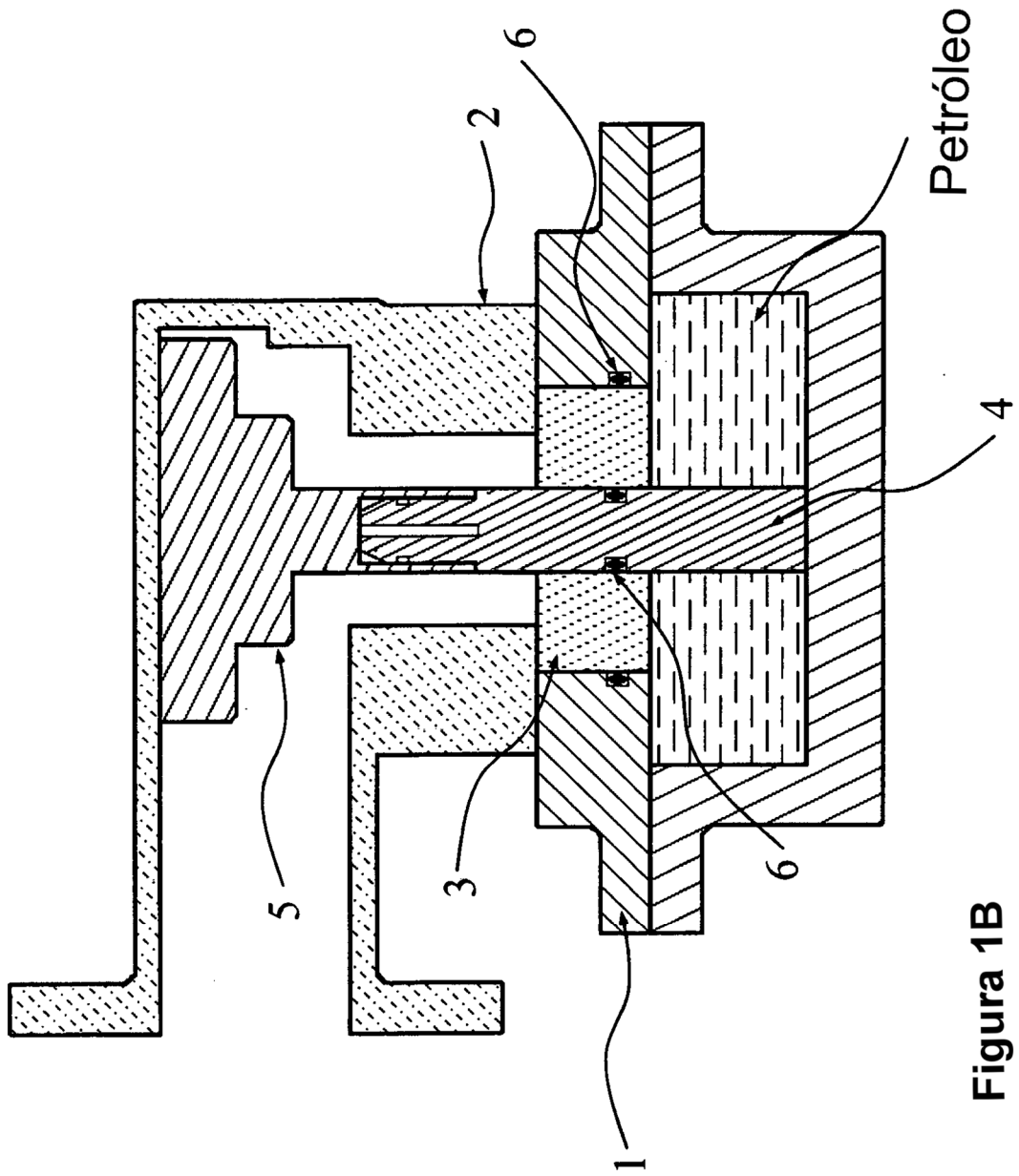


Figura 1B

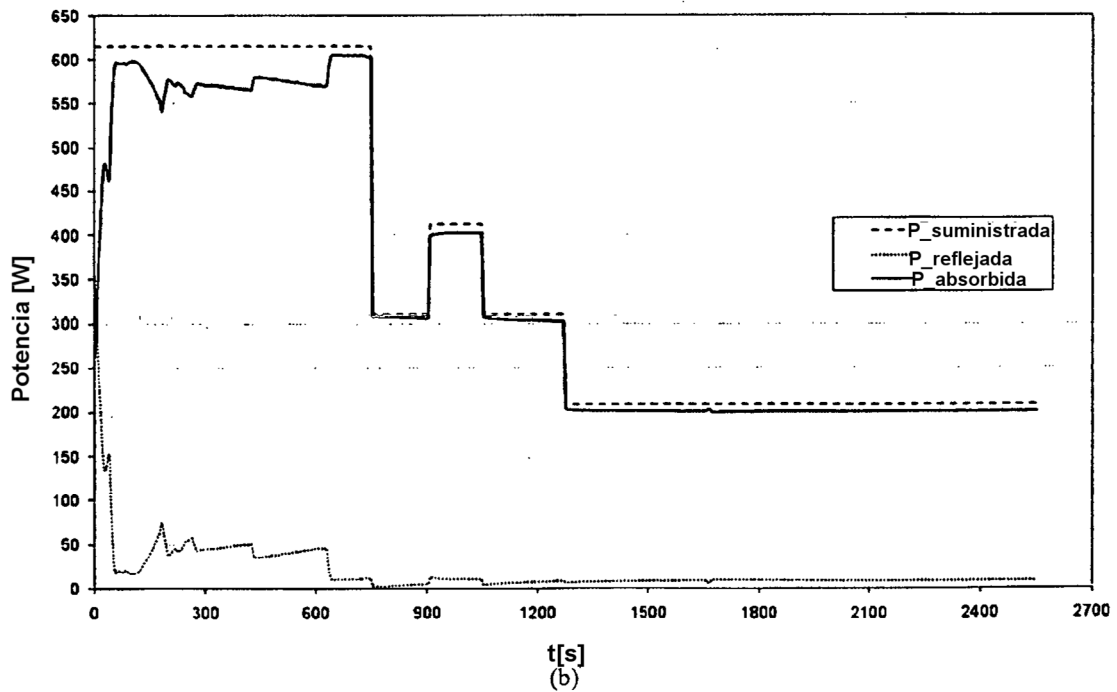
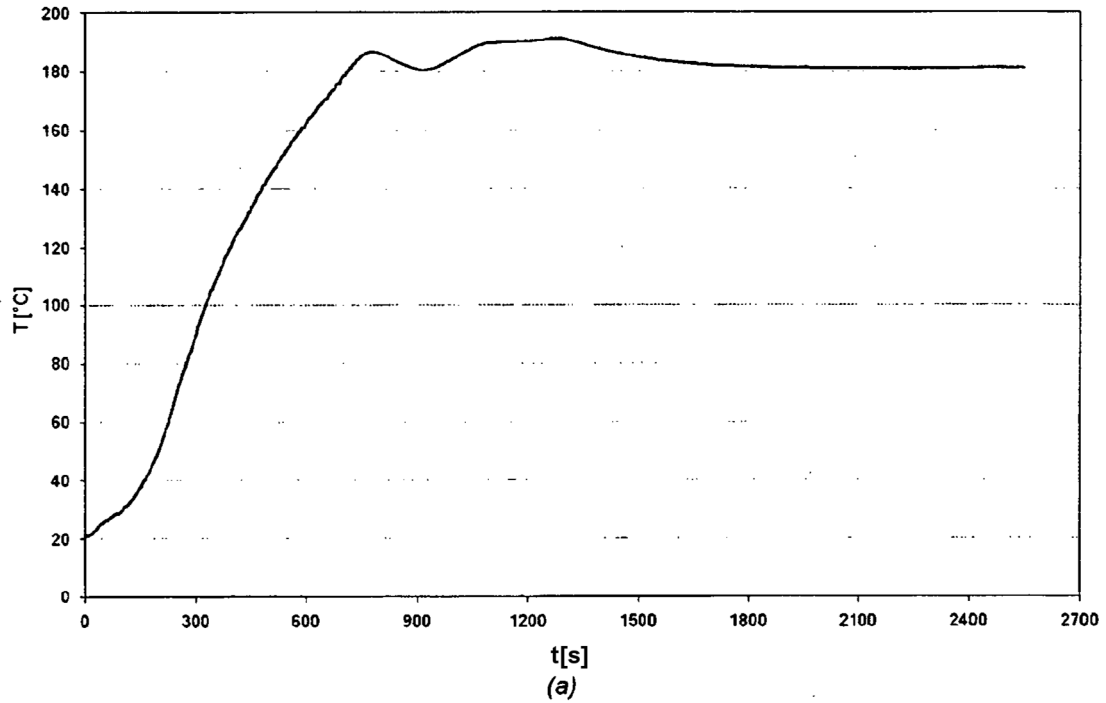


Figura 2 - Tendencias de la potencia suministrada, reflejada y absorbida (b) y de la temperatura (a) registrada durante la prueba del ejemplo 1

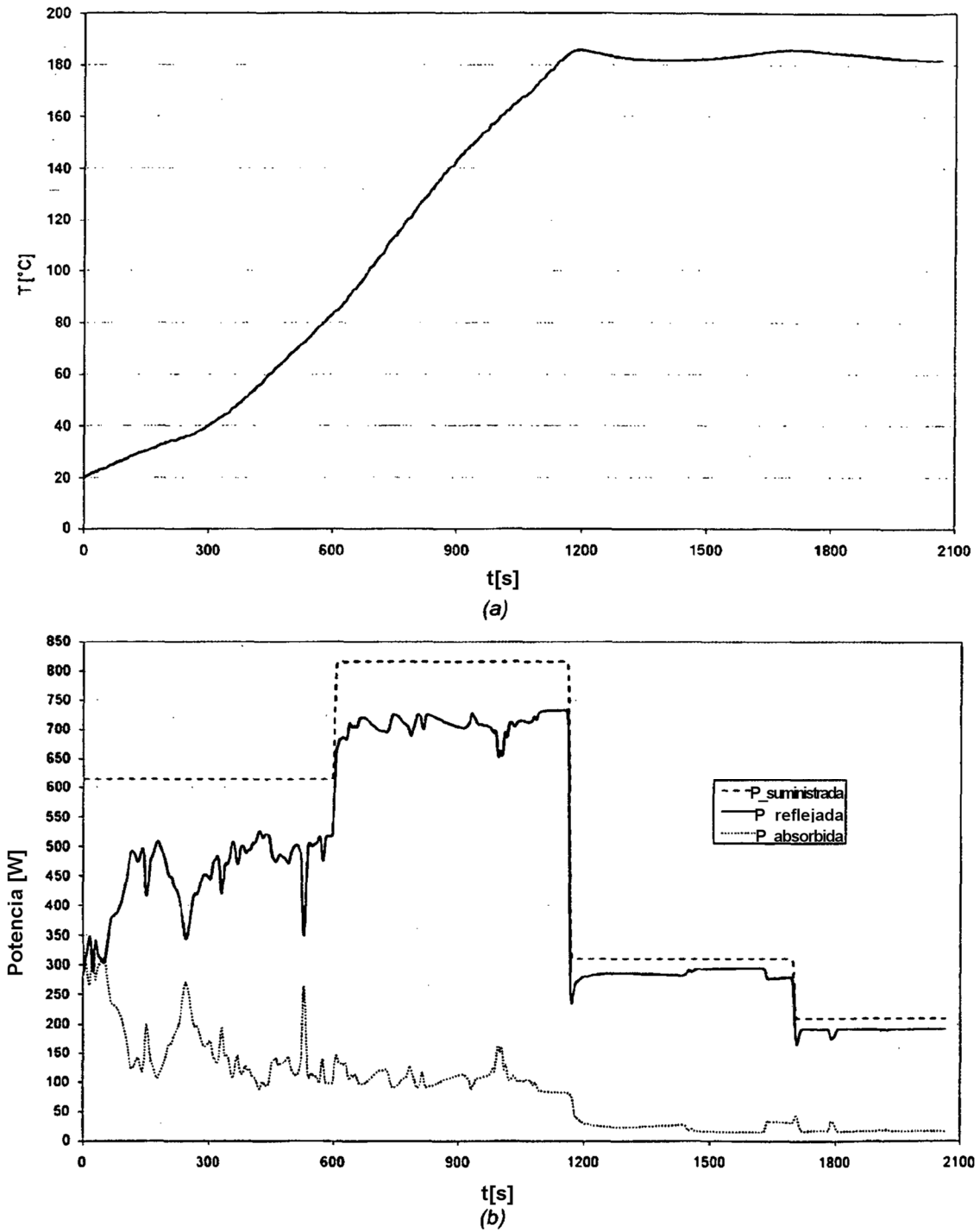


Figura 3 - Tendencias de la potencia suministrada, reflejada y absorbida (b) y de la temperatura (a) registrada durante la prueba del ejemplo 2

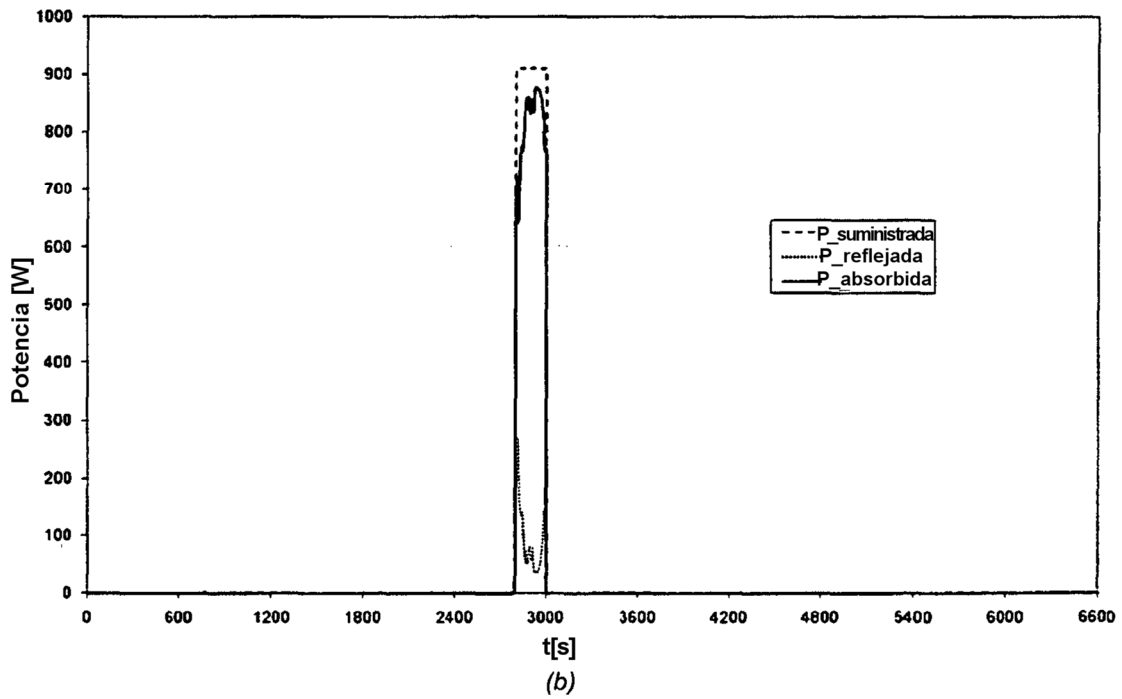
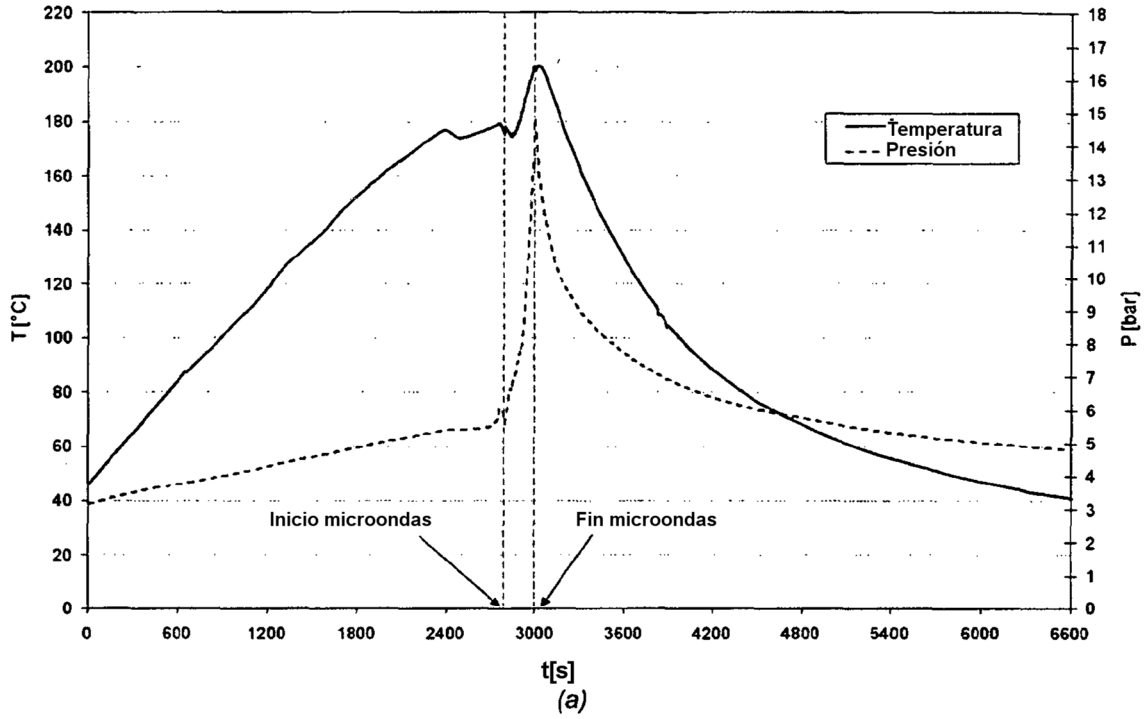


Figura 4 - Tendencias de la potencia suministrada, reflejada y absorbida (b) y de la temperatura y la presión (a) registradas durante la prueba del ejemplo 3

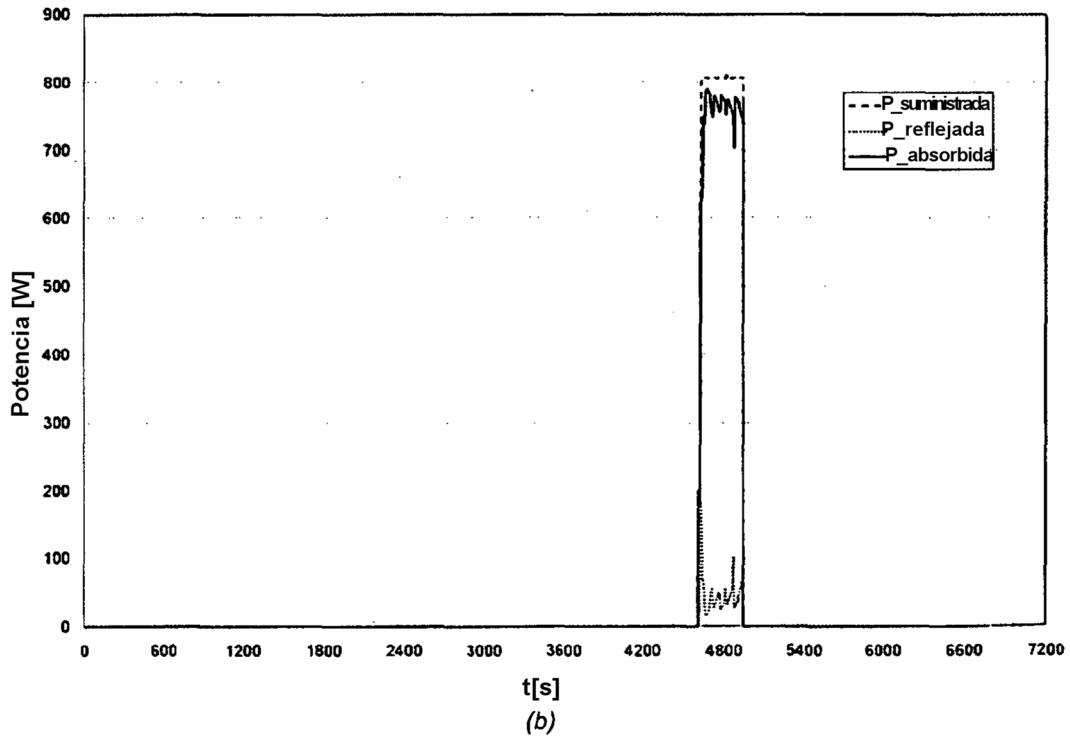
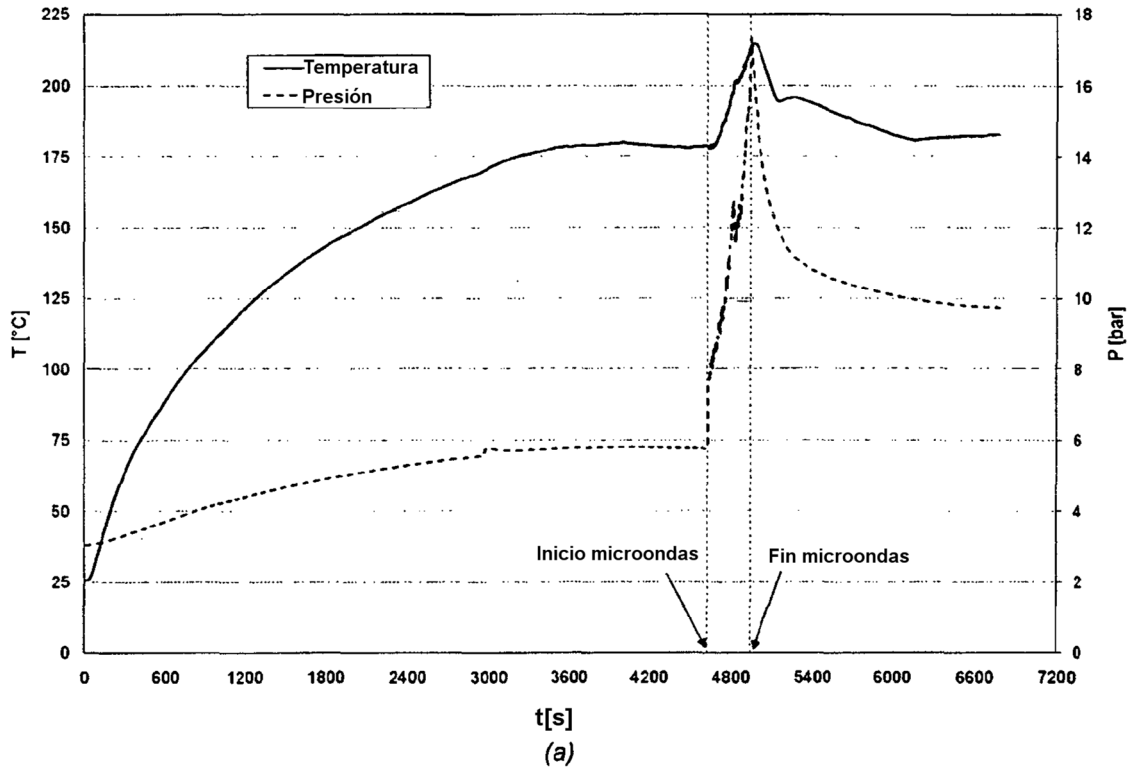


Figura 5 - Tendencias de la potencia suministrada, reflejada y absorbida (b) y de la temperatura y la presión (a) registradas durante la prueba del ejemplo 4

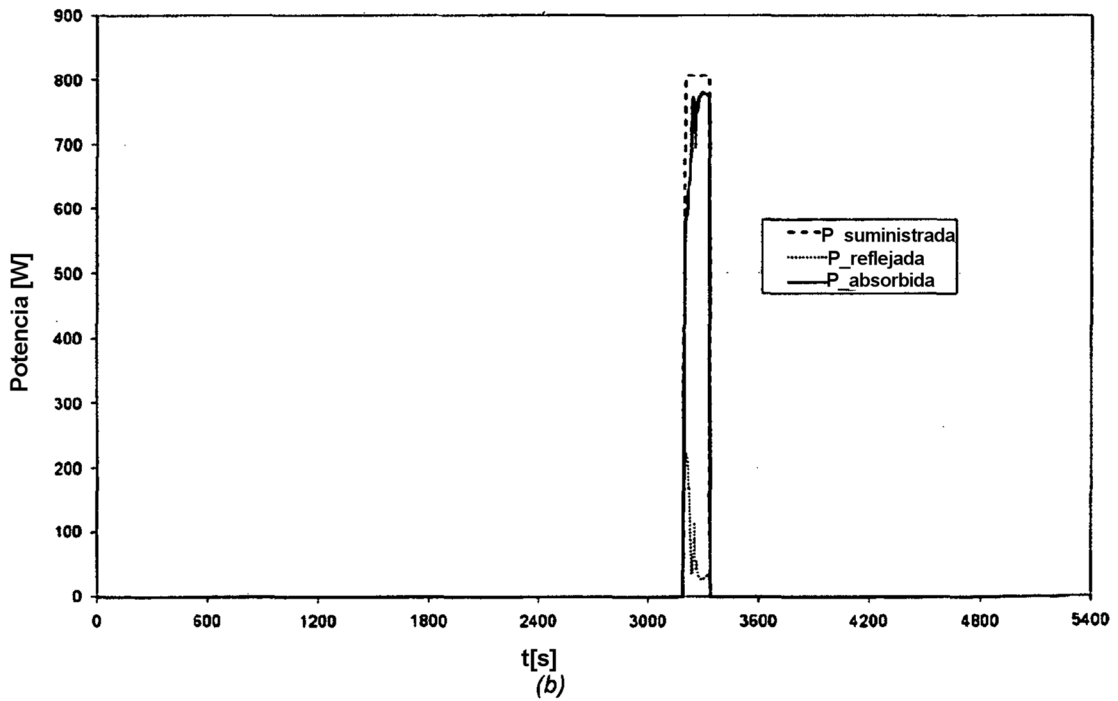
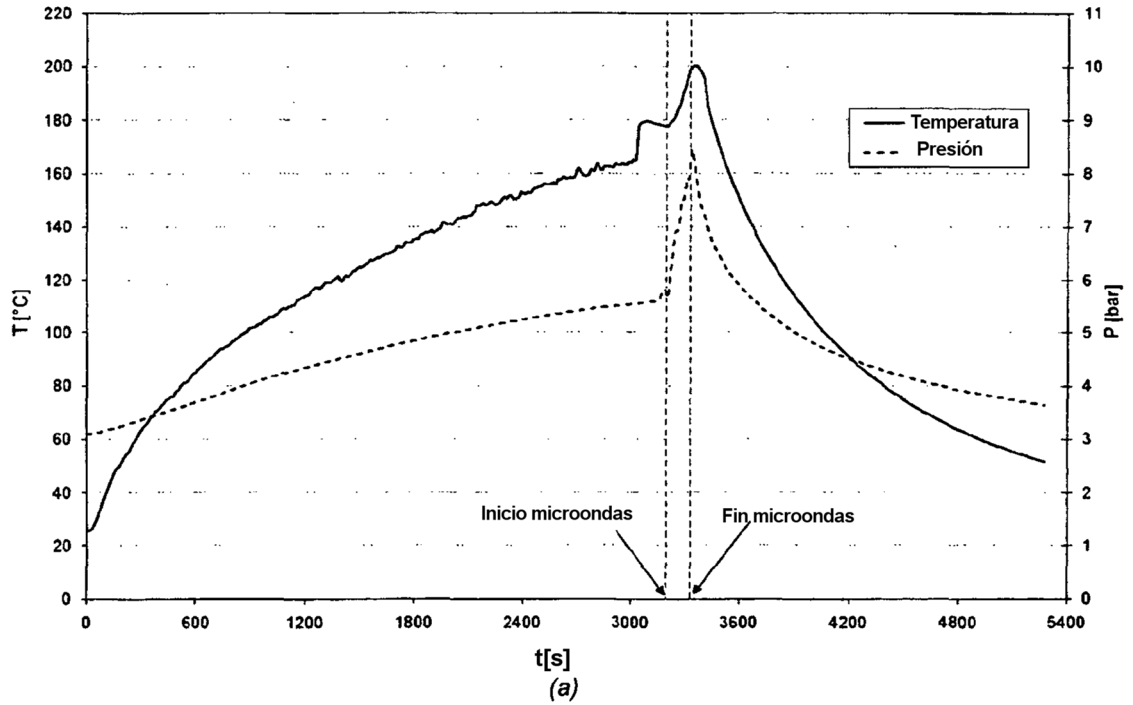


Figura 6 - Tendencias de la potencia suministrada, reflejada y absorbida (b) y de la temperatura y la presión (a) registradas durante la prueba del ejemplo 5

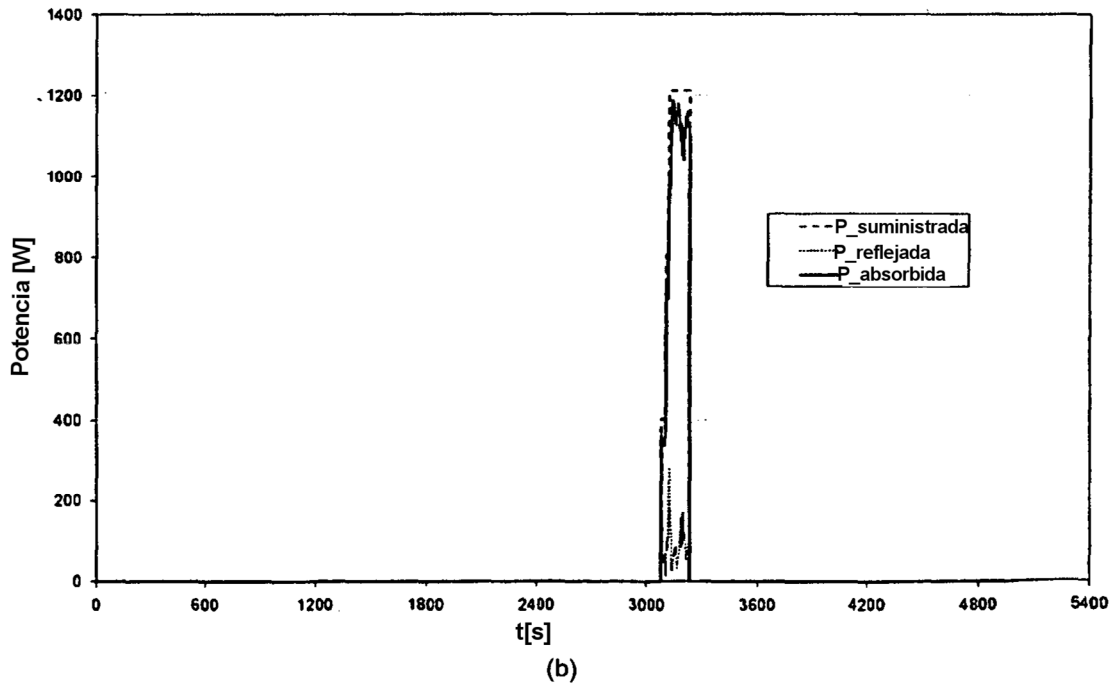
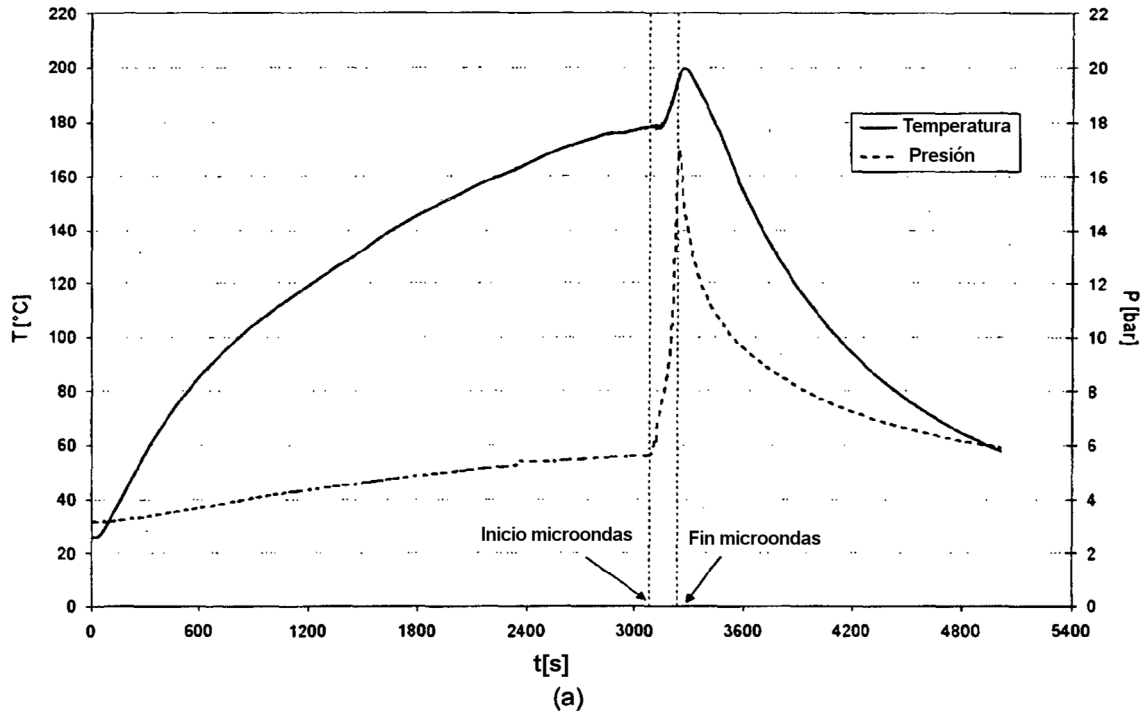


Figura 7 - Tendencias de la potencia suministrada, reflejada y absorbida (b) y de la temperatura y la presión (a) registradas durante la prueba del ejemplo 6

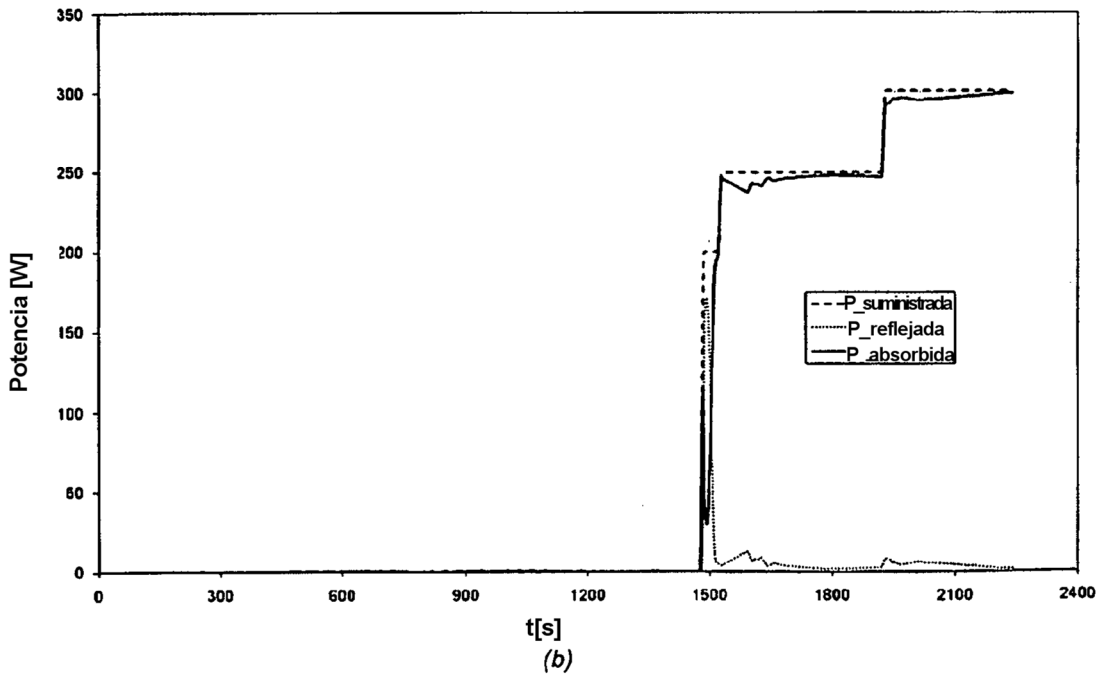
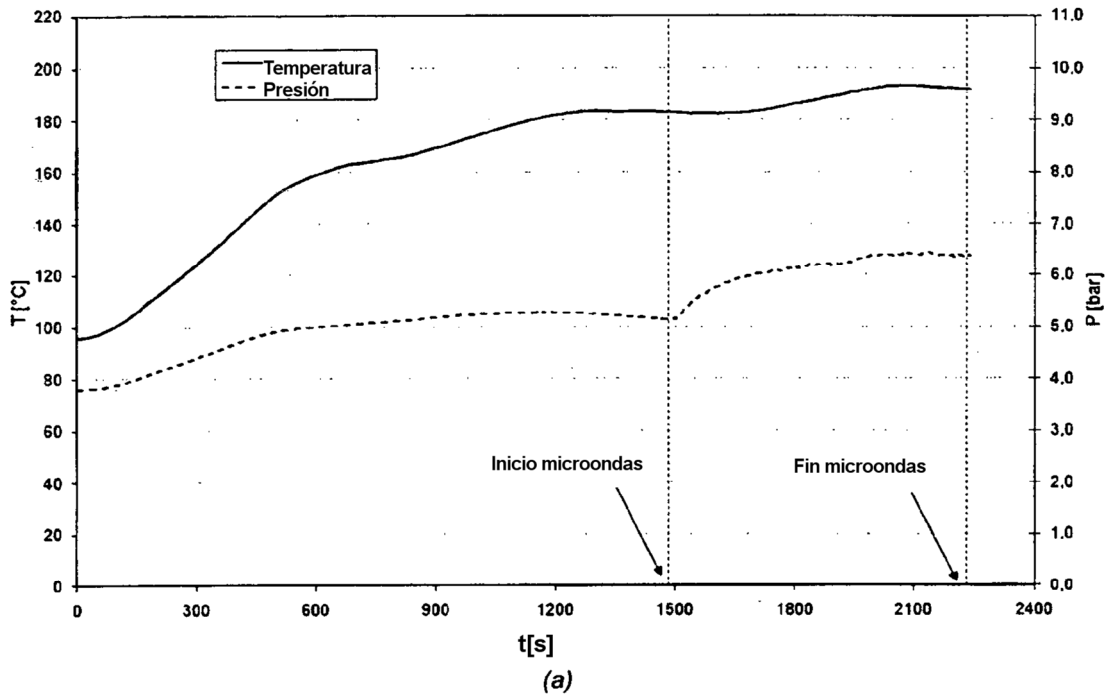


Figura 8 - Tendencias de la potencia suministrada, reflejada y absorbida (b) y de la temperatura y la presión (a) registradas durante la prueba del ejemplo 7

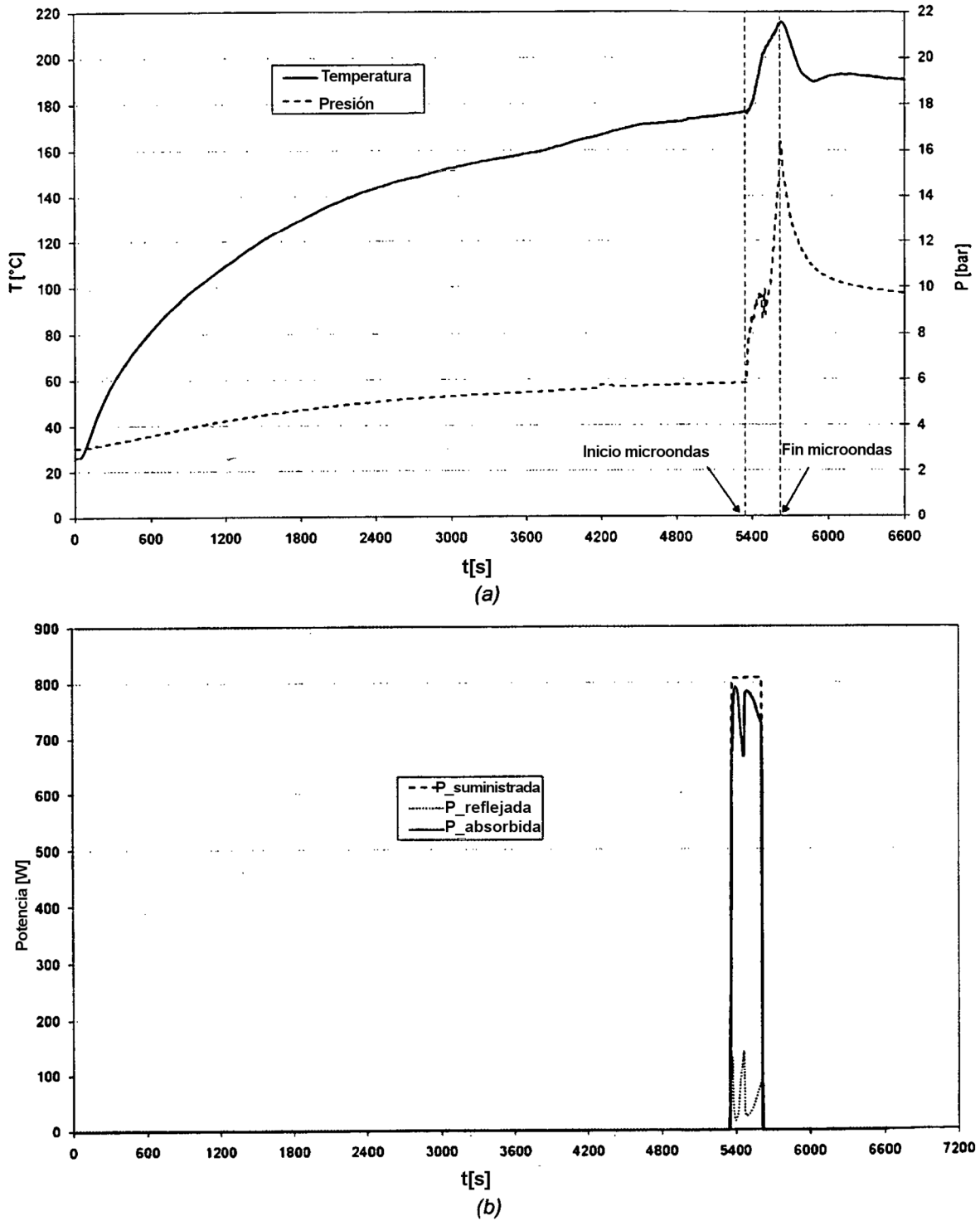


Figura 9 - Tendencias de la potencia suministrada, reflejada y absorbida (b) y de la temperatura y la presión (a) registradas durante la prueba del ejemplo 8

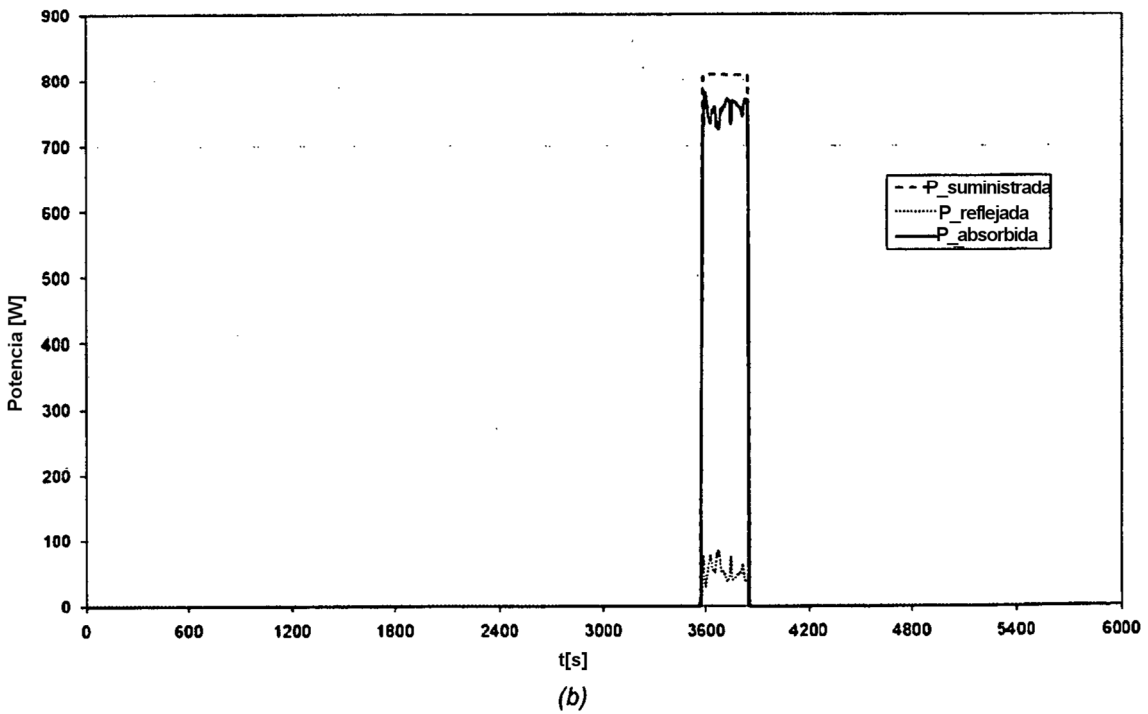
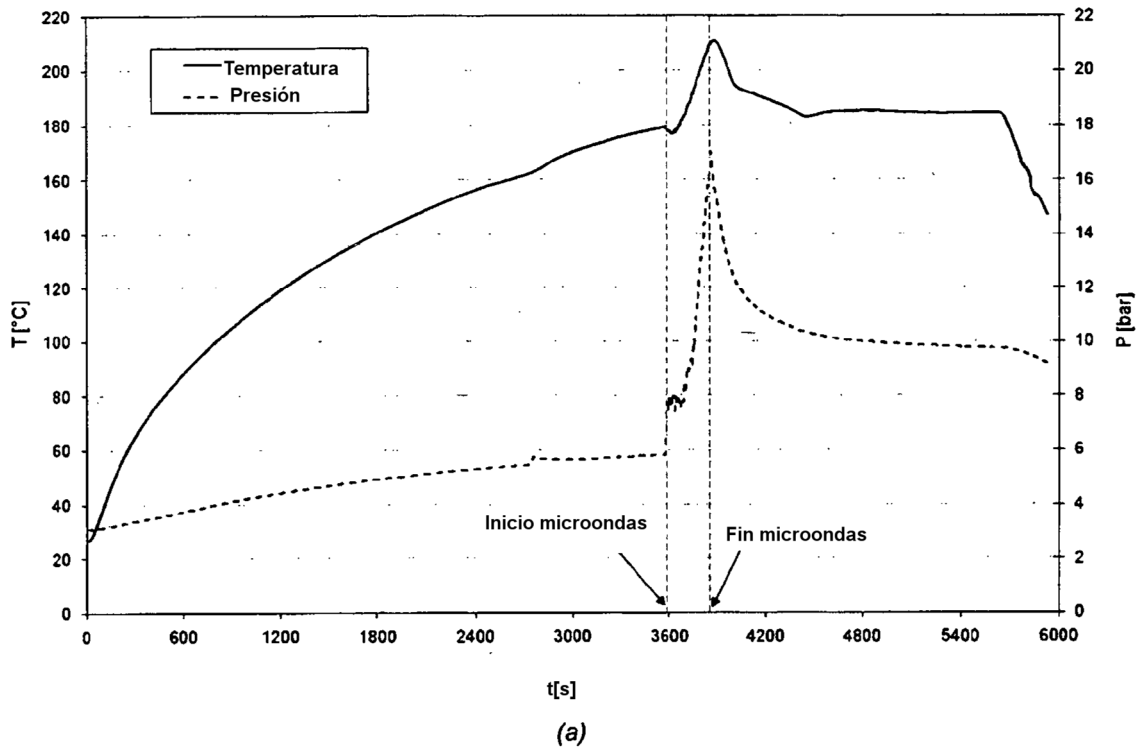
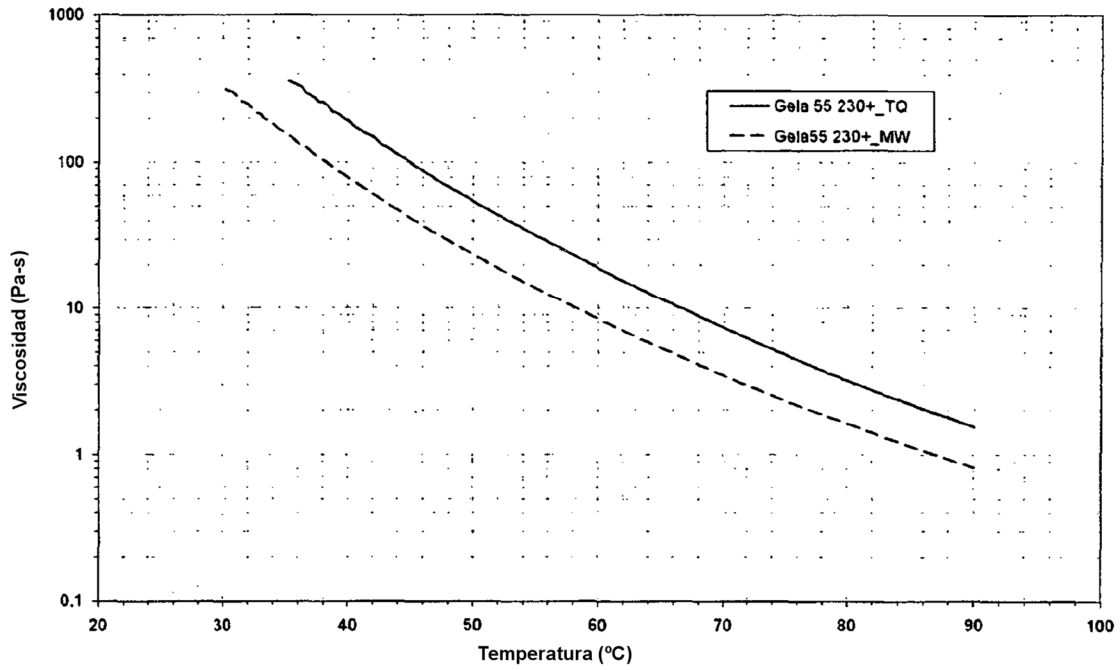
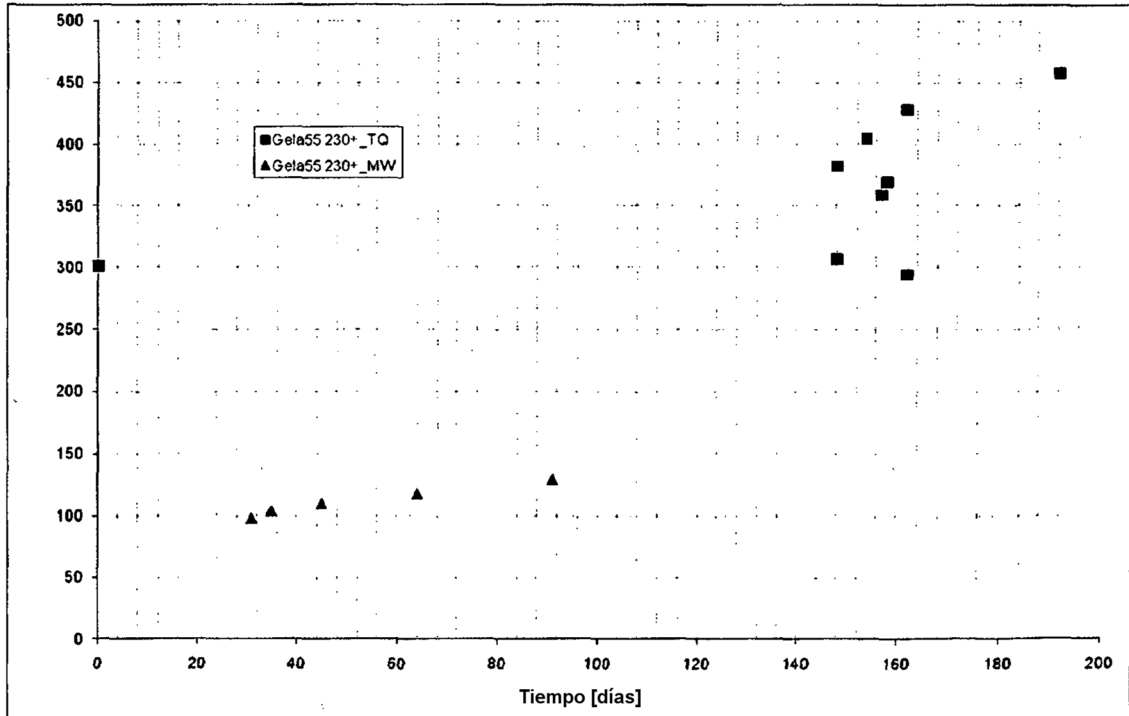


Figura 10 - Tendencias de la potencia suministrada, reflejada y absorbida (b) y de la temperatura y la presión (a) registradas durante la prueba del ejemplo 9



(a)



(b)

Figura 11 – (a) Mediciones de viscosidad en relación con la temperatura de la carga (Gela 55 230+ como tal) y producto (Gela 55 230+ tratado con microondas (MW)), (b) Mediciones de viscosidad a 38°C en relación con el tiempo de envejecimiento de la carga (Gela 55 230+ como tal) y producto (Gela 55 230+ tratado con microondas)