

Organo-clay material as coalescer oil filter in the treatment of oil production waters

Johnny Bullón ^{*,a} , Jesús David Prato ^a , Victoria Mousalli ^{a,b} ,
Franklin Salazar ^a , Leonardo Rennola ^c 

^aLaboratorio de Formulación, Interfases, Reología y Procesos (FIRP), Escuela de Ingeniería Química, Facultad de Ingeniería, Universidad de Los Andes. Mérida, Venezuela.

^bDepartamento de Geología General, Escuela de Ingeniería Geológica, Facultad de Ingeniería, Universidad de Los Andes. Mérida, Venezuela.

^cLaboratorio de Mezclado, Separación y Síntesis Industrial (LMSSI), Escuela de Ingeniería Química, Facultad de Ingeniería, Universidad de Los Andes. Mérida, Venezuela.

Abstract.- A crude oil coalescent filter was constructed for treating oil production waters using clay material from the Venezuelan Andes region. The clay minerals were burned and their surfaces treated with a mixture of cationic and nonionic surfactant. After the treated clays were used as a filling material in the vertical adsorption column, in which synthetic waters of oil production were circulated. The results indicate that when the production waters goes through the clays filters, the oil droplets size increases showing that these clays are able to induce the coalescence of oil drops.

Keywords: clay; filters; oils production water; coalescence.

Material organo-arcilloso como filtro coalescedor de crudo en el tratamiento de aguas de producción petrolera

Resumen.- Se construyó un filtro coalescedor de crudo para aguas de producción petrolera, utilizando material arcilloso de la región de los Andes venezolanos. Las arcillas fueron calcinadas y se les realizó un tratamiento superficial de hidrofobación, con una mezcla de surfactantes catiónico y no iónico. El material arcilloso obtenido se utilizó como relleno de una columna de adsorción vertical, a través de la cual se hizo circular aguas sintéticas de producción petrolera. Los resultados indican que al pasar las aguas de producción por el filtro, las gotas de crudo aumentan sus tamaños de partículas, demostrando así que las arcillas empleadas son materiales adecuados para la coalescencia de las gotas de petróleo.

Palabras clave: arcilla; filtros; aguas de producción petrolera; coalescencia.

Recibido: 10 de febrero, 2020.

Aceptado: 27 de abril, 2020.

1. Introducción

Las aguas aceitosas provenientes de procesos de la industria petrolera, petroquímica, alimentos, metalúrgica y minera, son unos de los principales problemas ambientales a nivel mundial debido a que corresponden a residuos de producción regular que requieren de tratamientos especiales para su disposición venial en cuerpos de agua. La

industria petrolera particularmente genera aguas aceitosas en todas sus etapas, desde la producción hasta procesos de distribución y expendio [1, 2]. Especialmente durante el proceso de producción petrolera, se generan grandes volúmenes de aguas asociadas al crudo, denominadas *aguas de producción petrolera*. Estas aguas, luego de separadas del crudo en los tanques sedimentadores, en los separadores API y algunos procesos de flotación, entre otros procesos [3], contienen cantidades inferiores a 200 ppm de crudo y tamaños de gotas cercanos a un micrómetro. Estas diminutas gotas de crudo proporcionan al agua una gran turbidez. Su tratamiento con agentes floculantes

* Autor para correspondencia:

Correo-e: jbullon@ula.ve (J. Bullón)

se hace difícil, pues debido a la baja concentración de partículas son poco probables las interacciones entre las gotas para propiciar la coalescencia de las mismas. Es por ello que los tratamientos recomendados sean físicos, como la flotación por microburbujas de aire, filtración con membranas, filtros de arenas y filtros coalescedores [4]. Los filtros coalescedores son dispositivos creados para facilitar la coalescencia de las gotas dispersas en una fase en la que no es miscible, puede ser una fase polar o apolar. En la literatura especializada se encuentran numerosos trabajos sobre filtros coalescedores con rellenos oleofobos e hidrófobos, dependiendo de la aplicación requerida. En una gran parte de estos trabajos la aplicación se refiere a la eliminación de pequeñas gotas de agua en hidrocarburos [5, 6, 7, 8, 9]. En nuestro caso, se corresponde a emulsiones diluidas de gotas de aceite en agua que simulan aguas de producción petrolera (Figura 1). La tecnología de filtros coalescedores representa bajos costos de inversión en materiales renovables, bajo consumo de energía y son utilizados en las primeras etapas de separación para el tratamiento de hidrocarburos y sus derivados. Generalmente cumplen dos funciones: primero, coalescen (combinan) las pequeñas gotas de hidrocarburos emulsificadas en agua, muy dispersas, en gotas de mayor tamaño, y segundo, en algunos casos, retienen los contaminantes en forma de partículas. El funcionamiento y la eficiencia de los filtros coalescedores depende de: los materiales de relleno, la mojabilidad, el diámetro de poro del material filtrante, las características de los fluidos a separar, y de las condiciones de operación del proceso [10].

A partir de esto, muchas investigaciones siguen haciendo el esfuerzo por mejorar la eficiencia en la separación a través de nuevos materiales amigables con el ambiente como sólidos micronizados, granulados o aglomerados (arcillas y arcillas organofílicas, polímeros y resinas, fibra de vidrio), fibras de origen vegetal y sintéticas (fibras de celulosa, bagazo de caña, conchas de granos y aserrín) [11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19], nuevas formas y estructuras de coalescedores (relación de altura, ancho o diámetro, mojabilidad, etc)

Tratamiento de aguas residuales (emulsiones O/W)

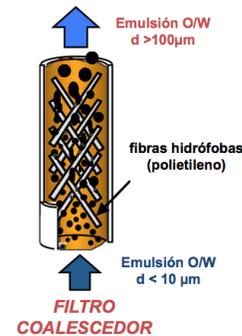


Figura 1: Principio del funcionamiento de un filtro coalescedor de emulsiones [5].

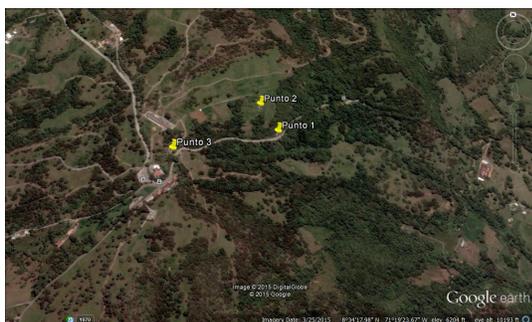
[17, 20, 21], variando las condiciones de operación (velocidad superficial) [22] y considerando las características de la emulsión (concentración de la emulsión, tamaño de gota, características del surfactante) [23]. Debido a que aun no están muy claros los mecanismos de coalescencia, la optimización de estos sistemas están determinados por el ensayo o las pruebas experimentales. En el presente estudio se propone el uso de arcillas tratadas con una mezcla de surfactantes (catiónico-no iónico), como relleno para filtros coalescedores. El objetivo, es generar un material que promueva la coalescencia de las diminutas gotas de crudo en su superficie y salgan del filtro con un mayor tamaño, que permita luego su separación.

2. Metodología

2.1. Selección y acondicionamiento del material de relleno

Se tomaron muestras de rocas de 3 afloramientos diferentes de la Formación Colón, en la vía a la población de Jají, estado Mérida. Las coordenadas de las zonas de muestreo se encuentran indicadas en la Figura 2. El primer punto (afloramiento 1), posee latitud $8^{\circ}34'21.29''\text{N}$ y longitud $71^{\circ}19'22.73''\text{E}$; para el punto 2 (afloramiento 2) se tiene latitud $8^{\circ}34'24.30''\text{N}$ y longitud $71^{\circ}19'24.40''\text{E}$; finalmente, para el punto 3 (afloramiento 3) se tiene altitud $8^{\circ}34'19.18''\text{N}$ y longitud $71^{\circ}19'33.57''\text{E}$.

Las muestras de rocas fueron trituradas durante 15 minutos en un molino de bola marca Retsch



(Fuente: Google Earth)

Figura 2: Ubicación de las coordenadas geográficas de los puntos de muestreo.

(Alemania), modelo MM2, en cargas de 5 gramos. Una vez molidas las muestras, se clasificaron en un tamizador marca Tyler, modelo RX-29, con un tamiz de 200 mesh. Con cada una de las muestras molidas y tamizadas se preparan masas moldeables, generadas por medio de la mezcla de 100 gramos de cada material arcilloso con 40 mL de agua destilada. Estas suspensiones acuosas se moldean por medio de una jeringa de 60 mL sin aguja, para darle una forma alargada y cilíndrica, la cual se cortan con dimensión aproximada de 1 centímetro de largo, (Figura 3), y se deja secar alrededor de 20 horas a temperatura ambiente. Luego que las estructuras están secas, se procede a calcinarlas en una mufla a 800 °C durante 3 horas. Esto se realiza con el fin de generar en las muestras una estructura estable y compacta, que le permita no disolverse en contacto con el agua. Una porción de cada muestra fue triturada y tamizada de nuevo, y fueron caracterizadas por espectrofotometría infrarrojo en espectrofotómetro FTIR Bruker, modelo Tensor 27, con adaptador ATR (attenuated total reflectance) modelo MIRacle de Pike Technologies. Igualmente, fueron caracterizadas por difracción de rayos X con un difractómetro Siemens D5005, equipado con un tubo de rayos-X con radiación de Cobre (CuKalfa).

2.1.1. Tratamiento superficial

Una vez calcinadas y moldeadas las muestras, se le realiza un tratamiento superficial por adsorción de una mezcla de surfactantes. Este procedimiento se realiza con el fin de modificar parcialmente la



Figura 3: Cilindros de arcillas de 3 mm de largo

mojabilidad de la superficie de las arcillas. Para ello las muestras se colocan en contacto durante 10 horas con una disolución acuosa que contiene una mezcla de surfactantes catiónicos (Prepagen de Clariant) y no iónicos (alcoholes etoxilados de Oxiteno Andina). Al pasar las 10 horas, se filtran las muestras y se dejan secar a temperatura ambiente por 48 horas. Estas muestras conforman el relleno del filtro coalescedor.

3. Preparación de la dispersión de crudo en agua

Se preparó un volumen de un litro de una dispersión de crudo en agua destilada. Para ello, se procede a realizar una solución madre; es decir, una muestra de concentración de crudo elevada alrededor de 600 ppm con la finalidad de poder diluir la muestra madre, para obtener concentraciones inferiores que pudiesen variar desde 20 hasta 100 ppm. Como agente dispersante, se utiliza el pirofosfato de sodio ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$) en una concentración del 1 % p/p. En este sentido, la preparación de la dispersión se realiza utilizando los siguientes instrumentos: Agitador Ultraturrax IKA. Pirofosfato de sodio, crudo venezolano (Rosa mediano) con agua destilada. La dispersión se obtiene mezclando el agua, el pirofosfato de sodio y el crudo, agitando en el ultraturrax durante

5 min a 2000 rpm. En la Tabla 1, se muestran las características del crudo utilizado.

Tabla 1: Propiedades del los crudo utilizado

Características	Rosa Mediano
Viscosidad a 100 °F (cSt)	49,34
Gravedad API	24,6
Contenido de asfaltenos (%)	4,3

3.1. Pruebas de filtración de aguas de producción petroleras (sintéticas)

Se instaló un piloto experimental para realizar las pruebas de filtración de las aguas de producción petroleras sintéticas, con la utilización del filtro coalescedor. Para ello se dispone de un vaso de precipitado de 1 L, en el cual se vierte el agua sintética de producción petrolera. Este recipiente se mantiene agitado mediante un agitador magnético. Se dispone de una bomba peristáltica, marca Amicon (Grace Company), modelo LP-1. El filtro coalescedor se construye con una columna de vidrio de 2 cm de diámetro y 20 cm de altura, las cuales se rellenan con cada una de las arcillas tratadas superficialmente. Como se muestra en la Figura 4.

El vaso, la bomba peristáltica y la columna de relleno se conectan entre ellos con tuberías de tygón. El esquema del circuito se muestra en la Figura 5.

Para las pruebas de filtración, se hace circular el agua de producción petrolera sintética mediante la bomba peristáltica, manteniendo un flujo de 0,5 L/min, a través de la columna. El líquido se recircula al tanque de alimentación (circuito cerrado). El proceso de filtración se realiza durante 60 minutos. Se toman muestras del agua alimentada y luego de transcurrida una hora de iniciado el proceso de filtración. A las muestras de agua de producción petrolera se les determina la distribución de tamaño de gotas de crudo con el medidor de tamaño MasterSizer, modelo Hydro 2000MU de la empresa Malvern. Se reportan diámetros en volumen $Dv(0,1)$, $Dv(0,5)$, $Dv(0,9)$ y la amplitud de la distribución (span).



Figura 4: Columna empacada con arcillas (filtro coalescedor)

3.1.1. Medidas de ángulo de contacto de las arcillas

El ángulo de contacto entre el agua y la superficie de las arcillas se determinó, antes y después de tratada con la mezcla de surfactantes (catiónico y no iónico). Para ello se utilizaron muestras de arcillas calcinadas, trituradas y tamizadas, con y sin

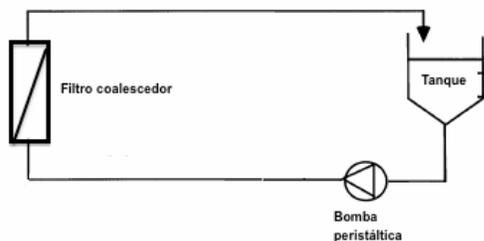


Figura 5: Esquema del circuito de filtración.

tratamiento con la mezcla de surfactantes catiónico, antes y después del proceso de filtración del agua de producción petrolera. La determinación se realiza aplicando el método de ascenso capilar Washburn [24, 25], utilizando el tensiómetro Kruss, modelo K100. Se considera el n-hexano como líquido de referencia para caracterizar el medio poroso por el que se produce el ascenso capilar. Es importante resaltar, que al considerar el n-hexano como referencia se establece como fluido de mojabilidad completa, por ende considera que el ángulo de contacto es cero.

4. Resultados

4.1. Caracterización de las de muestras

Las muestras de roca o sustrato utilizadas en esta investigación corresponden a tres afloramientos de la Formación Colón, cuya ubicación geográfica se describió anteriormente. De manera general, esta formación geológica de edad Cretácica y distribuida en el Flanco Surandino (Figura 6) es descrita en el Léxico Estratigráfico de Venezuela (L.E.V. II, 1970), como unas lutitas microfósilíferas gris oscuro a negras, macizas, piríticas y ocasionalmente micáceas o glauconíticas, con margas y capas de caliza subordinada. En el área de estudio, en los afloramientos 1, 2 y 3 corresponden a una secuencia sedimentaria lutítica, altamente friables, de color gris oscuro a marrón oscuro, con bajo grado de meteorización, realizándose pruebas de efervescencia con solución de ácido clorhídrico (1M) para determinar in situ la presencia de carbonato de calcio, para lo cual sólo las muestra del Afloramiento 3 fueron positivas al contacto con el ácido.

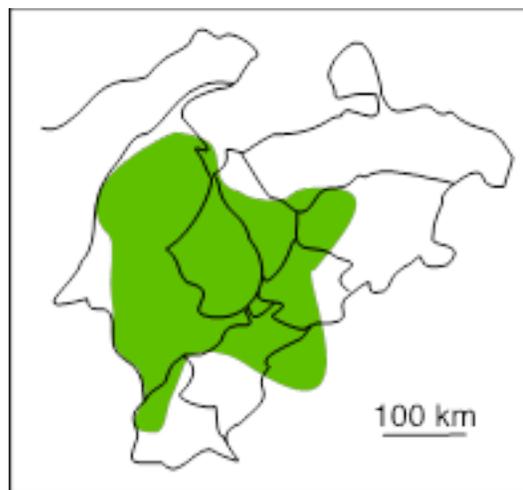


Figura 6: Ubicación y distribución geográfica de la Formación Colón (formación geológica de edad Cretácica en el Flanco Surandino, en Venezuela).

Para complementar la caracterización de las muestras se realizaron análisis por espectrofotometría de infrarrojo (FTIR-ATR) y difracción de rayos X. La Figura 7 presenta los espectros de FTIR de los Afloramientos. En estos espectros se pueden observar las bandas características para minerales siliciclásticos de arcilla que corresponden principalmente al enlace Si-O, con banda de absorción 1050 cm^{-1} correspondiente a tensión asimétrica, banda entre 800 y 780 cm^{-1} correspondiente a tensión simétrica. También se presenta la banda de absorción en $694,05\text{ cm}^{-1}$ que evidencia la presencia de silicato en forma cristalina (Cuarzo) [26].

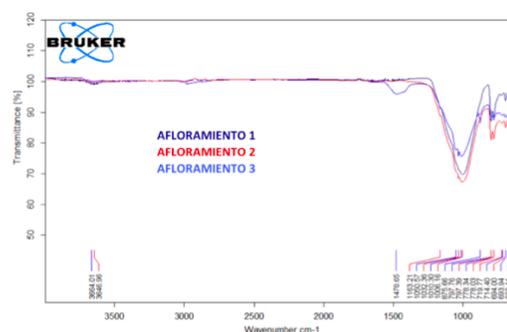


Figura 7: Espectro de infrarrojo de muestras de afloramiento de la Formación Colón.

La presencia de aluminosilicatos se evidencia por la banda de absorción en $3646,63\text{ cm}^{-1}$

asociada a la tensión en enlace OH–Al y la banda ancha en aproximadamente 1000 cm^{-1} correspondiente a la tensión de enlaces Si–O–Al.

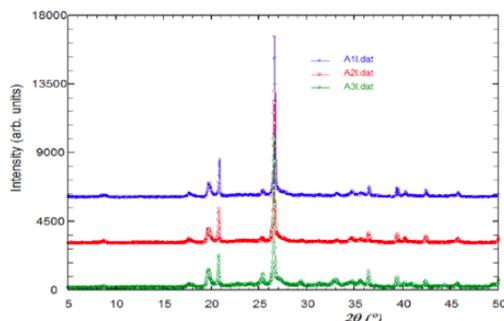


Figura 8: Espectro de difracción de rayos X de muestras de afloramiento de la Formación Colón.

Particularmente, en el Afloramiento 3 se observan dos bandas de absorción que evidencian la presencia de carbonato de calcio, una banda ancha de baja intensidad un valor máximo en 1478 cm^{-1} , que podría estar asociada a la tensión asimétrica y una banda intensa en 875 cm^{-1} asociada a flexión fuera del plano. Existe una banda débil en 714 cm^{-1} que podría asociarse a flexión dentro del plano, característica de formas cristalinas de carbonato de calcio [27, 28].

Correspondiendo con este análisis, el espectro de difracción de rayos X que se muestra en la Figura 8, evidencia señales características de especies cristalinas de los afloramientos, entre estas, la de mayor intensidad en $20,9$ y $26,65\ 2(\theta)$ correspondiente a cuarzo, $8,9$ y $19,8\ 2(\theta)$ que podrían sugerir la presencia de formas cristalinas de material arcilloso como la illita, y específicamente en el Afloramiento 3, una señal en $29,5\ 2(\theta)$ que evidencia la presencia de carbonato de calcio en su forma cristalina como calcita [29].

4.2. Ángulos de contacto

En la Tabla 2 se muestran los valores de los ángulos de contacto obtenidos para las muestras minerales de los 3 afloramientos, calcinadas a 800 °C , tratadas con la solución de surfactantes y posterior a la filtración de las aguas de producción petrolera.

En la Tabla 2 se puede observar que los ángulos de contacto varían según el tipo Afloramiento

Tabla 2: Ángulo de contacto para los afloramientos tratados

Afloramiento	Calcinación a 800 °C	Tratado con surfactantes. (antes filtración)	Con crudo adsorbido (luego de filtración)
1	$88,99^\circ$	$81,67^\circ$	$85,09^\circ$
2	$75,33^\circ$	$90,00^\circ$	$87,03^\circ$
3	$59,90^\circ$	$77,35^\circ$	$89,91^\circ$

y depende del tratamiento y procesamiento que haya recibido éste. Considerando la calcinación, se observa que el sustrato más hidrofílico es el afloramiento 3 con $59,90^\circ$ y el menos hidrofílico es el afloramiento 1 con $88,99^\circ$. El afloramiento 2 tendría una mojabilidad intermedia. En términos generales, el tratamiento superficial con los surfactantes produce un aumento del ángulo de contacto que se reconoce como una hidrofobación de la superficie. Aunque para el afloramiento 1 se observe una leve disminución del ángulo, se puede considerar que se mantiene en el intervalo de la mojabilidad intermedia.

El cambio de mojabilidad es promovido por la adsorción de los surfactantes sobre la superficie del mineral. Si consideramos que los sustratos en estudio son superficialmente heterogéneos, la presencia de diferentes especies cristalinas y probablemente no cristalinas determinan niveles de interacción con la fase acuosa, la mojabilidad del sustrato se califica como mixta. En este caso, la presencia de silicatos, aluminosilicatos e incluso carbonatos determinan una alta afinidad por la fase acuosa. Por otro lado, inicialmente el mecanismo de adsorción del surfactante iónico sobre el sustrato mineral es del tipo interacción electrostática, debido a la atracción entre las cargas positivas asociadas al surfactante catiónico y las cargas negativas asociadas al sustrato mineral, específicamente sobre silicatos y aluminosilicatos que desarrollan carga negativa a las condiciones fisicoquímicas de las aguas de producción [30, 31, 32]. Posteriormente, a medida que aumenta la adsorción de surfactante, el mecanismo cambia y se corresponde a la adsorción por asociación, controlado principalmente por la formación de

agregados micelares y adsorción de micelas sobre la superficie. Es en esta etapa donde se favorece la adsorción del surfactante no iónico y se genera la condición donde probablemente se alcance el mayor grado de hidrofobación [33, 34].

Los valores de ángulo de contacto alcanzados con crudo adsorbido se corresponden con sustratos más hidrofobados, debido obviamente a la adherencia de crudo sobre la arcilla tratada. Es importante señalar que el Afloramiento 3 presenta el mayor aumento del ángulo de contacto debido probablemente a la mayor afinidad que tiene el crudo el sustrato relacionado con la presencia de calcita en la muestra. Algunas referencias determinan que la mayor afinidad del mineral de calcita por hidrocarburos se debe fundamentalmente a la interacción de la carga positiva que desarrolla la superficie del carbonato de calcio y el carácter aniónico de fracciones del crudo que poseen grupos carboxílicos [35, 36, 37].

En la Tabla 3, se muestran las distribuciones de los tamaños de gotas (en μm) de las diferentes dispersiones de crudo, antes y después de las pruebas de filtración.

Tabla 3: Distribuciones de los tamaños de gotas de las aguas de producción sintéticas a la entrada y salida de las pruebas de filtración sobre los filtros coalescedores. (Diámetros en volumen)

Muestra de agua	Dv(0,1) (μm)	Dv(0,5) (μm)	Dv(0,9) (μm)	Span (μm)
Afloramiento 1 Entrada	0,662	6,808	32,906	4,736
Afloramiento 1 Salida	0,094	0,870	28,483	32,640
Afloramiento 2 Entrada	0,140	1,607	35,268	21,861
Afloramiento 2 Salida	0,109	7,579	82,333	10,849
Afloramiento 3 Entrada	0,117	1,268	28,438	22,336
Afloramiento 3 Salida	0,099	1,172	100,433	85,628

En la Tabla 3 se puede observar, que las dispersiones de crudo en agua a la entrada y a la salida del filtro coalescedor presentan cambios a nivel de la distribución de tamaño de partícula evidenciado por los cambios en los

parámetros estadísticos Dv(0,1), Dv(0,5), Dv(0,9) y Span. Para el Afloramiento 1, todos los valores de Dv(0,1), Dv(0,5), Dv(0,9) disminuyeron respecto de los valores presentados antes de la filtración lo que infiere que la coalescencia es ineficiente. El aumento del valor del Span se debe fundamentalmente al aumento en la diferencia entre el Dv(0,1) y Dv(0,9), sin que esto esté realmente asociado a un proceso de aglomeración de gotas. En el Afloramiento 2 los valores Dv(0,5) y Dv(0,9) aumentan, evidenciando coalescencia. El cambio mas importante lo tiene el Dv(0,9) desde 35,26 micrómetros hasta 82,33 micrómetros de diámetro de gota. El Span disminuye debido fundamentalmente al aumento en el Dv(0,5), sugiriendo un proceso de coalescencia incompleto. Si bien los mecanismos de coalescencia en filtros son muy complejos, ya que depende de las interacciones interfaciales entre las gotas y el sustrato, un aumento insuficiente del tamaño puede asociarse a la baja disponibilidad hacia sitios hidrofobados que promuevan la aglomeración de gotas de aceite [23, 38, 39]. El Afloramiento 3 presenta cambios despreciables en Dv(0,1) y Dv(0,5) y muy apreciable en el Dv(0,9) de 28,43 micrómetros hasta 100,43 lo que evidencia la coalescencia. El Span aumenta de 22,33 hasta 85,62 debido fundamentalmente al aumento del número de partículas de gran tamaño que se diferencia apreciablemente de las mas pequeñas que están por debajo de Dv(0,5). La mejora apreciable en la coalescencia de las gotas de crudo se produce en el afloramiento 3 que corresponde a un sustrato que favorece la mojabilidad por la fase oleosa debido a la presencia del carbonato de calcio [40, 41, 42]. Es probable que si existe mayor afinidad del sustrato por la fase oleica, se aumente la disponibilidad de sitios hidrofobados que permitan la adherencia de las gotas de crudo y el sucesivo aumento de la coalescencia por la cohesión entre las gotas [4].

5. Conclusiones

Las arcillas calcinadas y tratadas con la mezcla de surfactantes (catiónico y no iónico) pueden servir de relleno en filtros coalescedores.

Considerando que se mantuvieron en cada filtro las mismas condiciones hidrodinámicas de flujos, la coalescencia está determinada por las características superficiales del material de relleno. En este sentido, se concluye que el tratamiento superficial aplicado a las arcillas de un lecho empacado pueden contribuir en el proceso filtración, incrementando el tamaño de las gotas de crudo disperso en agua. La aglomeración y aumento del tamaño de las gotas de crudo disperso en el agua, puede ayudar en un posterior procedimiento de separación por flotación, por lo que actúa como un filtro coalescedor.

6. Agradecimientos

Los autores agradecen a la Prof^a. Asiloé Mora, del Laboratorio de Cristalografía de la Facultad de Ciencias de la Universidad de Los Andes, por su contribución en los análisis de los espectros de difracción de rayos X de las muestras de arcillas.

7. Referencias

- [1] A. Srinivasan and T. Viraraghavan, "Removal of oil by walnut shell media," *Bioresource Technology*, vol. 99, no. 17, p. 8217–8220, 2008.
- [2] R. K. Gupta, G. J. Dunderdale, M. W. England, and A. Hozumi, "Oil/water separation techniques: a review of recent progresses and future directions," *Journal of Material Chemistry*, vol. 5, pp. 16 025–16 058, 2017.
- [3] L. Rennola, F. Salazar, A. Cárdenas, J. Bullón, y L. González, "Filtración de emulsiones crudo/agua con membranas poliméricas: influencia de las interacciones interfaciales," *Revista Técnica de la Facultad de Ingeniería Universidad del Zulia*, vol. 30, pp. 410–418, 2007.
- [4] L. Hui-qing and B. Zhi-shan, "Investigation of O/W emulsion separation and redispersion using fibrous PTFE bed coalescer," *Separation Science and Technology*, vol. 54, no. 7, pp. 1221–1232, 2019.
- [5] J. Salager, *El mundo de los surfactantes. Módulo de enseñanza de fenómenos interfaciales*. Mérida, Venezuela: Laboratorio FIRP Universidad de los Andes, 1992.
- [6] A. Gadhav, S. Mehdizadeh, and G. Chase, "Effect of pore size and wettability of multilayered coalescing filters on water-in-ULSD coalescence," *Separation and Purification Technology*, vol. 221, no. 15, pp. 236–248, 08 2019.
- [7] Z. Lu, Z. Bai, H. Luo, Z. Hu, and F. Pang, "Effect and optimization of bed properties on water-in-oil emulsion separation," *Journal of Dispersion Science and Technology*, vol. 40, no. 3, pp. 415–424, 2018.
- [8] F. Chen, Z. Ji, and Q. Qi, "Effect of pore size and layers on filtration performance of coalescing filters with different wettabilities," *Separation and Purification Technology*, vol. 201, no. 7, pp. 71–78, 2018.
- [9] C. Chang, Z. Ji, and J. Liu, "The effect of a drainage layer on saturation and liquid distribution of oleophobic coalescence filters," *Separation and Purification Technology*, vol. 194, pp. 355–361, 2018.
- [10] L. Zhaojin, B. Zhishan, L. Huiqing, H. Ziqiang, and P. Fulong, "Effect and optimization of bed properties on water-in-oil emulsion separation," *Journal of Dispersion Science and Technology*, vol. 40, no. 3, pp. 415–424, 2019.
- [11] R. Wahi, A. Luqman Chuah, T. Choong, Z. Ngaini, and M. Nourouzi, "Oil removal from aqueous state by natural fibrous sorbent: An overview.," *Separation and Purification Technology*, vol. 13, pp. 51–63, 2013.
- [12] A. Pachathu, K. Ponnusamy, and S. K. V. Ramanan Srinivasan, "Packed bed column studies on the removal of emulsified oil from water using raw and modified bagasse and corn husk." *Journal of Molecular Liquids*, vol. 223, pp. 1256–1263, 2016.
- [13] H. Moazed and T. Viraraghavan, "Coalescence/Filtration of an oil-in-water emulsion in a granular organo-clay/anthracite mixture bed," *Water, Air, and Soil Pollution*, vol. 138, pp. 253–270, 2002.
- [14] J. Li and Y. Gu, "Coalescence of oil-in-water emulsions in fibrous and granular beds," *Separation and Purification Technology*, vol. 42, pp. 1–13, 2005.
- [15] A. Cambiella, E. Ortea, and J. M. Benit, "Treatment of oil-in-water emulsions: performance of a sawdust bed filter." *Journal of Hazardous Materials*, vol. 131, no. (1-3), pp. 195–199, 2005.
- [16] Y. Zhou, L. Chen, X. Hu, and J. Lu, "Modified Resin Coalescer for Oil-in-Water Emulsion Treatment: Effect of Operating Conditions on Oil Removal Performance," *Industrial Engineering Chemistry Research*, vol. 48, no. 3, pp. 1660–1664, 2009.
- [17] L. Hao, Q. Yang, X. Xu, and H.-L. Wang, "Effect of the Mixed Oleophilic Fibrous Coalescer Geometry and the Operating Conditions on Oily Wastewater Separation," *Chemical Engineering Technology*, vol. 39, no. 2, pp. 255–262, 2016.
- [18] D. Hu, L. Li, Y. Li, and C. Yang, "Fibrous Coalescer for the Treatment of Hydrometallurgical Oil Dispersions," *Industrial & Engineering Chemistry Research*, vol. 55, no. 44, pp. 11 809–11 817, 2016.
- [19] C. Chang, Z. Ji, and J. Liu, "The effect of a drainage layer on the saturation of coalescing filters in the filtration process.," *Chemical Engineering Science*, vol. 160, pp. 354–361, 2017.
- [20] R. Sokolović, T. Vulic, and S. Sokolovic, "Effect of bed length on steady-state coalescence of oil-in-water emulsion," *Separation and Purification Technology*,

- vol. 56, pp. 79–84, 2007.
- [21] N. Chawaloesphonsiya and P. Painmanakul, “Study of cutting-oil emulsion separation by coalescer process in terms of medium characteristics and bed packing,” *Separation Science and Technology*, vol. 49, pp. 2960–2967, 2014.
- [22] W. Gu, S. Yan, and Z. Bai, “A Study on a droplet impact on a fiber during coalescence separation: phenomena and models,” *Chemical Engineering Science*, vol. 212, 2019.
- [23] S. Maiti, I. Mishra, S. Bhattacharya, and J. Joshi, “Removal of oil from oil-in-water emulsion using a packed bed of commercial resin,” *Colloids and Surfaces A: Physicochem and Engineering aspects*, vol. 389, pp. 291–298, 2011.
- [24] A. Sielborld, A. Walliser, M. Nardim, M. Oppliger, and J. Schultz, “Capillary rise for thermodynamic characterization of solid particle surface,” *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 186, no. 1, pp. 60–70, 1997.
- [25] A. Alghunaim, S. Kirdponpattara, and B. Z. Newby, “Techniques for determining contact angle and wettability of powders,” *Powder Technology*, vol. 287, pp. 201–215, 2016.
- [26] C. Muller, B. Pejčić, L. Esteban, C. Píanel, M. Raven, and M. Mizaikoff, “Infrared Attenuated Total Reflectance Spectroscopy: An Innovative Strategy for Analyzing Mineral Components in Energy Relevant Systems,” *Scientific Reports*, vol. 4, pp. 1–11, 2014.
- [27] F. Bosch, J. Gimeno, and M. Moya, “FTIR Quantitative Analysis of Calcium Carbonate (Calcite) and Silica (Quartz) Mixtures Using the Constant Ratio Method. Application to Geological Samples,” *Talanta*, vol. 58, no. 4, pp. 811–821, 2002.
- [28] B. Saikia, G. Parthasarathy, and S. N.C., “Fourier transform infrared spectroscopic estimation of crystallinity in SiO₂ based rocks,” *Bulletin of Materials Science*, vol. 31, no. 5, pp. 775–779, 2008.
- [29] S. Al-Jaroudi, A. Ul-Hamid, A. Mohammed, and S. Saner, “Use of X-ray powder diffraction for quantitative analysis of carbonate rock reservoir samples,” *Powder Technology*, vol. 175, no. 3, pp. 115–121, 2007.
- [30] P. Somasundaran and L. Huang, “Adsorption/aggregation of surfactants and their mixtures at solid-liquid interfaces,” *Advances in Colloid and Interface Science*, vol. 88, no. (1-2), pp. 179–208, 2000.
- [31] R. Atkin, V. Craig, E. Wanless, and S. Biggs, “Mechanism of Cationic Surfactant Adsorption at the Solid–Aqueous Interface,” *Advances in Colloid and Interface Science*, vol. 103, no. 3, p. 219–304, 2003.
- [32] S. Paria and K. Khilar, “A review on experimental studies of surfactant adsorption at the hydrophilic solid-water interface,” *Advances in Colloid and Interface Science*, vol. 110, no. 3, p. 75–95, 2004.
- [33] M. Thomas, J. Clouse, and J. Longo, “Adsorption of organic compounds on carbonate minerals: 1. Model compounds and their influence on mineral wettability,” *Chemical Geology*, vol. 109, no. (1-4), pp. 201–213, 1993.
- [34] B.-F. Hou, Y.-F. Wang, and Y. Huang, “Mechanistic study of wettability alteration of oil-wet sandstone surface using different surfactants,” *Applied Surface Science*, vol. 330, pp. 56–64, 2015.
- [35] D. Thompson and P. Pownall, “Surface electrical properties of calcite,” *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 131, no. 1, pp. 74–82, 1989.
- [36] P. Sumasundaran and G. Agar, “The zero point of charge of calcite,” *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 24, no. 4, pp. 433–440, 1967.
- [37] P. Moulin and H. Roques, “Zeta potential measurement of calcium carbonate,” *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 261, no. 1, pp. 115–126, 2003.
- [38] G. Alther, “How to remove emulsified oil from wastewater with organoclays,” *Water Engineering and Management*, vol. 148, pp. 27–29, 2001.
- [39] R. Sećerov, S. Sokolović, and S. S., “Oily water treatment using a new steady-state fiber-bed coalescer,” *Journal of Hazardous Materials*, vol. 162, no. 1, pp. 410–415, 2009.
- [40] J. Buckley and Y. Liu, “Some mechanisms of crude oil/brine/solid interactions,” *Journal of Petroleum Science and Engineering*, vol. 20, no. (3-4), pp. 155–160, 1998.
- [41] D. Zhang, S. Liu, M. Puerto, C. Miller, and G. Hirasaki, “Wettability alteration and spontaneous imbibition in oil-wet carbonate formations,” *Journal of Petroleum Science and Engineering*, vol. 52, no. 1, pp. 213–226, 2006.
- [42] M. Morrow, “Wettability and Its Effect on Oil Recovery,” *Journal of Petroleum Technology*, vol. 42, no. 12, pp. 1476–1484, 1990.