

**MANUAL DE PROCEDIMIENTOS PARA LA CARACTERIZACIÓN DE
CRUDOS, LODOS Y AGUAS DEL LABORATORIO ENERGY LTDA.**

**LUISA MARCELA CASTAÑO DÍAZ
RODRIGO ANDRES OTALORA SALAZAR**

**UNIVERSIDAD SURCOLOMBIANA
FACULTAD DE INGENIERÍA
Programa de Petróleos
Neiva
2009**

**MANUAL DE PROCEDIMIENTOS PARA LA CARACTERIZACIÓN DE
CRUDOS, LODOS Y AGUAS DEL LABORATORIO ENERGY LTDA.**

**LUISA MARCELA CASTAÑO DÍAZ
RODRIGO ANDRES OTALORA SALAZAR**

**Proyecto presentado como requerimiento para obtener el título de
Ingeniero de Petróleos**

**Director:
Ingeniero ERVIN ARANDA ARANDA
Docente Facultad de Ingeniería**

**UNIVERSIDAD SURCOLOMBIANA
FACULTAD DE INGENIERÍA
Programa de Petróleos
Neiva
2009**

Nota de aceptación:

Presidente del jurado

Jurado

Jurado

Neiva, 19 de noviembre de 2009

DEDICATORIA

Dedico especialmente este proyecto a mi Tío FERNANDO DÍAZ, el cual creyó en que esto sería posible y me brindo todo su apoyo; a FERNANDO TOVAR, quien es mi compañía, guía y dilección; a Dios y a mi familia.

MARCELA

Dedico este proyecto y toda mi carrera universitaria a Dios por ser quien ha estado a mi lado en todo momento dándome las fuerzas necesarias para continuar luchando día tras día y seguir adelante rompiendo todas las barreras que se me presenten. A mi tía CONSTANZA que creyó en mi en todo momento y me brindo todo su apoyo desde el comienzo hasta el final de mi carrera. A mi abuela BLANCA. A mis padres RODRIGO Y DEYANID y a toda mi familia por brindarme su apoyo incondicional.

RODRIGO

AGRADECIMIENTOS

Los autores expresan sus agradecimientos a las siguientes personas que colaboraron durante todo el proceso de realización de este trabajo:

Señor Ervin Aranda Aranda, Ingeniero de Petróleos, nuestro asesor; por su apoyo, colaboración y dedicación durante el desarrollo de este proyecto.

Señor Diego Javier Bermeo Medina, Ingeniero de Petróleos, por instigar la realización de este proyecto.

Señor Miguel Medina Durán, Gerente de la empresa Inversiones ENERGY Ltda. por toda su colaboración durante la realización de este proyecto.

Señor Ricardo Suárez Vera, Ingeniero Ambiental, laboratorista de la empresa ENERGY Ltda. por la asesoría brindada.

CONTENIDO

INTRODUCCION.....	16
1. GENERALIDADES.....	17
1.1. NORMAS GENERALES PARA LA SEGURIDAD.....	23
1.2. MANEJO AMBIENTAL PARA LOS RESIDUOS.....	26
2. <u>LABORATORIO DE CRUDOS</u>.....	29
2.1. GRAVEDAD API (METODO DEL HIDRÓMETRO)	29
2.1.1. OBJETIVOS.....	29
2.1.2. MATERIALES.....	29
2.1.3. DESCRIPCION DEL EQUIPO.....	29
• HIDROMETRO.....	29
• TERMOMETRO.....	30
2.1.4. PROCEDIMIENTO.....	31
2.2. GRAVEDAD API (METODO DEL PICNÓMETRO).	32
2.2.1. OBJETIVOS.....	32
2.2.2. MATERIALES.....	33
2.2.3. DESCRIPCION DEL EQUIPO.....	33
• PICNOMETRO.....	33
• BALANZA ELECTRONICA DE PRECISION.....	34
2.2.4. PROCEDIMIENTO.....	35
2.3. CONTENIDO DE AGUA POR DESTILACIÓN	37
2.3.1. OBJETIVOS.....	37
2.3.2. MATERIALES.....	37
2.3.3. DESCRIPCION DEL EQUIPO.....	37
• EQUIPO Dean & Stark.....	37
2.3.4. PROCEDIMIENTO.....	38
2.4. AGUA Y SEDIMENTO - BSW POR CENTRIFUGA	39
2.4.1. OBJETIVOS.....	39
2.4.2. MATERIALES.....	39
2.4.3. DESCRIPCION DEL EQUIPO.....	40
• CENTRIFUGA.....	40
2.4.4. PROCEDIMIENTO.....	40
2.5. PRUEBA DE BOTELLAS POR CENTRIFUGA	42
2.5.1. OBJETIVOS.....	42
2.5.2. MATERIALES.....	42
2.5.3. DESCRIPCION DEL EQUIPO.....	43
• BAÑO DE MARIA.....	43
2.5.4. PROCEDIMIENTO.....	44

2.5.4.1.	PRUEBA DE RELACION.....	44
2.5.4.2.	PRUEBA DE ELIMINACION.....	45
2.5.4.3.	PRUEBA DE CONFIRMACION.....	47
3.	<u>LABORATORIO DE LODOS</u>	49
3.1.	DENSIDAD DEL LODO	49
3.1.1.	OBJETIVOS.....	49
3.1.2.	MATERIALES.....	49
3.1.3.	DESCRIPCION DEL EQUIPO.....	49
	• BALANZA DE LODO.....	49
3.1.4.	PROCEDIMIENTO.....	50
3.2.	VISCOSIDAD DE EMBUDO DE MARSH	51
3.2.1.	OBJETIVOS.....	51
3.2.2.	MATERIALES.....	51
3.2.3.	DESCRIPCION DEL EQUIPO.....	52
	• EMBUDO DE MARSH.....	52
3.2.4.	PROCEDIMIENTO.....	53
3.3.	VISCOSIDAD APARENTE, VISCOSIDAD PLASTICA Y PUNTO DE CEDENCIA	54
3.3.1.	OBJETIVOS.....	54
3.3.2.	MATERIALES.....	54
3.3.3.	DESCRIPCION DEL EQUIPO.....	54
	• VISCOSIMETRO.....	54
	a. Viscosímetro de Fann.....	55
	b. Viscosímetro portátil.....	55
3.3.4.	PROCEDIMIENTO.....	56
3.4.	CONTENIDO DE ARENA	58
3.4.1.	OBJETIVOS.....	58
3.4.1.	MATERIALES.....	58
3.4.2.	DESCRIPCION DEL EQUIPO.....	58
3.4.3.	PROCEDIMIENTO.....	59
3.5.	CONTENIDO DE ACEITE, AGUA Y SÓLIDOS	60
3.5.1.	OBJETIVOS.....	60
3.5.2.	MATERIALES.....	60
3.5.3.	DESCRIPCION DEL EQUIPO.....	60
	• RETORTA.....	60
3.5.4.	PROCEDIMIENTO.....	61
3.6.	POTENCIAL DE HIDROGENO	66
3.6.1.	OBJETIVOS.....	66
3.6.2.	MATERIALES.....	66
3.6.3.	DESCRIPCION DEL EQUIPO.....	67
	• PEACHIMETRO.....	67
3.6.4.	PROCEDIMIENTO.....	68

4.	LABORATORIO DE AGUAS	69
4.1.	CONCENTRACIÓN DE HIDRÓGENOS (PH) POR MÉTODO ELECTROMÉTRICO (PH METRO)	69
4.1.1.	OBJETIVOS.....	69
4.1.2.	MATERIALES.....	69
4.1.3.	DESCRIPCION DEL EQUIPO.....	69
	• PEACHIMETRO.....	69
4.1.4.	PROCEDIMIENTO.....	70
4.2.	ALCALINIDAD POR TITULACIÓN ÁCIDO SULFÚRICO	71
4.2.1.	OBJETIVOS.....	71
4.2.2.	MATERIALES.....	71
4.2.3.	DESCRIPCION DEL EQUIPO.....	72
4.2.4.	PROCEDIMIENTO.....	74
4.3.	DETERMINACIÓN DE CLORUROS POR EL MÉTODO DE MOHR	74
4.3.1.	OBJETIVOS.....	74
4.3.2.	MATERIALES.....	75
4.3.3.	DESCRIPCION DEL EQUIPO.....	75
4.3.4.	PROCEDIMIENTO.....	77
4.4	DETERMINACIÓN DE DUREZA (MÉTODO TITULOMÉTRICO DE EDTA)	77
4.4.1.	OBJETIVOS.....	77
4.4.2.	MATERIALES.....	77
4.4.3.	DESCRIPCION DEL EQUIPO.....	78
4.4.4.	PROCEDIMIENTO.....	78
4.5.	CONTENIDO DE CA, MÉTODO TITULOMÉTRICO DE EDTA	80
4.5.1.	OBJETIVOS.....	80
4.5.2.	MATERIALES.....	80
4.5.3.	DESCRIPCION DEL EQUIPO.....	81
4.5.4.	PROCEDIMIENTO.....	81
4.6.	CONTENIDO DE H₂S, MÉTODO YODIMÉTRICO	83
4.6.1.	OBJETIVOS.....	83
4.6.2.	MATERIALES.....	83
4.6.3.	DESCRIPCION DEL EQUIPO.....	84
4.6.4.	PROCEDIMIENTO.....	84
4.7.	CONTENIDO DE CO₂, TITULACIÓN CARBONATO DE SODIO	86
4.7.1.	OBJETIVOS.....	86
4.7.2.	MATERIALES.....	86
4.7.3.	DESCRIPCION DEL EQUIPO.....	86
4.7.4.	PROCEDIMIENTO.....	87
4.8.	CONTENIDO DE OD, MÉTODO DE WINKLER	88
4.8.1.	OBJETIVOS.....	88
4.8.2.	MATERIALES.....	88
4.8.3.	DESCRIPCION DEL EQUIPO.....	89
4.8.4.	PROCEDIMIENTO.....	89
4.9.	CONTENIDO DE Fe POR MEDIO DEL ESPECTROFOTÓMETRO	92

4.9.1.	OBJETIVOS.....	92
4.9.2.	MATERIALES.....	92
4.9.3.	DESCRIPCION DEL EQUIPO.....	93
4.9.4.	PROCEDIMIENTO.....	94
4.10.	COAGULACIÓN, FLOCULACIÓN Y DECANTACIÓN.....	96
4.10.1.	OBJETIVOS.....	96
4.10.2.	MATERIALES.....	96
4.10.3.	DESCRIPCION DEL EQUIPO.....	96
	• EQUIPO DE JARRAS.....	96
4.10.4.	PROCEDIMIENTO.....	97
5.	METODOLOGIA.....	100
6.	RESULTADOS.....	102
7.	CONCLUSIONES.....	103
8.	RECOMENDACIONES.....	104
	BIBLIOGRAFIA.....	106
	ANEXOS.....	108

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1. Reglamento uso laboratorio 1
- Figura 2. Reglamento uso laboratorio 2
- Figura 3. Sistema de identificación de riesgos de la NFPA
- Figura 4. Segregación de material sólido
- Figura 5. CUADRATAINER, EUROTAINER, RONDOTAINER
- Figura 6. Hidrómetro API
- Figura 7. Muestra de crudo en la probeta
- Figura 8. Picnómetro
- Figura 9. Balanza electrónica de precisión
- Figura 10. Muestra en Beaker
- Figura 11. Balanza electrónica de precisión display 0.000 g
- Figura 12. EQUIPO Dean & Stark
- Figura 13. Equipo de destilación
- Figura 14. Centrifuga
- Figura 15. Tubos graduados de 100 ml
- Figura 16. Volumen de agua en tubos graduados
- Figura 17. Baño de maría
- Figura 18. Botellas con emulsión
- Figura 19. Aspecto de la emulsión
- Figura 20. Botellas con emulsión luego de dispersión del desemulsificante
- Figura 21. Agua separada en tubos graduados
- Figura 22. Botellas con emulsión luego de dispersión del desemulsificante

Figura 23. Botellas en el baño de maría

Figura 24. Balanza de Iodo

Figura 25. Embudo de Marsh

Figura 26. Viscosímetro de FANN y Reómetro

Figura 27. Reómetro

Figura 28. Retorta

Figura 29. Peachimetro

Figura 30. Adición de Fenolftaleína a una muestra

Figura 31. Titulación con Acido Sulfúrico

Figura 32. Agua destilada

Figura 33. Titulación con Nitrato de Plata

Figura 34. Muestra en erlenmeyer

Figura 35. Titulación con EDTA

Figura 36. Pipeta y erlenmeyer

Figura 37. Polvo indicador de dureza de calcio

Figura 38. Probeta con muestra

Figura 39. Titulación con solución de Sodio Tiosulfato

Figura 40. Adición de fenolftaleína

Figura 41. Titulación con solución de Carbonato de Sodio

Figura 42. Botella con oxígeno disuelto.

Figura 43. Coloración que indica presencia de oxígeno

Figura 44. Titulación con Sodio Tiosulfato

Figura 45. Espectrofotómetro

Figura 46. Equipo de jarras

Figura 47. Prueba de jarras

LISTA DE ANEXOS

ANEXO A. Diagramas de flujo

- GRAVEDAD API (METODO DEL HIDRÓMETRO.)
- GRAVEDAD API (METODO DEL PICNÓMETRO).
- CONTENIDO DE AGUA POR DESTILACIÓN
- AGUA Y SEDIMENTO - BSW POR CENTRIFUGA.
- PRUEBA DE BOTELLAS POR CENTRIFUGA.
PRUEBA DE RELACION.
PRUEBA DE ELIMINACION.
PRUEBA DE CONFIRMACION.
- DENSIDAD DEL LODO VISCOSIDAD DE EMBUDO DE MARSH.
- VISCOSIDAD APARENTE, VISCOSIDAD PLASTICA Y PUNTO DE CEDENCIA.
- CONTENIDO DE ARENA.
- CONTENIDO DE ACEITE, AGUA Y SÓLIDOS.
- POTENCIAL DE HIDROGENO.
- CONCENTRACIÓN DE HIDRÓGENOS (PH) POR MÉTODO ELECTROMÉTRICO (PH METRO).
- ALCALINIDAD POR TITULACIÓN ÁCIDO SULFÚRICO.
- DETERMINACIÓN DE CLORUROS POR EL MÉTODO DE MOHR.
- DETERMINACIÓN DE DUREZA (MÉTODO TITULOMÉTRICO DE EDTA).
- CONTENIDO DE CA, MÉTODO TITULOMÉTRICO DE EDTA.
- CONTENIDO DE H₂S, MÉTODO YODIMÉTRICO.
- CONTENIDO DE CO₂, TITULACIÓN CARBONATO DE SODIO.
- CONTENIDO DE OD, MÉTODO DE WINKLER.
- CONTENIDO DE Fe POR MEDIO DEL ESPECTROFOTÓMETRO.
- COAGULACIÓN, FLOCULACIÓN Y DECANTACIÓN.

ANEXO B. Formatos para toma y reporte de datos

- GRAVEDAD API (METODO DEL HIDRÓMETRO.)
- GRAVEDAD API (METODO DEL PICNÓMETRO).
- CONTENIDO DE AGUA POR DESTILACIÓN AGUA Y SEDIMENTO - BSW POR CENTRIFUGA.
- PRUEBA DE BOTELLAS POR CENTRIFUGA.
PRUEBA DE RELACION.
PRUEBA DE ELIMINACION.

PRUEBA DE CONFIRMACION.

- DENSIDAD DEL LODO VISCOSIDAD DE EMBUDO DE MARSH.
- VISCOSIDAD APARENTE, VISCOSIDAD PLASTICA Y PUNTO DE CEDENCIA.
- CONTENIDO DE ARENA.
- CONTENIDO DE ACEITE, AGUA Y SÓLIDOS.
- POTENCIAL DE HIDROGENO.
- CONCENTRACIÓN DE HIDRÓGENOS (PH) POR MÉTODO ELECTROMÉTRICO (PH METRO).
- ALCALINIDAD POR TITULACIÓN ÁCIDO SULFÚRICO.
- DETERMINACIÓN DE CLORUROS POR EL MÉTODO DE MOHR.
- DETERMINACIÓN DE DUREZA (MÉTODO TITULOMÉTRICO DE EDTA).
- CONTENIDO DE CA, MÉTODO TITULOMÉTRICO DE EDTA.
- CONTENIDO DE H₂S, MÉTODO YODIMÉTRICO.
- CONTENIDO DE CO₂, TITULACIÓN CARBONATO DE SODIO.
- CONTENIDO DE OD, MÉTODO DE WINKLER.
- CONTENIDO DE Fe POR MEDIO DEL ESPECTROFOTÓMETRO.
- COAGULACIÓN, FLOCULACIÓN Y DECANTACIÓN.

ANEXO C. NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC-ISO/IEC 17025 (Primera actualización).

MÉTODOS DE ENSAYO Y DE CALIBRACIÓN Y VALIDACIÓN DE LOS MÉTODOS, TRAZABILIDAD DE LAS MEDICIONES Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE LOS RESULTADOS DE ENSAYO Y DE CALIBRACIÓN.

ANEXO D. CD Manual de procedimientos para la caracterización de crudos, lodos y aguas del laboratorio ENERGY Ltda.

RESUMEN

Este manual de procedimientos para la caracterización de crudos, lodos y aguas permite al profesional o personal interesado visualizar y realizar de forma clara y sencilla los diferentes procesos llevados a cabo en el laboratorio por medio de una guía, la cual involucra fotografías y diagramas de los procedimientos que ayudaran a realizar de forma rápida y practica dichos procesos.

INVERSIONES ENERGY LTDA se encuentra localizada en la ciudad de Cúcuta y presta servicios relacionados en la caracterización de crudos, lodos y aguas, a empresas como PETROSANTANDER, INTEROIL entre otras; por esta razón se decidió realizar este manual de procedimientos el cual esta disponible tanto en medio físico como virtual y permite la fácil y correcta caracterización de crudos, lodos y aguas; con el fin de optimizar los procedimientos realizados, teniendo claro que el proceso desarrollado es de vital importancia para garantizar resultados confiables en las pruebas realizadas.

INTRODUCCION

Debido a la importancia en la caracterización de crudos, lodos y aguas, cada día se debe avanzar más en sus conocimientos y así poder trabajar en condiciones optimas que reduzcan los riesgos de las operaciones en los laboratorios para garantizar resultados confiables en las pruebas realizadas.

De ahí surge la idea y el propósito de elaborar un manual de procedimientos practico para la caracterización de los laboratorios de crudos, lodos y aguas actualizados que proporcione los métodos e instrumentos mas avanzados para el estudio y conocimientos de estas importantes ramas de la ingeniería de petróleos.

El propósito básico de este manual de procedimientos práctico es enseñar como desarrollar correctamente las pruebas estándar para la caracterización de crudos, lodos y aguas.

Con este estudio se quiere dar inicio a estudios posteriores encaminados a aportar una guía actualizada a la industria del petróleo, a los estudiantes y profesionales para dotar de un instrumento eficaz, moderno y de consulta.

1. GENERALIDADES

La empresa **INVERSIONES ENERGY LTDA** fue creada y registrada en la cámara de comercio de Cúcuta, adquiriendo, entre otras, como objeto social la importación, exportación, comercialización, compra y venta de servicios para la industria petrolera.

Localizada en la ciudad de Cúcuta esta empresa cuenta con infraestructura, equipos modernos y metodologías actualizadas; lo cual permite prestar una amplia gama de servicios relacionados en la caracterización de crudos, lodos y aguas, a compañías como PETROSANTANDER, INTEROIL, entre otras. Debido a esto, es de vital importancia para la empresa brindar un correcto desarrollo de los procedimientos cumpliendo normas específicas de calidad de acuerdo a los reglamentos y las especificaciones técnicas de la ASTM y API, las cuales presentan parámetros para el desarrollo de las pruebas, así como la NTC ISO IEC 17025, que está comprometida con el sistema de gestión de calidad; que hace cumplir con los requisitos de calidad exigidos, ya que es necesario garantizar resultados analíticos confiables, oportunos e imparciales en las pruebas realizadas y obtener la certificación de calidad.

En la actualidad **INVERSIONES ENERGY LTDA** no cuenta con un manual de procedimientos en su laboratorio, el cual permita avalar el desarrollo de sus diferentes procesos de forma clara y sencilla. Por tal razón, se decidió implementar un manual de procedimientos que facilite a los profesionales y demás personal interesado en su aplicación una guía que involucra fotografías y diagramas de los procedimientos llevados a cabo en el laboratorio el cual se encuentra disponible tanto en medio físico como virtual, permitiendo una visualización y realización clara y sencilla.

La empresa cuenta con el laboratorio de crudos, lodos y aguas, en el cual se desarrollarán las pruebas de la siguiente manera:

LABORATORIO DE CRUDOS:

El laboratorio de crudos trabaja en busca de caracterizar y brindar información relacionada con la calidad de éste y parámetros adecuados para su deshidratación.

En este laboratorio se realizan las siguientes pruebas:

Determinación de Gravedad API del Petróleo Crudo (Método del Hidrómetro). ASTM D287

El principio del hidrómetro es el de Arquímedes, el cual establece "todo cuerpo sumergido total o parcialmente en un líquido, recibe un empuje de abajo hacia arriba, igual al peso del líquido que desaloja". Esto significa que cualquier cuerpo se hundirá más en un líquido de menor densidad y desalojara más líquido.

Determinación de Gravedad API del Petróleo Crudo (Método del Picnómetro). ASTM D369

Este método se basa en el principio del volumen constante y variación de la temperatura, la cual disminuye la masa y por ende la densidad que es obtenida a través de este proceso. Este consiste en tomar una sustancia determinada y someterla a diferentes temperaturas, y mantener un volumen constante empleando distintas masas, esto tiene su base en la Ley de los Volúmenes Constantes.

Determinación de Agua en Crudo por Destilación. ASTM D4006

La palabra destilación se aplica a los procesos de vaporización en los que el vapor producido se recupera, por condensación. De tal manera, que los componentes de una mezcla líquida pueden ser separados por vaporización parcial de la mezcla y la recuperación separada del vapor y el residuo. Los componentes más volátiles de la mezcla se obtienen en mayor concentración en el vapor, y los menos volátiles en el residuo del líquido. El método consiste en calentar el material bajo reflujo con un solvente inmiscible en agua el cual co-destila con el agua presente en la muestra. El solvente condensado y el agua son separados continuamente en una trampa donde el agua se queda y el solvente retorna al sistema; con el propósito de seguir diluyendo el flujo para poder separar el agua de este.

Determinación de Agua y Sedimentos en Crudos por el Método de la Centrífuga. ASTM D4007

Centrifugación: Este se basa en someter una muestra a un movimiento rotativo, que induce a la separación de los componentes en virtud de las distintas masas, inducido por la fuerza centrífuga.

Cuando se obliga una masa a desviarse de la trayectoria rectilínea que tiende a seguir, mediante una fuerza centrípeta, es decir, en dirección al centro de la curvatura de su trayectoria; se genera una reacción igual y contraria, que se conoce como fuerza centrífuga, lo cual permite que el agua y sedimentos presentes en la muestra se depositen en el fondo del tubo de centrifugación.

Prueba de botellas (Por centrifuga). ASTM D4007

Permite determinar el tratamiento adecuado para deshidratar el crudo emulsionado por medio de calentamiento y centrifugación. Las emulsiones son dispersiones de líquidos, normalmente formado de micro esferas, en otro no miscible (dispersante).

Calentamiento: Al aumentar la temperatura el índice de consistencia y la viscosidad aparente disminuyen.

Centrifugación: Este se basa en someter una muestra a un movimiento rotativo, que induce a la separación de los componentes en virtud de las distintas masas, inducido por la fuerza centrífuga.

Cuando se obliga una masa a desviarse de la trayectoria rectilínea que tiende a seguir, mediante una fuerza centrípeta, es decir, en dirección al centro de la curvatura de su trayectoria; se genera una reacción igual y contraria, que se conoce como fuerza centrífuga, lo cual permite que el agua y sedimentos presentes en la muestra se depositen en el fondo del tubo de centrifugación.

LABORATORIO DE LODOS:

El laboratorio de lodos ofrece caracterización de los fluidos de perforación garantizando un apropiado desempeño de estos, teniendo en cuenta que los lodos deben extraer el detritus o ripio de la perforación, refrigerar la herramienta de corte, sostener las paredes de la perforación, estabilizar la columna o sarta de perforación y lubricar el rozamiento de ésta con el terreno.

En este laboratorio se realizan las siguientes pruebas:

Densidad del lodo. API RP 13 B-1

Define la capacidad del lodo de ejercer una contrapresión en las paredes de la perforación, controlando de este modo las presiones litostática e hidrostática existentes en las formaciones perforadas.

Viscosidad de embudo de Marsh. API RP 13 B-1

Es la resistencia interna de un fluido a circular. Define la capacidad del lodo de lograr una buena limpieza del detritus de perforación, de mantener en suspensión y desalojar; y de facilitar su decantación en los tamices vibrantes.

La viscosidad del lodo se determina a pie de sondeo mediante el denominado "embudo Marsh", y según normas API, expresándose por el tiempo (en segundos) que tarda en salir por un orificio calibrado un determinado volumen de lodo.

Viscosidad aparente, viscosidad plástica y punto de cedencia. API RP 13 B-1

Su objetivo consiste en la determinación de las propiedades de flujo del lodo.

La Viscosidad aparente (V_a) es una medida del esfuerzo de corte y una función de la cantidad de sólidos que componen el fluido de perforación, la Viscosidad plástica (VP) es un componente de la viscosidad aparente resultante del roce mecánico de las diferentes partículas que componen el lodo; se realizara para medir la concentración, tamaño y forma de los sólidos en los lodos y el Punto de cedencia (YP) es la Segunda componente de la viscosidad aparente, es una medida de las fuerzas de atracción electroquímicas en condiciones de flujo. Ellas son funciones del medio ambiente eléctrico, de la concentración y/o de las cargas superficiales de las partículas.

Contenido de arena. API RP 13 B-1

Un lodo de perforación en buenas condiciones debe presentar un contenido en fracciones arenosas prácticamente nulo (inferior al 2-3%). Si para su fabricación se usan productos de calidad, debe estar exento de arena. Sin embargo, a lo largo de la perforación y especialmente en acuíferos detríticos, es inevitable que a medida que avance la perforación, el lodo se va a ir cargando en arena, empeorando sus condiciones. Se ha comprobado que con contenidos de arena superiores al 15%, los lodos sufren un incremento "ficticio" de la densidad, repercutiendo en la viscosidad. Además, el contenido en arena resulta especialmente nocivo para las bombas de inyección al desgastarlas prematuramente.

Contenido de aceite, agua y sólidos. API RP 13 B-1

Parte del lodo, que impulsado por la bomba circula por el espacio anular comprendido entre la pared del varillaje y la de la perforación, se filtra a través de ésta, depositando en la misma partículas coloidales que forman una costra (*cake*). Esta costra proporciona una cierta cohesión a las formaciones en contacto con la perforación ayudando a sostener sus paredes al mismo tiempo que las impermeabiliza, dificultando el paso del lodo hacia los acuíferos. Es por ello que un buen lodo debe permitir la formación de esta costra.

Potencial de hidrogeno. API RP 13 B-1

Las condiciones de equilibrio químico de un lodo marcan la estabilidad de sus características. Una variación sustancial del pH debida por ejemplo a la perforación de formaciones evaporíticas, salinas, calcáreas u horizontes acuíferos cargados de sales, puede provocar la floculación del lodo, produciéndose posteriormente la sedimentación de las partículas unidas.

LABORATORIO DE AGUAS:

El laboratorio de aguas realiza caracterizaciones que permitan determinar sales minerales, combinaciones orgánicas, gases disueltos, entre otros presentes en el agua de formación; debido a que el alto contenido de sales y la disminución de temperatura y presión al subir desde grandes profundidades ocasionan problemas difíciles de incrustación y de control de corrosión.

El agua que ocupa los espacios entre los sedimentos, se les denomina agua connata, agua congénita o salmuera de campos petrolíferos. Tal agua encerrada llamada comúnmente agua de formación, se encuentra generalmente con el petróleo en muchos yacimientos productivos. Es importante realizar un estudio a esta agua ya que difiere de la composición del agua actual del mar, pues durante los largos periodos del tiempo geológico que ha estado en las rocas, ha disuelto materiales minerales adicionales, ha dejado algunas en las rocas, o ha sido diluido.

En este laboratorio se realizan las siguientes pruebas:

Concentración de hidrógenos (pH) por método Electrométrico (pH metro). API RP45

Es la medida de la relativa acidez o alcalinidad en el agua. Tiene mucha influencia en la intendencia incrustante o corrosiva en el agua.

Alcalinidad por titulación ácido sulfúrico. API RP45

Es la medida de los constituyentes básicos del agua. Esta puede ser causada por diferentes iones, pero usualmente se atribuye a los iones bicarbonato, carbonato e hidróxido.

Determinación de cloruros por el método de Mohr. ASTM D1125

Se encuentran presentes en casi todas las aguas de los campos petrolíferos. Su presencia procede de la disolución de suelos y rocas que los contienen y que están en contacto con el agua.

Determinación de dureza (método titulométrico de EDTA). API RP45

Es la suma de todos los cationes metálicos que no sean Sodio y Potasio, presentes en el agua. Debido a que los mayores componentes son los cationes calcio y magnesio, generalmente toda la dureza se considera debida a estos dos iones.

Contenido de Ca, método titulométrico de EDTA. API RP45

Se basa en la determinación del contenido de calcio por la titulación de la muestra con un agente secuestrante en presencia de un agente orgánico sensible a los iones de calcio e insensible a los de magnesio.

Contenido de H₂S, método yodimétrico. API RP45

Cuando existen altas concentraciones de sulfato y de calcio simultáneamente en un agua, pueden presentarse incrustaciones de sulfato de calcio difíciles de disolver. El sulfato presente puede ser reducido a sulfuros y a sulfuros de hidrogeno por las bacterias anaeróbicas.

Contenido de CO₂, titulación carbonato de sodio. API RP45

Es importante su determinación debido a que el anhídrido de carbono al disolverse en el agua actúa en dos formas: una parte en combinación con el agua para producir una nueva sustancia.

Contenido de OD, método de winkler. API RP45

Representa la cantidad de gas disuelto en el agua y no tiene ninguna relación con el oxígeno combinado presente en la molécula de agua.

Contenido de Fe por medio del espectrofotómetro. API RP45

Bastante común en aguas de pozos profundos. En el agua connata comúnmente se encuentra presente como bicarbonato ferroso soluble e incoloro.

Coagulación, floculación y decantación. API RP45

Una importante parte del tratamiento consiste en la eliminación de diferentes sustancias sólidas que se pueden encontrar en suspensión, ya que estas podrían dar lugar a variados inconvenientes como obstrucción de tuberías o abrasión de equipos.

Al someter el agua a este proceso se sustraen las sustancias coloidales cuya extraordinaria estabilidad no se pueden eliminar por decantación simple.

1.1. NORMAS GENERALES PARA LA SEGURIDAD

El laboratorio es un sitio en el cual se debe garantizar un ámbito seguro de trabajo tanto para quien realiza la caracterización y para las demás personas que se encuentran trabajando allí como para las muestras, debido a esto es necesario tener siempre presente los posibles riesgos asociados al trabajo con materiales potencialmente peligrosos, contaminantes e inflamables.

Para realizar de una forma óptima y segura todas las caracterizaciones que se involucran en este manual de procedimientos es importante tener presente esta sección y tener claridad de ella, antes de cada práctica.

A continuación se mencionan normas de seguridad y comportamiento que deben conocerse y seguirse en el laboratorio:

- Antes de iniciar la caracterización se deben conocer las Normas de Seguridad que se apliquen al proceso que se va a realizar, el procedimiento para el desarrollo de ésta y los compuestos involucrados. Al ingresar al laboratorio dedique unos minutos a leer la información de reglamento de uso publicada a la entrada de este.



Figura 1. Reglamento uso laboratorio 1



Figura 2. Reglamento uso laboratorio 2

- Se debe conocer la toxicidad y peligrosidad de todos los compuestos con los que se trabaje; para esto debe ser práctica común consultar las etiquetas, libros y diagramas informativos dispuestos en el laboratorio que proporcionan información sobre seguridad.



Figura 3. Sistema de identificación de riesgos de la NFPA

- Está terminantemente prohibido fumar, beber o comer dentro del laboratorio.
- Nunca deben usarse lentes de contacto cuando se trabaje en el laboratorio, pues retienen las sustancias corrosivas en el ojo impidiendo su lavado y extendiendo el daño.
- No debe inhalar, probar u oler compuestos químicos si no se está debidamente informado.
- Se deben lavar siempre las manos después de hacer una caracterización y antes de salir del laboratorio, pues en las prácticas se permanece en constante contacto con petróleo crudo, derivados lubricantes y solventes fuertes, entre otros.
- Los frascos de los compuestos de trabajo deben cerrarse inmediatamente después de su uso, durante su utilización los tapones o tapas deben depositarse siempre boca arriba sobre la mesa.

- No deben manipularse incorrectamente productos o disolventes inflamables en las proximidades de llamas.
- Nunca desatienda o deje sin vigilancia una caracterización, pues puede causar graves accidentes. Si por motivo de fuerza mayor debe dejar sólo el banco de trabajo, apague los mecheros y suspenda el funcionamiento de los equipos de calentamiento.
- El cabello se enciende con gran facilidad y rapidez, para evitar accidentes, el cabello largo debe llevarse siempre recogido. De igual manera, no debe vestirse ropas cortas o sandalias cuando se realice una caracterización.
- Cuando se calienta una muestra en los beakers (material de vidrio), se debe tener especial cuidado de no colocarlos sobre la baldosa fría al retirarlos del calentamiento, pues el vaso se quebrará debido al cambio brusco de temperatura y el fluido caliente se volcará sobre la mesa causando accidentes.
- Los residuos de las caracterizaciones deben disponerse según se indica en la sección de manejo ambiental del presente manual, en ningún caso arrojar sólidos, derivados de petróleos u otros componentes a los desagües normales.

1.2. MANEJO AMBIENTAL PARA LOS RESIDUOS

El manejo ambiental para los residuos del laboratorio se realiza según lo dispuesto por el Ministerio de Medio Ambiente y CORPONOR (Corporación Autónoma Regional de la Frontera Nororiental).

Este manejo residual se realiza de dos formas dependiendo del tipo de elemento trabajado, teniendo en cuenta si se presenta sólido o líquido.

El material sólido se deposita clasificado según el sistema de gestión ambiental SGA, realizando segregación de éste teniendo en cuenta si es: Cartón, plástico, vidrio, metal o papel.



Figura 4. Segregación de material sólido.

El material líquido se maneja dependiendo del fluido trabajado en las diferentes caracterizaciones, entre los cuales tenemos: Laboratorio de crudos (aceites y derivados de éste), laboratorio de lodos y laboratorio de aguas.

No se permite que los materiales contaminados de crudo o derivados de éste se laven en el grifo de agua; estos solo se deben lavar en el mesón para crudos y de allí se recogen en envases plásticos de 20 litros (5 galones), los cuales pueden ser: cuadratainer, eurotainer o rondotainer.



Figura 5. CUADRATAINER, EUROTAINER, RONDOTAINER.

Los residuos recogidos en estos envases son enviados a ECOPEPETROL el cual es operador del campo Rio Zulia, en donde les dan el manejo ambiental correspondiente.

El crudo contenido en los envases mezclado con Xileno y Gasolina se separa del agua de la misma forma que se realiza la separación del agua connata del yacimiento.

Luego de la caracterización, el agua que se desea verter al alcantarillado debe cumplir con las normas de vertimiento que se encuentran consignadas en el Decreto 1594 de 1984. De no ser así, y de encontrarse esta mezclada con residuos de crudo se debe depositar en los envases plásticos de la misma forma como se maneja en el laboratorio de crudos.

Estas aguas son tratadas en el campo Rio Zulia en donde se tienen unas cunetas o canales colectores que pasan por una trampa de grasas.

Las grasas y los aceites extraídos de las trampas son llevados a un foso incinerador, y las cenizas que se obtienen de este proceso a un relleno y los lixiviados a biodegradación.

2. LABORATORIO DE CRUDOS

2.1. GRAVEDAD API (METODO DEL HIDRÓMETRO)

2.1.1. OBJETIVOS

- Realizar la determinación de la gravedad API de una muestra de crudo por medio del Hidrómetro API.
- Reconocer el uso adecuado del hidrómetro para lograr obtener valores de gravedad API confiables.
- Comprender la dependencia que presenta la gravedad API de un crudo, respecto al cambio en la temperatura.
- Comprender el concepto de la corrección de gravedad API a 60°F, partiendo de las lecturas obtenidas a diferentes temperaturas.

2.1.2. MATERIALES

- Hidrómetro API (Escala: 19 – 31, 29 – 41, 39 – 51).
- Termómetro (Escala en °C).
- Beaker de 250 ml.
- Probeta graduada de 100 ml.
- Muestra de petróleo crudo.

2.1.3. DESCRIPCION DEL EQUIPO

- **HIDROMETRO:** El desarrollo de la práctica con el hidrómetro se basa en el principio que la profundidad de inmersión de un cuerpo en un líquido varía directamente con la densidad de dicho líquido. El cuerpo flotante, el cual está graduado en unidades de gravedad API, se denomina hidrómetro API.



Figura 6. Hidrómetro API

La gravedad API se lee observando la libre flotación del hidrómetro y registrando la graduación más cercana a la intersección aparente de la superficie horizontal del líquido con la escala vertical del hidrómetro, luego que la temperatura deseada ha sido alcanzada.

- **TERMOMETRO:** Cualquier producto se expande cuando es calentado, reduciéndose por consiguiente el peso por unidad de volumen. Debido a esto, la densidad es usualmente reportada a una temperatura estándar de 60°F.

La temperatura de la muestra debe conocerse para así corregir la gravedad API leída; esta se observa en un termómetro sumergido en la muestra o en un termómetro que haga parte del hidrómetro (termohidrómetro).

2.1.4. PROCEDIMIENTO

- Agitar bien la muestra invirtiendo el recipiente que la contenga.
- Tomar una cantidad suficiente de muestra en un beaker.
- Colocar una cantidad suficiente de muestra en la probeta, que permita al hidrómetro flotar libremente y así tomar una fácil lectura. La probeta debe estar totalmente limpia (dispuesta en forma vertical), y la muestra se debe colocar sin salpicar, evitando la formación de burbujas de aire y reduciendo de esta manera a un mínimo la evaporación de los constituyentes más livianos de las muestras más volátiles.

Si se forman algunas burbujas de aire removerlas, una vez estén en la superficie, utilizando un pedazo de papel filtro limpio.



Figura 7. Muestra de crudo en la probeta

- Introducir cuidadosamente el hidrómetro en la muestra hasta unas dos divisiones al inicio de la escala y soltarlo. Evitar que se presenten corrientes de aire y que la temperatura del medio circundante no varíe más de 2°C durante el tiempo de realización de la prueba. El hidrómetro se deja entonces libre para que flote en la muestra, cuidando que no toque las paredes del recipiente.
- Dejar flotar libremente el tiempo suficiente para que el hidrómetro se mantenga en reposo, y tomar la lectura en el punto en que la superficie de la muestra corta la escala vertical del hidrómetro.
- Tomar inmediatamente la temperatura de la muestra utilizando el termómetro del hidrómetro (si lo posee) o en un termómetro separado cuando el bulbo este en contacto con la muestra, para realizar las correcciones necesarias. Registre la temperatura real de la muestra junto con el valor de gravedad API leída en el formato dispuesto para esto (ANEXO B).
- El valor de gravedad API deberá reportarse al 0.1°API más cercano a la lectura correspondiente.
- Realizar a prueba 3 veces y tomar los datos. Promediar los valores de temperatura y API; siempre y cuando no difiera la primera más de 2°C.
- Realizar la corrección correspondiente del dato obtenido mediante la utilización de las tablas.

2.2. GRAVEDAD API (METODO DEL PICNÓMETRO).

2.2.1. OBJETIVOS

- Realizar la determinación de la gravedad API de una muestra de crudo por medio del picnómetro y compararla con la gravedad API calculada mediante el uso del hidrómetro API.
- Reconocer el uso adecuado del picnómetro, para lograr obtener valores de gravedad API confiables.

2.2.2. MATERIALES:

- Picnómetro de 25 ml.
- Balanza electrónica de precisión.
- Termómetro.
- Beaker de 250 ml.
- Muestra de petróleo crudo.

2.2.3. DESCRIPCION DEL EQUIPO

- **PICNÓMETRO:** Este material permite obtener un volumen fijo de la muestra que al relacionarlo con la masa que correspondiente a este, se obtiene la gravedad API.

Con el volumen y la masa se obtiene la densidad de la muestra a temperatura ambiente y por lo tanto la Gravedad Específica a las mismas condiciones.

$$\rho_{\text{petróleo crudo}} = \frac{\text{masa petróleo crudo}}{\text{volumen}}$$

$$GE_{\text{petróleo crudo}} = \frac{\rho_{\text{petróleo crudo}}}{\rho_{\text{agua}}}$$

Utilizando la relación matemática enunciada a continuación, se puede calcular la Gravedad API a la temperatura ambiente.

$$\text{Gravedad API} = \frac{141.5}{GE_{\text{petróleo crudo}}} - 131.5$$

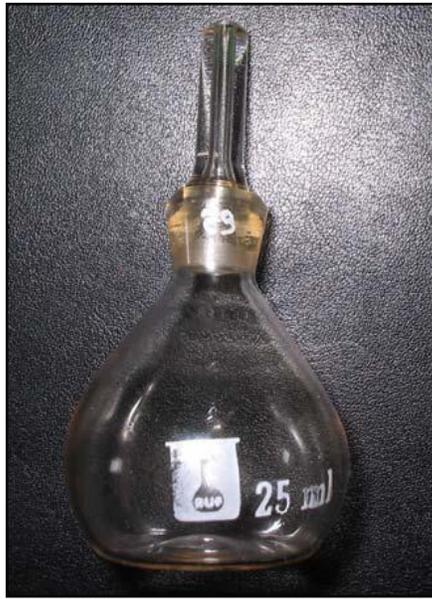


Figura 8. Pícnómetro

- **BALANZA ELECTRÓNICA DE PRECISIÓN:** Por medio de este equipo se obtiene la masa correspondiente de un volumen de muestra y así determinar la densidad a temperatura ambiente para posteriormente determinar la gravedad API como ya se especificó anteriormente.



Figura 9. Balanza electrónica de precisión

2.2.4. PROCEDIMIENTO

- Leer la temperatura ambiente en el termómetro del laboratorio y reportarla en grados Fahrenheit en el formato dispuesto para esto (ANEXO B).
- Agitar bien la muestra invirtiendo el recipiente que la contenga.
- Tomar una cantidad de muestra (petróleo crudo) en un beaker.



Figura 10. Muestra en Beaker

- Preparar la balanza para determinar el peso de la muestra. El display debe mostrar 0.000 g.



Figura 11. Balanza electrónica de precisión display 0.000 g

- Colocar el picnómetro limpio y seco en el centro del plato y permitir que la balanza registre el peso. Se tomará el valor que muestre la pantalla en el momento en que aparezca el indicador de gramos (g) en la misma y se registrará el *Peso picnómetro vacío* en el formato dispuesto para esto (ANEXO B).
- Llenar el picnómetro hasta el aforo con la muestra (petróleo crudo) y registrar su peso en la balanza (*Peso picnómetro con muestra*). Determinar el peso de la muestra y registrarlo en el formato dispuesto para esto (ANEXO B).
- Determinar la densidad del petróleo crudo teniendo el volumen y peso de este. Luego determinar la Gravedad Específica mediante la relación mostrada a continuación:

$$\rho_{\text{petróleo crudo}} = \frac{\text{masa petróleo crudo}}{\text{volumen}}$$

$$\text{masa petróleo crudo} = \text{Peso picnómetro con muestra} - \text{Peso picnómetro vacío}$$

$$GE_{\text{petróleo crudo}} = \frac{\rho_{\text{petróleo crudo}}}{\rho_{\text{agua}}}$$

- Y finalmente la Gravedad API por cálculo de la muestra de petróleo crudo a la temperatura de trabajo es:

$$\text{Gravedad API} = \frac{141.5}{GE_{\text{petróleo crudo}}} - 131.5$$

- Realizar la corrección correspondiente del dato obtenido mediante la utilización de las tablas.
- Verificar y comparar los resultados obtenidos en esta prueba, con los resultados obtenidos en la determinación de la gravedad API por medio del hidrómetro.

2.3. CONTENIDO DE AGUA POR DESTILACIÓN

2.3.1. OBJETIVOS:

- Determinar el contenido de agua en una muestra de petróleo crudo mediante el proceso de destilación.

2.3.2. MATERIALES:

- Equipo de destilación DEAN & STARK (Balón, Trampa y Condensador)
- Probeta de 25 ml y 50 ml.
- Muestra de petróleo crudo
- Calentador.
- Solvente (tolueno o xileno), Alambre de Cobre

2.3.3. DESCRIPCION DEL EQUIPO

- **EQUIPO Dean & Stark:** Compuesto por el condensador, la trampa y el balón. Este equipo calienta la muestra contenida en el balón bajo condiciones de reflujo con un solvente insoluble al agua, el cual se co-destilará con el agua en la muestra. El solvente es condensado y el agua son separados continuamente en la trampa dispuesta para tal fin.

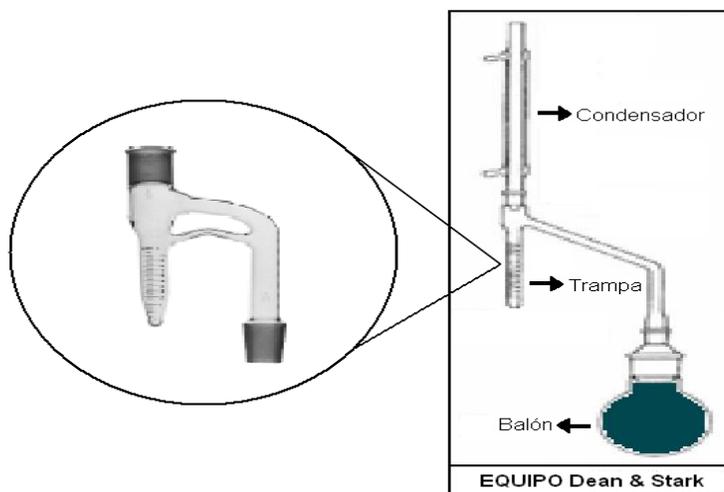


Figura 12. EQUIPO Dean & Stark

2.3.4. PROCEDIMIENTO

- Agitar bien la muestra invirtiendo el recipiente que la contenga
- Tomar 25 ml de la muestra en la probeta de 25 ml.
- Medir más o menos 50 ml de solvente en la probeta de 50 ml.
- Vaciar la muestra en el balón Dean & Stark y lavar la probeta con pequeñas porciones del solvente medido. Vaciar cada porción de lavado en el balón.
- Armar el equipo de destilación, conectando las mangueras a la fuente de agua y al condensador.
- Circular agua entre 20°C y 25°C por el condensador de una manera suave (no es necesario abrir toda la válvula).
- Iniciar el calentamiento y continuar con él hasta que la lectura del agua en la trampa permanezca constante por 5 minutos. (Se requiere al menos de 1 ½ a 2 horas).



Figura 13. Equipo de destilación

- El agua se localiza en la sección graduada de la trampa y el solvente retorna al sistema de destilación. El volumen de agua obtenido, es reportado como fracción o porcentaje del volumen inicial de muestra de petróleo crudo.
- Suspender el calentamiento y dejar enfriar. Suspender la circulación de agua por el condensador.
- Retirar el condensador de la trampa. Bajar las gotas de agua que se hayan adherido a las paredes de la trampa con el alambre de cobre y tomar la lectura del volumen de agua en la trampa y registrarlo en el formato dispuesto para esto (ANEXO B).
- .El volumen de agua obtenido se expresa en porcentaje como BSW por destilación y se obtiene según la fórmula:

$$BSW = \frac{\text{Volumen de agua en la trampa}}{\text{Volumen inicial de la muestra de petróleo crudo}} * 100$$

2.4. AGUA Y SEDIMENTO - BSW POR CENTRIFUGA

2.4.1. OBJETIVOS

- Determinar el contenido de agua y sedimentos (% agua y sedimentos) en una muestra de petróleo crudo mediante un proceso de campo (centrifugación).

2.4.2. MATERIALES:

- Equipo de centrifugación.
- Tubos de vidrio de fondo cónico para centrífuga graduados.
- Muestra de petróleo crudo.
- Varsol.
- Desemulsificante.

2.4.3. DESCRIPCION DEL EQUIPO

- **CENTRIFUGA:** Equipo de laboratorio en el cual la muestra en el tubo es girada a gran velocidad y así los elementos mas grandes o pesados se concentran al fondo del tubo, y los pequeños se quedan arriba.

LOS PRINCIPALES COMPONENTES SON:

- El motor, que permite girar el rotor.
- El rotor, que lleva la porta tubos.
- Un sistema de programación, de mando y de control.



Figura 14. Centrifuga

2.4.4. PROCEDIMIENTO

- Agitar bien la muestra invirtiendo el recipiente que la contenga
- Las normas ASTM D-96 y D-4007 describen el procedimiento con tubos graduados de 100 ml, sin embargo se pueden trabajar con tubos de volumen diferente dependiendo de la centrifuga que se disponga. En el laboratorio se

disponen de dos centrifugas; la más utilizada es la de tubos graduados de 100 ml.

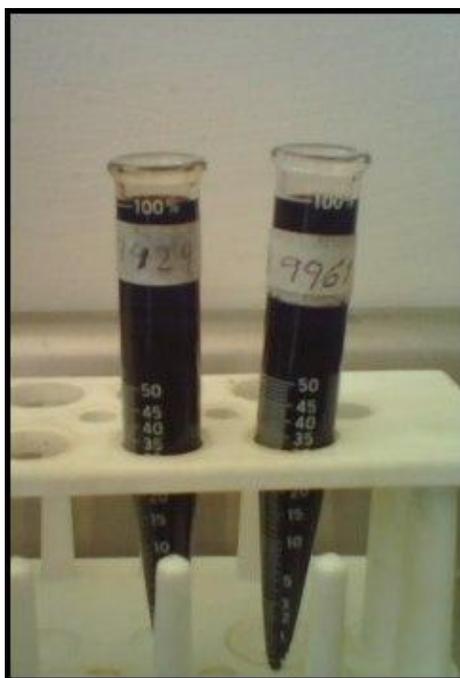


Figura 15. Tubos graduados de 100 ml

- En cada tubo de centrífuga de 100 ml, medir 50 ml de varsol y 50 ml de la muestra.
- Agitar vigorosamente hasta que se mezclen por completo.
- Adicionar dos gotas de desémulsificante a uno de los tubos y agitar nuevamente.
- Limpiar los tubos antes de colocarlos en la centrífuga. Colocarlos en los porta-tubos, uno frente al otro, para no desbalancear el equipo, y centrifugar durante seis (6) minutos.
- Apagar la centrífuga, esperar que se detenga, abrirla y retirar los tubos.
- Tomar la lectura de cada tubo y reportarla en el formato dispuesto para esto (ANEXO B).



Figura 16. Volumen de agua en tubos graduados

- El volumen de agua obtenido se expresa en porcentaje como BSW por centrifuga y se obtiene según la fórmula:

$$BSW = \frac{\text{Volumen de agua}}{\text{Volumen inicial de la muestra de petróleo crudo}} * 100$$

2.5. PRUEBA DE BOTELLAS POR CENTRIFUGA

2.5.1. OBJETIVOS:

- Determinar la mejor relación y tratamiento por medio de pruebas de botellas por centrifuga para un crudo particular a partir de los desemulsificantes disponibles.

2.5.2. MATERIALES:

- Equipo de centrifugación.

- Baño de María.
- Botellas refractarias aforadas hasta 100 ml.
- Tubos de vidrio de fondo cónico para centrifuga graduados.
- Muestra de petróleo crudo.
- Solvente.
- Desemulsificantes.
- Termómetros.
- Pipetas.
- Lápiz marcador.

2.5.3. DESCRIPCION DEL EQUIPO

- **BAÑO DE MARIA:** Equipo de baño de agua caliente para calentar las muestras y de esta forma facilitar la separación.



Figura 17. Baño de maría

2.5.4. PROCEDIMIENTO

2.5.4.1. PRUEBA DE RELACIÓN:

- Drenar el agua libre de emulsión.
- Agitar la emulsión para así homogeneizarla antes de llenar las botellas.
- Llenar las botellas con emulsión y enumerarlas.



Figura 18. Botellas con emulsión

- Agregar 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 y 0.5 ml de un desemulsificante a las botellas según estén enumeradas. Una de las botellas debe estar en blanco, es decir, no lleva ningún tipo de desemulsificante.
- Tapar las botellas y agitar para lograr la dispersión del químico.
- Colocar las botellas en el baño de maría y calentarlas a 60 °C durante 30 minutos.
- Suspender el calentamiento y observar el agua separada, la presencia de la emulsión, el color y aspecto en general.



Figura 19. Aspecto de la emulsión

- Transfiera las muestras a los tubos para centrifuga y realizar la centrifugación.
- Mida el agua separada y determine el BSW obtenido.
- Observe, compare y determine qué relación en ml de desemulsificante fue la más adecuada teniendo en cuenta BSW, claridad del agua separada y contacto agua-aceite. Regístrelo en el formato dispuesto para esto.

2.5.4.2. PRUEBA DE ELIMINACIÓN

- Drenar el agua libre de emulsión.
- Agitar la emulsión para así homogeneizarla antes de llenar las botellas.
- Llenar las botellas con emulsión y enumerarlas.
- Adicionar la misma cantidad en ml de un desemulsificante distinto en cada botella. La cantidad en ml a utilizar será la adecuada de la prueba de relación (anterior).
- Tapar las botellas y agitar para lograr la dispersión del químico.



Figura 20. Botellas con emulsión luego de dispersión del desemulsificante

- Colocar las botellas en el baño de maría y calentarlas a 60 °C durante 30 minutos.
- Suspender el calentamiento y observar el agua separada, la presencia de la emulsión, el color y aspecto en general.
- Transfiera las muestras a los tubos para centrifuga y realizar la centrifugación.
- Mida el agua separada y determine el BSW obtenido.



Figura 21. Agua separa en tubos graduados

- Compare resultados y tome los dos mejores desemulsificantes teniendo en cuenta BSW, claridad del agua separada y contacto agua-aceite, para llevar a cabo la prueba de confirmación. Regístrelo en el formato dispuesto para esto (ANEXO B).

2.5.4.3. PRUEBA DE CONFIRMACIÓN

- Drenar el agua libre de emulsión.
- Agitar la emulsión para así homogeneizarla antes de llenar las botellas.
- Llenar las botellas con emulsión y enumerarlas.
- Adicionar los tres mejores desemulsificantes que se escogieron a dos relaciones de cantidad en ml: una por encima y otra por debajo de la cantidad en ml más adecuada de desemulsificante; es decir +0.1 ml y -0.1 ml de cada uno.
- Tapar las botellas y agitar para lograr la dispersión del químico.



Figura 22. Botellas con emulsión luego de dispersión del desemulsificante

- Colocar las botellas en el baño de maría y calentarlas a 60 °C durante 30 minutos.



Figura 23. Botellas en el baño de maría

- Suspender el calentamiento y observar el agua separada, la presencia de la emulsión, el color y aspecto en general.
- Transfiera las muestras a los tubos para centrifuga y realizar la centrifugación.
- Mida el agua separada y determine el BSW obtenido.
- Seleccione la mejor dosis y el mejor desemulsificante teniendo en cuenta BSW, claridad del agua separada y contacto agua-aceite. Regístrelo en el formato dispuesto para esto (ANEXO B).

3. LABORATORIO DE LODOS

3.1. DENSIDAD DEL LODO

3.1.1. OBJETIVOS

- Determinar el peso por unidad de volumen del fluido de perforación.

3.1.2. MATERIALES

- Balanza de lodo.
- Muestra de fluido de perforación.

3.1.3. DESCRIPCION DEL EQUIPO

- **BALANZA DE LODO:** Este instrumento permite mediciones con una presión de $\pm 0,1$ lb/gal ó $\pm 0,5$ lb/pie³. La balanza consta de base de soporte, brazo graduado, recipiente, tapa, punto de apoyo en forma de cuchilla, contrabalanza y nivel de burbuja.

La balanza de lodos presenta los siguientes rangos de trabajo:

310	-	1.250 lb/pulg ² por 1000 pies de profundidad
6	-	24 lb/gal
45	-	180 lb/pie ³
0,72	-	2,88 Gravedad Especifica



Figura 24. Balanza de lodos

3.1.4. PROCEDIMIENTO

- Coloque la base de la balanza en una superficie nivelada.
- Remueva la tapa del recipiente y llénelo con la muestra de fluido hasta el tope; si se han atrapado burbujas de aire golpee el recipiente hasta romper dichas burbujas.
- Ubique la tapa sobre el recipiente, rótelas lentamente hasta lograr su asentamiento, asegúrese que algo de lodo brote por el orificio de ventilación de ella.
- Coloque el dedo sobre el orificio de la tapa y lave todo el exterior del recipiente y del brazo.
- Ubique la balanza en su base con la ranura descansando sobre el punto de apoyo en forma de cuchilla, ajuste la contrabalanza desplazándola sobre el brazo graduado, se lograra el equilibrio cuando la burbuja este en el centro del nivel; lea la densidad del lodo en el borde derecho de la contrabalanza mas cercana a la base del soporte.

NOTA: La balanza de lodos debe calibrarse periódicamente con agua dulce para asegurar su precisión, para ello se emplea el procedimiento descrito a continuación:

- Llene el recipiente con agua dulce a temperatura ambiente.
- Coloque la tapa sobre el recipiente, rótelas suavemente hasta que se asiente; el exceso de agua saldrá por el orificio de ventilación de la tapa; luego limpie el exterior del recipiente.
- Ubique la contrabalanza en 8,33 lb/gal, fije la ranura de la base sobre el punto de apoyo en forma de cuchilla.
- Si la balanza no se halla en una posición de equilibrio (nivel de burbuja fuera del centro), ajuste el tornillo de calibración en el extremo del brazo, o agregue o quite bolillas de acero de acuerdo a lo requerido.

En cuanto al mantenimiento es importante lavar la balanza después de cada uso, también ella debe permanecer limpia y seca para obtener resultados exactos, nunca debe ser golpeada para evitar su descalibración.

3.2. VISCOSIDAD DE EMBUDO MARSH

3.2.1. OBJETIVOS

- Medir la consistencia del fluido de una forma simple mediante la viscosidad de embudo.

3.2.2. MATERIALES

- El embudo de Marsh.
- Recipiente graduado.
- Cronometro.

- Muestra de fluido de perforación.

3.2.3. DESCRIPCION DEL EQUIPO

- **EMBUDO DE MARSH:** El embudo posee una capacidad de 1500 cc, tiene un diámetro de 6 pulgadas en la parte superior y una longitud de 12 pulgadas, su diámetro decrece hasta unirse con un tubo de 2 pulgadas largo y $\frac{3}{16}$ de pulgada de diámetro interno.

Un tamiz de 100 mesh, se encuentra $\frac{3}{4}$ de pulgada del borde superior del embudo, colocada de tal modo que cubre la mitad de la parte superior, esta remueve sustancias extrañas y sólidos de gran tamaño.



Figura 25. Embudo de Marsh

3.2.4. PROCEDIMIENTO

- Sostenga el embudo Marsh en posición vertical con el dedo índice en el orificio; vierta agua dulce a temperatura ambiente a través del tamiz, hasta que ésta llegue a él.
- Retire el dedo del orificio y mida el tiempo requerido para drenar un cuarto de galón en el recipiente graduado, al terminar la prueba obstruya el orificio y retire el embudo.
- Mida el número de segundos requeridos para que un cuarto de galón de lodo puede fluir desde el embudo hasta el recipiente graduado. La temperatura del fluido debe ser registrada en grados Fahrenheit o centígrados.

Tenga en cuenta las siguientes recomendaciones para la calibración del embudo de marsh:

- Sostenga el embudo Marsh en posición vertical con el dedo índice en el orificio; vierta agua dulce a temperatura ambiente a través del tamiz, hasta que ésta llegue a él.
- Retire el dedo del orificio y mida el tiempo requerido para drenar un cuarto de galón en el recipiente graduado, al terminar la prueba obstruya el orificio y retire el embudo.
- La viscosidad de embudo debe ser $26 \pm 0,5$ seg/ct; si el valor de viscosidad no se encuentra en este rango, no emplee este instrumento si consta de suficiente equipo, en caso contrario utilice la siguiente fórmula para su calibración:

$$\frac{26 \left(\frac{\text{seg}}{\text{ct}}\right)}{\text{Flujo de agua medio} \left(\frac{\text{seg}}{\text{ct}}\right)} = \frac{x}{\text{Flujo de la muestra medido} \left(\frac{\text{seg}}{\text{ct}}\right)}$$

El mantenimiento es un aspecto importante; para ello lave cuidadosamente el embudo después de cada uso. Limpie los posibles depósitos de calcio en el interior del orificio usando un cepillo o una broca de 3/16 de pulgada.

3.3. VISCOSIDAD APARENTE, VISCOSIDAD PLÁSTICA Y PUNTO DE CEDENCIA

3.3.1. OBJETIVOS

- Determinar las propiedades de flujo del lodo como viscosidad aparente, viscosidad plástica y punto de cedencia.

3.3.2. MATERIALES

- Viscosímetro Fann; Reómetro o viscosímetro portátil.
- Termómetro.
- Muestra de fluido de perforación.

3.3.3. DESCRIPCION DEL EQUIPO

- **VISCOSIMETRO:** Actualmente existen varios tipos de viscosímetros rotacionales de lectura directa, los cuales miden las propiedades reológicas del fluido de perforación.

Los viscosímetros tienen un espacio anular entre dos cilindros. La camisa exterior gira a una velocidad variable, produciendo torsión sobre el flotante o cilindro interior debido a la presencia de lodo. El movimiento del flotante es restringido por un resorte de torsión y un dial conectado registra el desplazamiento del flotante a varias revoluciones por minuto (rpm) dependiendo del tipo y condiciones del lodo.

Los viscosímetros más comunes de lectura directa son:

a) **Viscosímetro FANN:** Sus velocidades de trabajo son 3, 6, 100, 200, 300 y 600 revoluciones por minuto.



Figura 26. Viscosímetro de FANN y Reómetro

b) **Reómetro o viscosímetro portátil.** No requiere de energía eléctrica, se seleccionan velocidades de trabajo de 300 y 600 revoluciones por minuto por medio de una palanca de cambios.



Figura 27. Reómetro

3.3.4. PROCEDIMIENTO

- Llene el recipiente de prueba hasta la línea marcada con la muestra de lodo, mida la temperatura y anótela.
- Afloje la tuerca en la pata del viscosímetro, coloque el recipiente sobre la base, levante el conjunto hasta la posición de sumergencia de la camisa exterior exactamente hasta la línea marcada. Ajuste la tuerca.
- Seleccione las velocidades de 300 y 600 revoluciones por minuto por medio de una palanca de cambios.
- Con la camisa rotando a 600 rpm, registre la lectura del dial una vez se ha estabilizado; la toma del valor se debe hacer perpendicular al dial.
- Cambia la velocidad de rotación a 300 rpm, registre la lectura.
- Determine la viscosidad aparente (V_a):

Es una medida del esfuerzo de corte y una función de la cantidad de sólidos que componen el fluido de perforación. La viscosidad aparente se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$V_a = \frac{\theta 600}{2}$$

Donde:

V_a : Viscosidad aparente.

$\theta 600$: Lectura a 600 rpm dada por el viscosímetro.

- Determine la viscosidad plástica (V_p):

Es un componente de la viscosidad aparente resultante del roce mecánico de las diferentes partículas que componen el lodo; se realizara para medir la concentración, tamaño y forma de los sólidos en los lodos.

La viscosidad plástica se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$VP = \theta 600 - \theta 300$$

Donde:

Vp: Viscosidad plástica, en cp (centipoise).

θ 600: Lectura a 600 rpm dada por el viscosímetro.

θ 300: Lectura a 300 rpm dada por el viscosímetro.

- Determine el punto de cedencia (YP):

Segunda componente de la viscosidad aparente, es una medida de las fuerzas de atracción electroquímicas en condiciones de flujo. Ellas son funciones del medio ambiente eléctrico, de la concentración y/o de las cargas superficiales de las partículas.

El punto de cedencia se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$YP = \theta 300 - VP$$

Donde:

YP: "Yield Point" o punto de cedencia en lb/100 pie².

NOTA: Para lecturas correctas y consistentes de la viscosidad plástica y punto de cedencia, es esencial que el instrumento opere con gran exactitud, luego es necesario hacer una prueba con un fluido newtoniano de propiedades conocidas.

En su mantenimiento y recomendaciones de uso se debe tener en cuenta:

- Para desenroscar la camisa exterior, sostenga el perno arriba de él, gire cuidadosamente en sentido antihorario y tire lentamente en forma perpendicular hacia abajo.
- Lave el cilindro interior sumergiéndolo en un recipiente con agua hasta estar completamente limpio, saque con cuidado todas las partes del flotante para evitar su descalibración.
- Lave la camisa exterior y séquela cuidadosamente. Mantenga los soportes y tuercas de ajustes aceitadas.

- Sostenga el viscosímetro mientras limpia y lo transporta para prevenir que el agua penetre en el aparato.

3.4. CONTENIDO DE ARENA

3.4.1. OBJETIVOS

- Determinar el contenido de arena en los fluidos de perforación para disminuir los daños en el equipo de perforación debido al efecto abrasivo.

3.4.2. MATERIALES

- Tamiz (200 mesh).
- Embudo.
- Tubo de vidrio calibrado.
- Muestra de fluido de perforación.

3.4.3. DESCRIPCION DEL EQUIPO

El control del contenido en arena se realiza mediante tamices normalizados, más concretamente, el tamiz 200 (200 hilos por pulgada, equivalente a 0,074 mm, 74 micras), expresándose en porcentajes.

En un lodo se considera arena a la fracción fina que pasa por este tamiz. Para determinar la cantidad de arena que contiene, se toma una muestra de lodo de 100 cm³, pasándola por la malla del tamiz 200.

El residuo retenido sobre el tamiz después del lavado con agua, se vierte en un tubo de cristal graduado en %, de 100 cm³ de volumen, expresándose el contenido de arena por la lectura correspondiente. Existe un dispositivo específico denominado "tamiz Baroid o elutriómetro", en el que el tamiz va intercalado entre un recipiente de volumen determinado y una probeta transparente graduada en porcentajes.

3.4.4. PROCEDIMIENTO

- Obtenga una muestra de lodo recientemente agitada, llene el tubo de medición con fluido de perforación hasta la marca titulada “lodo”, adicione agua hasta encontrar una segunda marca. Cuando se trabaja con lodos base aceite agregue aceite en lugar de agua.
- Cubra la boca con el dedo pulgar agitando vigorosamente hasta obtener una mezcla homogénea; pase la mezcla a través del tamiz, recogéndola en un recipiente.
- Llene y lave con agua dulce (aceite para lodo base aceite) el tubo para evitar que partículas de arena queden en él y no se reporte; vierta nuevamente sobre el tamiz. Repita esta operación hasta obtener agua de lavado limpia.
- Lave suavemente la arena retenida en el tamiz con una corriente de agua (aceite en caso de lodo base aceite) para remover todo el lodo y las partículas coloidales adheridas a los granos de arena.
- Adapte el embudo al otro extremo del cilindro plástico; lentamente de vuelta al conjunto y ubique la punta del embudo dentro de la boca del tubo de medición, vierta agua en forma de rocío (aceite para lodos base aceite) sobre el tamiz para arrastrar la arena hacia el tubo.
- Mantenga el tubo en posición vertical, mientras que la arena se sedimenta completamente, observe la cantidad y calidad de esta. El contenido de arena se registra como el porcentaje en volumen del fluido.
- Después de cada uso, lave y seque cuidadosamente el tamiz, el embudo y el tubo de medición.
- Cuando se trabaja con lodos base - aceite es necesario el uso de solvente para la limpieza del tamiz.

3.5. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ACEITE, AGUA Y SÓLIDOS

3.5.1. OBJETIVOS

- Determinar el contenido de líquidos y sólidos de un fluido de perforación para así tener un buen control de las propiedades del lodo.

3.5.2. MATERIALES

- Retorta.
- Muestra de fluido de perforación.

3.5.3. DESCRIPCION DEL EQUIPO

- **RETORTA:** Es un estuche portátil con un calentador eléctrico (120 voltios corriente alterna), que posee una cámara superior, cámara inferior, tapa de la cámara inferior y condensador. Adicional contiene una probeta graduada de 10 cc.



Figura 28. Retorta

3.5.4. PROCEDIMIENTO

- Llene parcialmente la cámara superior con lana de acero (1 pulgada).
- Obtenga una muestra de lodo recién agitada y viértala hasta llenar completamente la cámara inferior.
- Coloque la tapa sobre la cámara inferior y limpie el exceso de lodo que sale a través del orificio.
- Remueva la tapa cuidadosamente y agregue una gota más de lodo para reponer el lodo que moja la tapa.
- Sostenga la cámara superior en forma vertical y enrosque la cámara inferior con el.
- Coloque el conjunto dentro del elemento térmico, ubique una probeta graduada de 10 cc bajo la espiga de la unidad de condensación. Conecte la retorta antes de efectuar los pasos anteriores para que éste caliente en el momento de la prueba y así disminuir el tiempo de ésta.
- La prueba termina cuando la condensación de los fluidos (goteo) finalice.
- Remueva la probeta graduada. Lea el volumen de agua en la parte inferior del menisco (arco en la intersección del aceite y agua) y el volumen de aceite en la parte superior del menisco. Halle el volumen de sólidos como 10 cc menos los volúmenes de agua.
- Reporte los datos de la siguiente manera:
 - a) Porcentaje de aceite en volumen = $\text{cc de aceite} * 10$
 - b) Porcentaje de agua en volumen = $\text{cc de agua} * 10$
 - c) Porcentaje de sólidos en volumen = $100 - (\text{cc de aceite} * \text{cc agua}) * 10$
 - d) Gramos de aceite = $\text{cc aceite} * (\text{GE}) \text{ aceite}$
 - e) Gramos de agua = $\text{cc agua} * (\text{GE}) \text{ agua}$
 - f) Gramos de lodo = $\text{densidad del lodo (lb/gal)} * 1,2$
 - g) Gramos de sólidos = $\text{grs de lodo} - (\text{grs de aceite} + \text{grs de agua})$
 - h) Gravedad específica promedio de sólidos (ASG)

$$ASG = \frac{\text{gramos de sólidos}}{\text{cc de sólidos}}$$

- Determine la composición y la gravedad específica promedio de los sólidos de la siguiente forma:
 - a) Determine por medio de la prueba de la retorta el porcentaje en volumen de agua, aceite y sólidos. Halle la densidad del lodo, gravedad específica del aceite y salinidad en ppm NaCl (sal).
 - b) Calcule la densidad y gravedad específica de la solución.
 - c) Conocido el valor de ppm de soluto (sal) y utilizando las siguientes fórmulas:

$$\text{ppm NaCl} = 10^6 * \frac{W}{\rho_{\text{sol}}}$$

$$\rho_{\text{sol}} = W \left[1 - \frac{1}{\rho_s} \right] + 350$$

$$(\text{GE})_{\text{sol}} = \frac{\rho_{\text{sol}}}{\rho_a}$$

Donde:

W : Libras de soluto (sal) por barril de solución.

ρ_{sol} : Densidad de la solución dada en lb/bbl.

ρ_s : Densidad el material (sal); 2,17 g/cc.

ρ_a : Densidad del agua en lb/bbl.

350 : Barril equivalente (Beq) para prueba de laboratorio.

- d) Se calcula el valor de la densidad de la solución, y se halla la gravedad específica de la solución.
- e) Las sales disueltas aparecen como sólidos cuando se usan los métodos convencionales de análisis. La concentración se especifica en partes por

millón (ppm) que es una relación peso a peso (miligramo de soluto/kilogramo de solución), pero también puede ser expresada en miligramos por litro (mg/L) siempre y cuando se tenga en cuenta la gravedad específica de la solución:

$$(\text{mg/L}) = \text{ppm} * (\text{GE})_{\text{sol}}$$

- f) Calcule el porcentaje en volumen de sal en el lodo, y el porcentaje de sólidos corregido en la prueba de la retorta:
- g) Conocido el valor de (W), ρ_{sol} , se halla el porcentaje en peso de las siguientes ecuaciones

$$\% \text{ en peso} = \frac{100 * W}{\rho_{\text{sol}}}$$

$$\rho_s = (\text{GE})_s * \rho_a$$

$$\% \text{ en volumen} = \frac{\% \text{ en peso}}{\left(\frac{\rho_s}{\rho_{\text{sol}}} \right)}$$

Donde:

(GE)_s: Gravedad específica de la sal. “La gravedad específica es igual a la densidad siempre que se trabaje en g/cc”.

ρ_a : Densidad del agua en las unidades requeridas.

- h) El porcentaje de sólidos corregidos es igual:

$$(\% \text{ en volumen de sólidos} - \% \text{ en volumen de sal})$$

- i) Calcule la gravedad específica promedio de los sólidos. A partir de la ecuación de balance de masa:

$$V_a \rho_a + V_o \rho_o + V_s \rho_s + V_d \rho_d = V_L \rho_L$$

Donde:

$V_a \rho_a$: Porcentaje en volumen y densidad (g/cc) de agua

$V_o \rho_o$: Porcentaje en volumen y densidad (g/cc) del aceite

$V_s \rho_s$: Porcentaje en volumen y densidad (g/cc) de los sólidos

$V_d \rho_d$: Porcentaje en volumen y densidad (g/cc) de la sal

$V_L \rho_L$: Porcentaje en volumen y densidad (g/cc) del lodo

j) En caso en que el contenido de sal sea menor a 10.000 ppm, el término de masa de sal ($V_d \rho_d$) en el lodo, es despreciable.

k) Calcule las lb/bbl de sólidos totales.

$$\frac{\text{Lb}}{\text{bbl}} \text{ de sólidos totales} = \frac{\text{gramos de sólidos}}{10 \text{ cc. de lodo}} * 35$$

Donde la constante de 35 es el factor de conversión de grs/cm³ a lbs/bbl.

l) Calcule los barriles de sólidos de baja gravedad por barril de lodo.

**Peso de sólidos totales = peso de sólidos de baja gravedad (GE= 2,65)
+ peso de sólidos de alta gravedad (GE= 4,3).**

$$V_s \rho_s = V_{BG} \rho_{BG} + V_{AG} \rho_{AG}$$

$$\rho_s = \frac{(V_{BG})}{V_s} * \rho_{BG} + \frac{(V_{AG})}{V_s} * \rho_{AG}$$

$$\frac{(V_{BG})}{V_s} + \frac{(V_{AG})}{V_s} = 1$$

Donde:

$V_s \rho_s$: Volumen y densidad promedio de los sólidos totales.

$V_{BG} \rho_{BG}$: Volumen y densidad de sólidos de baja gravedad.

$V_{AG} \rho_{AG}$: Volumen y densidad de sólidos de alta gravedad.

$V_{BG} / V_s = X$: Barriles de sólidos de baja gravedad por barril de sólidos totales.

$$\rho_s = X \cdot 2,65 + (1 - X) \cdot 4,3$$

$$\rho_s = 4,3 - 1,65X$$

$$X = \frac{(4,3 - \rho_s)}{1,65}$$

Multiplicando la ecuación anterior por (S) se obtiene:

$$\left[\frac{V_s}{V_L} \right] \left[\frac{V_{BG}}{V_s} \right] = X = \left[\frac{4,3 - \rho_s}{1,65} \right] \left[\frac{V_s}{V_L} \right]$$

$$\frac{V_{BG}}{V_L} = \left[\frac{4,3 - \rho_s}{1,65} \right] \cdot S$$

Donde:

S : Barriles de sólidos por barril de lodo (V_s/V_L)

$\frac{V_{BG}}{V_L}$: Barriles de sólidos de baja gravedad por barril de lodo

m) Calcule las (lb/bbl) de solido de baja gravedad.

En un barril de sólidos de baja gravedad ($G_E = 2,65$) hay 927,5 libras.

$$\frac{lb}{bbl} \text{ de sólido de baja gravedad} = \left[\frac{V_{BG}}{V_L} \right] * 927,5$$

n) Cálculo de las lb/bbl de sólidos de alta gravedad.

$$\frac{lb}{bbl} \text{ de barita} = \frac{lb}{bbl} \text{ de sólidos totales} - \frac{lb}{bbl} \text{ de sólidos de baja gravedad}$$

Recomendaciones:

- Al sacar el tubo de la retorta de la cámara de calentamiento se debe mantener precaución debido a las altas temperaturas registradas en el; se debe enfriar inmediatamente sumergiéndolo en agua fría.
- En cada prueba remueva la lana de acero que esta dentro de la cámara superior.
- Use una espátula para sacar los materiales secos que han quedado adheridos a las paredes de las cámaras y limpie con cuidado.
- Se debe lubricar las roscas al realizar cada prueba, para evitar que la cámara superior y la inferior queden selladas.

3.6. POTENCIAL DE HIDROGENO

3.6.1. OBJETIVOS:

- Determinar la concentración del ión hidrógeno en el fluido de perforación y proveer la información necesaria para maximizar la solubilidad de los materiales y productos químicos agregados, minimizando la contaminación de las formaciones perforadas.

3.6.2. MATERIALES:

- Peachimetro.
- Muestra de fluido de perforación.

3.6.3. DESCRIPCION DEL EQUIPO:

- **PEACHIMETRO:** Es un equipo que contiene un sistema de electrodos de vidrio frágil compuesto de:
 - a) electrodo de pared delgada; constituido por una sustancia electrolítica.
 - b) Un electrodo de referencia, rodeado de cloruro de potasio, el cual establece un flujo eléctrico con el lodo.

El electrodo de referencia y el cloruro se encuentra dentro de un tubo de vidrio especial.

- c) Un amplificador eléctrico. El potencial eléctrico generado en el electrodo de referencia por los iones hidrógeno contenidos en el lodo es amplificado y hace operar el medidor digital el cual indica el pH.
- d) Cilindro de prueba para tomar la muestra de lodo.
- e) Controlador de temperatura y pH.

El peachimetro es extremadamente delicado y se debe manejar con gran cuidado; después de cada uso limpie el electrodo de referencia mezclándolo suavemente en agua destilada; seque con una tela suave y cuide de no golpear la punta del vidrio.



Figura 29. Peachimetro

3.6.4. PROCEDIMIENTO

- Realice ajustes para colocar en funcionamiento el aparato:
 - a) Conecte una fuente de 110 voltios.
 - b) Con el selector de temperatura ajuste a la temperatura deseada.
 - c) Coloque el selector de pH.
- Oprima el botón “Stand-by” para colocar el peachimetro en cero. Calibre el medidor con soluciones preconocidas.
- Lave con agua destilada el extremo del electrodo de referencia; colóquelo dentro de la muestra de prueba. Rote el fluido alrededor del electrodo. Girando el cilindro de prueba.
- Oprima el botón “Read” y lea directamente el pH en la pantalla del aparato.
- Tenga presente que el pH del lodo debe coincidir con el pH y temperatura a la cual los productos químicos deben trabajar para obtener un mejor rendimiento y eficiencia.

Rangos recomendados de pH para varios tipos de lodos son mostrados a continuación:

Tipo de Lodo	Rango de pH
Agua – Bentonita	8 – 9
Lignosulfonato, yeso	9,5 – 10,5
Cal	12 – 14
KCl	7 – 10
Sal	10,5 – 11,5
Polímeros	Generalmente de 9

4. LABORATORIO DE AGUAS

4.1. CONCENTRACIÓN DE HIDRÓGENOS (PH) POR MÉTODO ELECTROMÉTRICO (PH METRO)

4.1.1. OBJETIVOS

- Determinar la concentración del ión hidrógeno en una muestra de agua para así conocer su tendencia básica o alcalina por medio del método electrométrico.

4.1.2. MATERIALES:

- Peachimetro.
- Muestra de análisis.

4.1.3. DESCRIPCION DEL EQUIPO:

- **PEACHIMETRO:** Es un equipo que contiene un sistema de electrodos de vidrio frágil compuesto de:
 - a) Electrodo de pared delgada; constituido por una sustancia electrolítica.
 - b) Un electrodo de referencia, rodeado de cloruro de potasio, el cual establece un flujo eléctrico con el lodo. El electrodo de referencia y el cloruro se encuentra dentro de un tubo de vidrio especial.
 - c) Un amplificador eléctrico. El potencial eléctrico generado en el electrodo de referencia por los iones hidrógeno contenidos en el lodo es amplificado y hace operar el medidor digital el cual indica el pH.
 - d) Cilindro de prueba para tomar la muestra de lodo.
 - e) Controlador de temperatura y pH.

El peachimetro es extremadamente delicado y se debe manejar con gran cuidado; después de cada uso limpie el electrodo de referencia mezclándolo suavemente en agua destilada; seque con una tela suave y cuide de no golpear la punta del vidrio.



Figura 29. Peachimetro

4.1.4. PROCEDIMIENTO

- Se debe valorar el Peachimetro para garantizar calidad de la caracterización:
 - a) Prenda el medidor de pH y permita que se caliente
 - b) Mida la temperatura de la solución amortiguadora de pH 6.86 y ajuste el medidor con el botón de Temperatura
 - c) Inserte los electrodos en la solución de pH 6.86 y ajuste el pH a este valor en el medidor con el botón de calibrar
 - d) Elevar y enjuagar los electrodo con agua destilada
 - e) Inserte los electrodos en la solución de pH 4.00 y ajuste el pH a este valor en el medidor con el botón de Pendiente (Slope)
 - f) Elevar y enjuagar los electrodos con agua destilada.

- Realice ajustes para colocar en funcionamiento el aparato:
 - a) Conecte una fuente de 110 voltios.
 - b) Con el selector de temperatura ajuste a la temperatura deseada.
 - c) Coloque el selector de pH.

- Oprima el botón “Stand-by” para colocar el peachimetro en cero. Calibre el medidor con soluciones preconocidas.
- Lave con agua destilada el extremo del electrodo de referencia; colóquelo dentro de la muestra de prueba. Rote el fluido alrededor del electrodo. Girando el cilindro de prueba.
- Oprima el botón “Read” y lea directamente el pH en la pantalla del aparato tan pronto esta se estabilice.

4.2. ALCALINIDAD POR TITULACIÓN

4.2.1. OBJETIVOS

- Determinar el contenido alcalino de una muestra por titulación con una solución estándar de ácido.

4.2.2. MATERIALES:

- Acido Sulfúrico, solución 0.02 N.
- Fenolftaleína, Indicador.
- Metil Naranja, Indicador.
- Probeta de 25 ml.
- Bureta.
- Muestra de análisis.
- Erlenmeyer de 50 ml.

4.2.3. DESCRIPCION DEL EQUIPO:

La alcalinidad en el agua tanto natural como tratada, usualmente es causada por la presencia de iones carbonatos ($\text{CO}_3^{=}$) y bicarbonatos (HCO_3^{-}), asociados con los cationes Na^{+} , K^{+} Ca^{+2} y Mg^{+2} .

La alcalinidad se determina por titulación de la muestra con una solución valorada de un ácido fuerte como el H_2SO_4 o HCl , mediante dos puntos sucesivos de equivalencia, indicados ya sea por medios potenciométricos o por medio del cambio de color utilizando dos indicadores ácido-base adecuados.

La titulación es una de las técnicas más comunes en la química analítica para la determinación de la concentración de sustancias en solución.

La titulación se efectúa en dos etapas sucesivas, definidas por los puntos de equivalencia para los bicarbonatos y el ácido carbónico, los cuales se indican electrométricamente por medio de indicadores.

FENOFTALEINA: La fenolftaleína es incolora para valores de $pH < 8.3$ y vira a un color rosado a $pH > 8.3$.

Es decir, la fenolftaleína pasa de incolora en medio ácido a color rosa en medio básico.

METIL NARANJA: Este es de color amarillo para valores $pH > 4.5$ (en presencia de las formas de alcalinidad) y vira a color naranja en condiciones ácidas.

4.2.4. PROCEDIMIENTO

- Se debe valorar la solución de H_2SO_4 para garantizar calidad de la caracterización:

Colocar 15.0 ml de la solución de Na_2CO_3 0.01N en un Erlenmeyer de 125 ml. y agregar 3 gotas de azul de bromofenol. La muestra adquiere un color azul, titular con solución de H_2SO_4 hasta que aparezca un color verde.

Calcular la normalidad del H_2SO_4 :

$$N_{H_2SO_4} = \frac{V_{Na_2CO_3} * N_{Na_2CO_3}}{V_{H_2SO_4}}$$

$N_{H_2SO_4}$ = Normalidad de la solución de H_2SO_4 .

$V_{Na_2CO_3}$ = volumen de la solución de Na_2CO_3

$N_{Na_2CO_3}$ = Normalidad de la solución de Na_2CO_3

$V_{H_2SO_4}$ = Volumen de la solución de H_2SO_4 gastados en la titulación.

- Colocar 5 ml de muestra de agua en un Erlenmeyer de 125 ml.
- Agregar tres o cuatro gotas de Fenolftaleína.



Figura 30. Adición de Fenolftaleína a una muestra

- Si se desarrolla coloración rosada o roja, continuar con el siguiente paso; si no hay coloración omitirlo y reportar CERO la alcalinidad a la fenolftaleína.
- Titular con la solución ácida hasta que la coloración desaparezca. (suspender la adición de ácido tan pronto esto suceda).
- Agregar dos gotas de Metil Naranja, si la muestra toma coloración amarilla, continuar con el siguiente paso. Si la coloración es roja, dar por terminada la prueba y reportar CERO en la columna de alcalinidad al metil naranja.
- Titular con la solución ácida (Acido Sulfúrico) hasta que el color amarillo cambie a rosado salmón claro.



Figura 31. Titulación con Acido Sulfúrico

- Reportar los ml de ácido gastados y su normalidad.
- Determinar los meq/L de iones carbonatos (CO_3^{2-}) y bicarbonatos (HCO_3^-)

$$\text{mg/L de CaCO}_3 = \frac{V \text{ H}_2\text{SO}_4 * 0.02 * 50000}{V \text{ muestra}}$$

$V \text{ H}_2\text{SO}_4$ = Mililitros utilizados de H_2SO_4 en la titulación.
 0.02 = Normalidad del H_2SO_4 .
 $V \text{ muestra}$ = Mililitros de la muestra.

pH	CO_2	HCO_3^-	CO_3^{2-}
4	0.996	0.004	1.25×10^{-9}
5	0.962	0.038	1.20×10^{-7}
6	0.725	0.275	9.1×10^{-5}
7	0.208	0.792	2.6×10^{-4}
8	0.025	0.972	3.2×10^{-3}
9	0.003	0.966	0.031
10	0.000	0.757	0.243

4.3. DETERMINACIÓN DE CLORUROS POR EL MÉTODO DE MOHR.

4.3.1. OBJETIVOS

- Determinar el contenido de ion cloruro del agua por medio de titulación.

4.3.2. MATERIALES:

- Nitrato de Plata, solución 0.0282 N.

- Cromato de Potasio, Indicador.
- Pipeta de 5 ml.
- Muestra de análisis.
- Bureta.
- Agua destilada.
- Erlenmeyer de 50 ml.

4.3.3. DESCRIPCION DEL EQUIPO:

NITRATO DE PLATA: Cristales rombiclos, inodoros, transparentes, sabor cáustico, metilico amargo y venenoso es estable y no se oscurece en presencia de aire puro pero se oscurece en presencia de materia orgánica.

4.3.4. PROCEDIMIENTO

- Se debe valorar la solución de Nitrato de plata para garantizar calidad de la caracterización:

Colocar 15 ml de la solución de NaCl 0.01N en un Erlenmeyer de 125 ml. y agregar 3 gotas de cromato de potasio. La muestra adquiere un color amarillo, titular con solución de AgNO₃ hasta que aparezca el vire color rojo ladrillo.

Calcular la normalidad del AgNO₃:

$$N_{AgNO_3} = \frac{V_{NaCl} * N_{NaCl}}{V_{AgNO_3}}$$

N AgNO₃ = Normalidad de la solución de AgNO₃.

V NaCl = volumen de la solución de NaCl

N NaCl = Normalidad de la solución de NaCl.

V AgNO₃ = Volumen de la solución de AgNO₃ gastados en la titulación.

- Medir con la Pipeta .una cantidad de muestra.
- Transferirla al erlenmeyer.
- Adicionar un poco de agua destilada ya que esta permite apreciar mejor el punto final de la titulación.

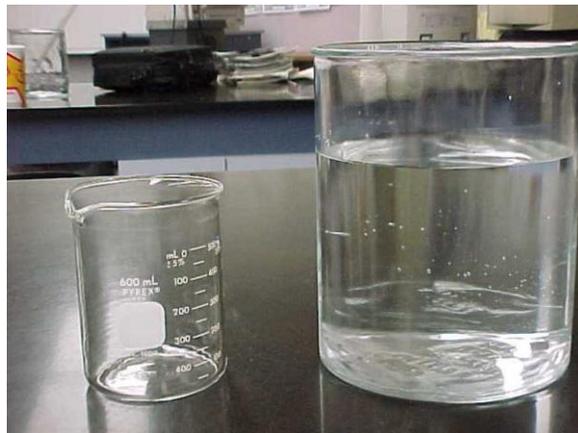


Figura 32. Agua destilada

- Agregar dos gotas de indicador y agitar.
- Titular con la solución de Nitrato de Plata hasta que el color amarillo cambie a rosado muy tenue. No esperar la coloración roja.

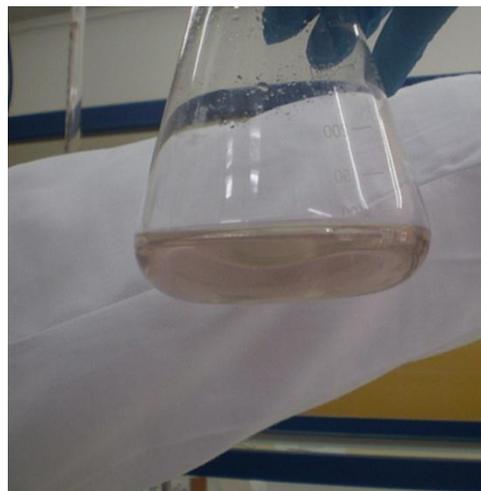


Figura 33. Titulación con Nitrato de Plata

- Reportar los mililitros utilizados de Nitrato de plata.
- Determinar los meq/L (mili equivalentes sobre litro) de cloruros a partir de la siguiente fórmula:

$$\frac{\text{meq}}{\text{L}} \text{ de cloruros} = \frac{V \text{ Nitrato de plata} * 0.0282 * 1000}{V \text{ muestra}}$$

V Nitrato de plata = Mililitros utilizados de Nitrato de plata en la titulación.

0.0282= Normalidad del Nitrato de plata.

V muestra= Mililitros de la muestra.

4.4. DETERMINACIÓN DE DUREZA TOTAL (MÉTODO TITULOMÉTRICO DE EDTA)

4.4.1. OBJETIVOS

- Determinar la dureza de calcio y magnesio del agua por medio de titulación por medio de un agente secuestrante en presencia de un agente orgánico sensible a los iones de calcio y a los de magnesio.

4.4.2. MATERIALES:

- Solución tituladora de dureza – EDTA.
- Solución Estabilizadora de Dureza Total.
- Polvo indicador de Dureza de Total.
- Pipeta de 5 ml.
- Erlenmeyer de 100 ml.
- Muestra de análisis.

4.4.3. DESCRIPCION DEL EQUIPO:

El agua contiene, entre otras sales, CaCO_3 y MgCO_3 . Estas son la confieren al agua la denominada dureza. Este parámetro es indicativo directo de la calidad del agua y es uno de los más importantes.

Este método esta basado en la cuantificación de los iones calcio y magnesio por titulación con el EDTA y su posterior conversión a Dureza Total expresada como CaCO_3 .

4.4.4. PROCEDIMIENTO

- Se debe valorar la solución tituladora EDTA para garantizar calidad de la caracterización:

Colocar 5 ml de solución de CaCl_2 en un Erlenmayer de 125 ml, añadir 5 gotas de solución buffer de pH 10 y 3 gotas de indicador de Eriocromo negro T, aparece un color púrpura en presencia de iones de calcio y magnesio, y se procede a titular con la solución de EDTA cuya normalidad se desea conocer, se termina hasta la aparición de un color azul.

Calcular la normalidad del EDTA:

$$N_{EDTA} = \frac{V_{CaCl_2} * N_{CaCl_2}}{V_{EDTA}}$$

N_{EDTA} = Normalidad de la solución de EDTA.

V_{CaCl_2} = volumen de la solución de CaCl_2

N_{CaCl_2} = Normalidad de la solución de CaCl_2

V_{EDTA} = Volumen de la solución de EDTA gastados en la titulación.

- Medir con la pipeta una cantidad de muestra y depositarla en el erlenmeyer.

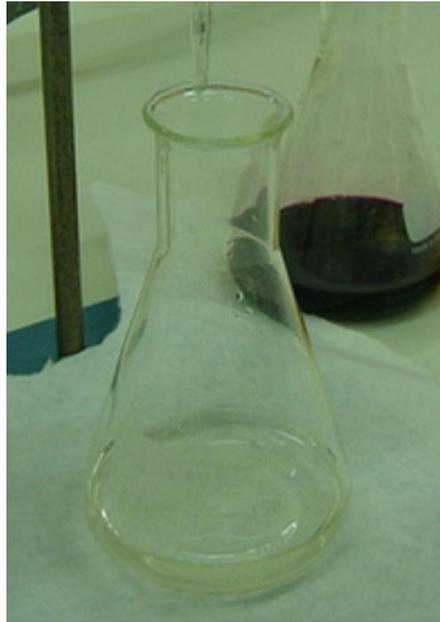


Figura 34. Muestra en erlenmeyer

- Agregar un mililitro de solución estabilizadora de Dureza Total y agitar.
- Añadir UNA medida de Polvo Indicador de Dureza Total. Agitar hasta disolver el indicador.
- Titular con la solución EDTA hasta que el color morado cambie a azul.

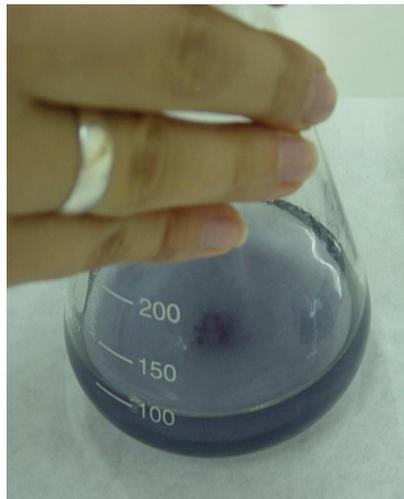


Figura 35. Titulación con EDTA

- Reportar el volumen de EDTA utilizado (mililitros gastados para lograr el proceso anterior).
- Determinar los meq/L (mili equivalentes sobre litro) de calcio y magnesio a partir de la siguiente fórmula:

$$\frac{meq}{L} \text{ de Ca y Mg} = \frac{V_{EDTA} * N_{EDTA} * 1000}{V_{muestra}}$$

V EDTA= Mililitros de EDTA utilizados durante la titulación.

N EDTA= Normalidad EDTA.

V muestra= Mililitros de muestra.

4.5. CONTENIDO DE Ca, MÉTODO TITULOMÉTRICO DE EDTA

4.5.1. OBJETIVOS

- Determinar la dureza cálcica del agua por medio de titulación por medio de un agente secuestrante en presencia de un agente orgánico sensible a los iones de calcio e insensible a los de magnesio.

4.5.2. MATERIALES:

- Solución tituladora de dureza – EDTA.
- Solución Estabilizadora de Dureza de Calcio.
- Polvo indicador de Dureza de calcio.
- Pipeta de 5 ml.
- Muestra de análisis.
- Erlenmeyer de 50 ml.

4.5.3. DESCRIPCION DEL EQUIPO:

La alcalinidad del agua se determina por titulación con ácido sulfúrico (ácido fuerte) y se expresa como mg/l de CaCO₃ (carbonato de calcio) equivalente a la alcalinidad determinada.

La Dureza cálcica es el contenido de calcio expresado en mg/L, cuyo valor óptimo es de 100 mg/L y el valor máximo 200mg/L.

Los iones procedentes de la solución de ácido neutralizan los iones OH⁻ (hidroxilo) libres y los disociados por concepto de la hidrólisis de carbonatos y bicarbonatos.

4.5.4. PROCEDIMIENTO

- Se debe valorar la solución tituladora EDTA para garantizar calidad de la caracterización:

Colocar 5 ml de muestra de la solución de CaCl₂ 0.01 N en un matraz erlenmeyer de 125 ml, añadirle 5 gotas de NaOH 4N, enseguida agregarle 50 mg de Murexide y finalmente titular con EDTA (sal disódica) hasta un cambio de vire de rosa a púrpura.

Calcular la normalidad del EDTA:

$$N_{EDTA} = \frac{V_{CaCl_2} * N_{CaCl_2}}{V_{EDTA}}$$

N EDTA= Normalidad de la solución de EDTA.

V CaCl₂= volumen de la solución de CaCl₂

N CaCl₂= Normalidad de la solución de CaCl₂

V EDTA = Volumen de la solución de EDTA gastados en la titulación.

- Medir con la pipeta una cantidad de muestra y depositarla en el erlenmeyer.



Figura 36. Pipeta y erlenmeyer

- Agregar un mililitro de solución estabilizadora de Dureza de Calcio y agitar.
- Añadir UNA medida de Polvo Indicador de dureza de Calcio. Agitar hasta disolver el indicador.



Figura 37. Polvo indicador de dureza de calcio

- Titular con la solución EDTA hasta que el color rojizo o rojo cambie a violeta.
- Reportar el volumen de EDTA utilizado (mililitros gastados para lograr el proceso anterior).

- Determinar los meq/L (mili equivalentes sobre litro) de calcio y magnesio a partir de la siguiente fórmula:

$$\frac{meq}{L} \text{ de } Ca = \frac{V \text{ EDTA} * N \text{ EDTA} * 1000}{V \text{ muestra}}$$

V EDTA= Mililitros de EDTA utilizados durante la titulación.

N EDTA= Normalidad EDTA.

V muestra= Mililitros de muestra.

4.6. CONTENIDO DE H₂S, MÉTODO YODIMÉTRICO

4.6.1. OBJETIVOS

- Determinar el contenido de sulfuro de hidrogeno del agua por medio de titulación en la adición de una solución estándar de Yodo.

4.6.2. MATERIALES:

- Sodio Tiosulfato 0.01N, Solución tituladora.
- Yoduro de Potasio, Cristales.
- Yodo, Solución 0.01 N.
- Almidón en solución, Indicador.
- Pipeta volumétrica de 10 ml.
- Erlenmeyer de 250 ml.
- Probeta de 100 ml.
- Muestra de análisis.
- Agua destilada.

4.6.3. DESCRIPCION DEL EQUIPO:

SODIO TIOSULFATO: Gran cantidad de métodos se basan en las propiedades reductoras del Ion yoduro. El yodo, producto de la reacción, se titula normalmente con una solución estándar de tiosulfato de sodio con almidón como indicador.

Las soluciones de tiosulfato de sodio se estandarizan convenientemente por titulación del yodo producido cuando un exceso no medido de yoduro de potasio se adiciona a un volumen conocido de una solución ácida estándar de yodato de potasio.

4.6.4. PROCEDIMIENTO

- Con la pipeta volumétrica medir 10 ml de la solución de yodo y depositarlos en el erlenmeyer.
- Agregar una medida (aproximadamente 1 gr) de yoduro de potasio.
- Agitar hasta disolver el yoduro.
- En la probeta medir 100 ml de muestra.



Figura 38. Probeta con muestra

- Deslizar el agua por las paredes de la probeta con el fin de evitar en lo posible la entrada de aire.
- Pasar los 100 ml de muestra al erlenmeyer. Conservar las mismas precauciones del punto anterior.
- Agitar suavemente.
- Adicionar un goterado (aproximadamente 1 ml de Solución de Almidón).
- Titular con la solución de Sodio Tiosulfato hasta que desaparezca la coloración AZUL.

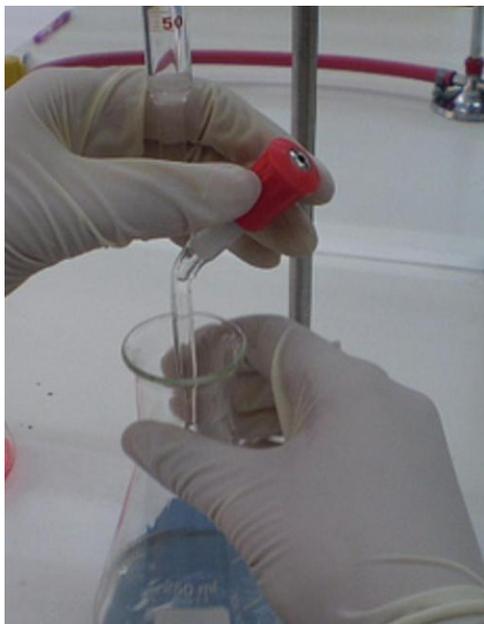


Figura 39. Titulación con solución de Sodio Tiosulfato

- Suspender la adición tan pronto se elimine la coloración. Reportar el volumen utilizado de Sodio Tiosulfato en la titulación.
- Para el cálculo de los mg/lit ó las ppm de Sulfuro de Hidrógeno, se requiere de un valor que debe determinarse cuando no se conoce. En la fórmula es el valor que corresponde a la letra W, que significa los mililitros de Sodio Tiosulfato gastados en la titulación de un agua que no contiene H₂S. La determinación se realiza con agua destilada.

NOTA: Si al agregar los 100 ml de muestra, el yodo se descoloriza, tomar una menor cantidad de muestra y completar a 100 ml con agua destilada.

Ejemplo: 50 ml de muestra y 50 de agua destilada.

25 ml de muestra y 75 de agua destilada.

4.7. CONTENIDO DE CO₂, TITULACIÓN CARBONATO DE SODIO

4.7.1. OBJETIVOS

- Determinar el contenido de dióxido de carbono del agua por medio de titulación con fenolftaleína como indicador.

4.7.2. MATERIALES:

- Carbonato de Sodio 0.0454 N, Solución tituladora.
- Fenolftaleína, Indicador.
- Probeta de 100 ml.
- Erlenmeyer de 250 ml.
- Muestra de análisis.
- Agua destilada.

4.7.3. DESCRIPCION DEL EQUIPO:

FENOFTALEINA: La fenolftaleína es incolora para valores de pH < 8.3 y vira a un color rosado a pH>8.3.

Es decir, la fenolftaleína pasa de incolora en medio ácido a color rosa en medio básico.

CARBONATO DE SODIO: Polvo blanco giroscópico. Alcalino. Es soluble en agua e insoluble en alcohol.

4.7.4. PROCEDIMIENTO

- Con la probeta medir 100 ml de muestra.
- Deslizar el agua por las paredes de la probeta para evitar la entrada de aire.
- Pasar 100 ml de muestra al erlenmeyer. Conservar las mismas precauciones.
- Agregar 2 ó 3 gotas de Fenolftaleína. Agitar suavemente.



Figura 40. Adición de fenolftaleína

- Si al agregar el indicador la muestra permanece incolora, titular con la solución de Carbonato de Sodio hasta que aparezca una coloración rosada tenue, que permanezca por lo menos durante quince segundos.

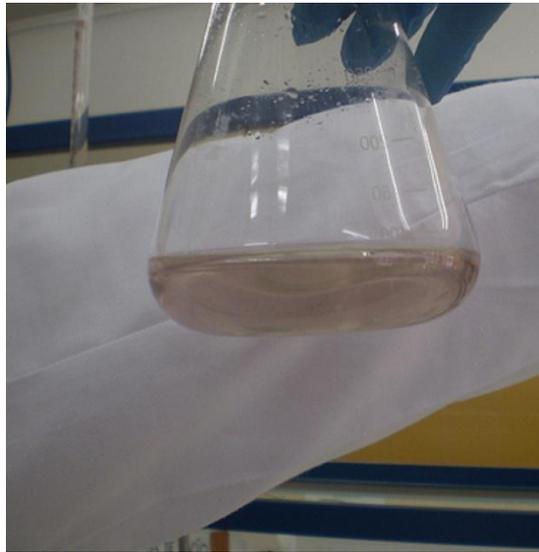


Figura 41. Titulación con solución de Carbonato de Sodio

- Reportar los mililitros de Carbonato de Sodio utilizados.

4.8. CONTENIDO DE OXIGENO DISUELTO, MÉTODO DE WINKLER

4.8.1. OBJETIVOS

- Determinar la cantidad de gas disuelto en el agua por medio del método WINKLER.

4.8.2. MATERIALES:

- Tiosulfato de sodio 0.01 N (Solución Tituladora).
- Sulfato Manganoso.
- Yoduro Alcalino.
- Almidón solución, Indicador.

- Acido Sulfúrico, Solución al 50%.
- 3 Pipetas volumétricas de 2 ml.
- Probeta plástica de 250 ml
- Erlenmeyer de 250 ml.
- Botellas de oxígeno disuelto de 300 ml.
- Muestra de análisis.

4.8.3. DESCRIPCION DEL EQUIPO:

SODIO TIOSULFATO: Gran cantidad de métodos se basan en las propiedades reductoras del Ion yoduro. El yodo, producto de la reacción, se titula normalmente con una solución estándar de tiosulfato de sodio con almidón como indicador.

Las soluciones de tiosulfato de sodio se estandarizan convenientemente por titulación del yodo producido cuando un exceso no medido de yoduro de potasio se adiciona a un volumen conocido de una solución ácida estándar de yodato de potasio.

4.8.4. PROCEDIMIENTO

Los siguientes 3 pasos se deben realizarse inmediatamente después de tomar la muestra, para así fijar el oxígeno disuelto contenido en la botella. En el caso de que no pueda los pueda realizar inmediatamente, coloque las botellas en frío, protegidas de la luz.

- Agregar dos mililitros (2.0 ml) de la solución de Sulfato Manganeso directamente al frasco que contiene TODA la muestra, llevando la pipeta cercana al fondo del frasco.
- Con la otra pipeta volumétrica agregar inmediatamente dos mililitros (2.0 ml) de yoduro alcalino, en igual forma que la adición anterior.

- Tapar el frasco evitando atrapar burbujas de aire y agitar invirtiéndolo unas cuatro o cinco veces.
- Dejar reposar durante 3 (tres) minutos.
- Con la pipeta volumétrica de 2 ml, agregar 2 ml de solución de Acido Sulfúrico. No es necesario introducir la pipeta en la muestra, esta solución se puede dejar correr por el cuello de la botella.

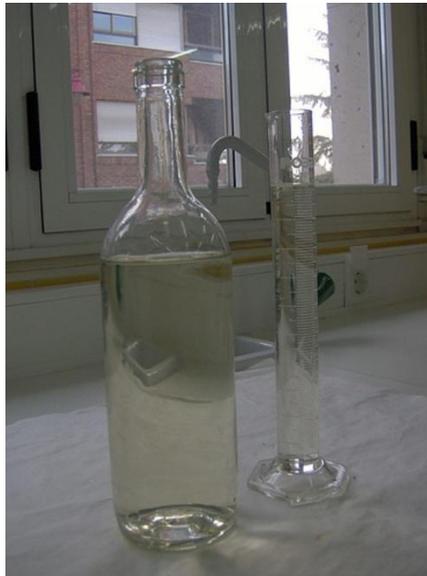


Figura 42. Botellas de oxígeno disuelto

- Tapar el frasco y agitar al hasta la dilución de los flóculos. La muestra acidificada presentará un color amarillo oro.
- Dentro de los cinco minutos siguientes a la adición de ácido (no a los cinco, ni después) realizar la determinación.
- Con la probeta plástica, medir 203 ml de la muestra y depositarlos en el erlenmeyer.

La muestra a titularse debe corresponder a 200mL de la muestra original de agua. Se titulan 203 mL de la muestra acidificada para corregir por el volumen de muestra desplazado por los 2mL del sulfato manganoso y los 2 mL del ioduro alcalino ácida que se añadieron a la muestra.

$$\frac{200ml * 300 ml}{300 ml - 4 ml} = 203 ml$$

- Agregar un goterado del indicador. Si se desarrolla coloración azul el oxígeno está presente. Si permanece incolora, no hay oxígeno.

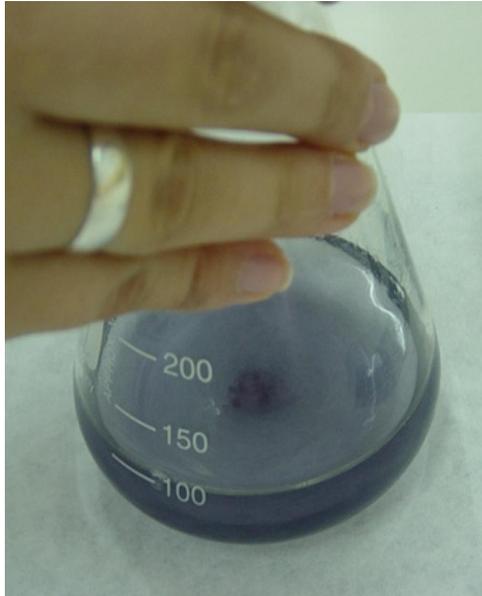


Figura 43. Coloración que indica presencia de oxígeno

- Si la coloración azul aparece, titular con Sodio Tiosulfato hasta que la coloración desaparezca.
- Suspender la adición tan pronto desaparezca el color.

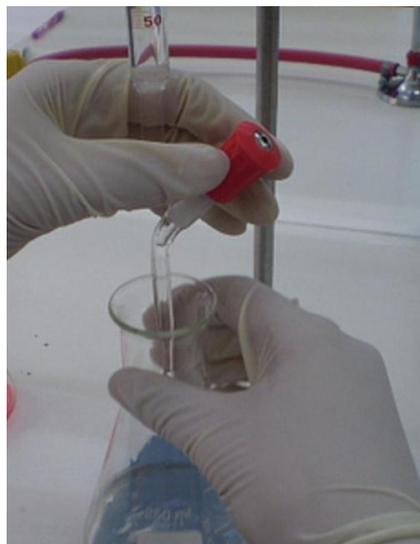


Figura 44. Titulación con Sodio Tiosulfato

- Reportar el volumen utilizado en la titulación.
- Determinar los mg/L (miligramos sobre litro) de oxígeno disuelto a partir de los ml (mililitros de sodio tiosulfato utilizados en la titulación):

$$1 \text{ ml de tiosulfato de sodio} = 1 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \text{ de oxígeno disuelto}$$

4.9. CONTENIDO DE Fe POR ESPECTROFOTÓMETRO

4.9.1. OBJETIVOS

- Determinar el hierro total por espectrofotometría UV-VIS empleando en método de la 1-10 Fenantrolina.

4.9.2. MATERIALES:

- Cubetas para espectrofotómetro.
- Espectrofotómetro.
- Matraces aforados.
- pHmetro.
- Pipetas aforadas de 25 y 50 mL.
- Pipetas de 5 y 10 mL.
- Vasos de precipitados de 100 mL.
- Balanza analítica.
- Bureta de 25 mL.
- Matraz erlenmeyer.
- 1,10-fenantrolina (disolver 0.3081 gramos de ortofenantrolina en agua destilada y llevar a 100 mL de volumen final en un matraz aforado).

- Clorhidrato de hidroxilamina (disolver 5.1284 gramos con agua destilada y llevar a volumen final de 100 mL en un matraz aforado).
- Ácido sulfúrico concentrado.
- Amoníaco.
- Agua destilada.
- Sulfato ferroso amónico.
- Disolución de permanganato de potasio 0,1 M.

4.9.3. DESCRIPCION DEL EQUIPO:

ESPECTOFOTOMETRO: Este instrumento tiene la capacidad de proyectar un haz de luz monocromática (de un largo de onda particular) a través de una muestra y medir la cantidad de luz que es absorbida por dicha muestra. Esto le permite realizar dos funciones:

1. Nos da información sobre la naturaleza de la sustancia en la muestra. Esto podemos lograrlo midiendo la absorbancia (Abs) a distintos largos de onda (λ) y graficar estos valores en función del largo de onda, formando un espectrograma.

Como cada sustancia tiene unas propiedades espectrales únicas, distintas sustancias producen distintos espectrogramas. Esto se debe a que cada sustancia tiene un arreglo de átomos tridimensional particular que hace que cada sustancia tenga características únicas.

Al ser expuestos a la luz del espectrofotómetro, algunos electrones de los átomos que forman las moléculas absorben energía entrando a un estado alterado. Al recuperar su estado original, la energía absorbida es emitida en forma de fotones. Esa emisión de fotones es distinta para cada sustancia, generando un patrón particular, que varía con el largo de onda usado. Dependiendo del largo de onda, será la cantidad de energía absorbida por una sustancia, lo que logra generar un espectro particular al graficar Abs vs λ

2. Nos dice cuanta cantidad de la sustancia que nos interesa está presente en la muestra. La concentración es proporcional a la absorbancia, según la

Ley Beer-Lambert: a mayor cantidad de moléculas presentes en la muestra, mayor será la cantidad de energía absorbida por sus electrones.

CUBETAS: Son unos viales de plástico transparente o cuarzo que dejan pasar la luz. Los mejores para trabajos de investigación son las de cuarzo porque su interferencia al paso de la luz es mínimo. Son más costosas inicialmente pero bien tratadas pueden ser reusables.

Las de plástico vienen con distintas características. Por lo general son desechables, aunque pueden reusarse. El tipo de cubeta plástica a usar depende del rango de luz en el que se van a analizar las muestras. Vienen unas para luz visible, que son las más económicas, y otras para el rango de visible a ultravioleta. Estas son más versátiles.

4.9.4. PROCEDIMIENTO

OBTENCION DE LA CURVA DE CALIBRACION

- Disolver 0,0127 g de sulfato ferroso amónico, con la ayuda de unas gotas de ácido sulfúrico, en un erlenmeyer de 100 mL.
- Añadir con bureta disolución de permanganato de potasio 0,1 M hasta coloración rosa persistente.
- Transferir a un matraz aforado de 100 mL enrasar y homogenizar, ésta disolución madre tiene una concentración de 19.93 ppm.
- Preparar disoluciones de trabajo, transfiriendo a un vaso de precipitados de 100 mL con 50 mL de agua destilada excenta de Hierro, porciones de 0 mL (blanco), 1 mL, 2 mL, 3 mL, 4 mL, 5 mL, 10 mL, 15 mL, 20 mL de disolución madre, junto con 5 mL de solución de clorhidrato de hidroxilamina y 2 mL de solución del reactivo de ortofenantrolina.
- Comprobar y corregir el pH (entre 6 y 9), ayudándose, si ello fuera necesario, de amoníaco ó de ácido sulfúrico.
- Transferir las soluciones de trabajo a matraces aforados de 100 mL, enrasar y homogenizar.
- Esperar un tiempo mínimo de una hora y leer las absorbancias a 505 nm frente a blanco.

- Construir una gráfica representando en las abscisas las concentraciones en miligramo/litro y en ordenadas las absorbancias.

MUESTRAS

- Tomar 50 ml de una muestra y transferir a un vaso de precipitados de 100 ml.
- Añadir 5 ml de la disolución de clorhidrato de hidroxilamina y 2 mL de reactivo de fenantrolina.
- Comprobar que el pH esté entre 6 y 9. Si no es así, corregir con disolución de amoníaco o de ácido sulfúrico.
- Transferir a un matraz aforado de 100 ml, enrasar y homogenizar.
- Esperar un tiempo mínimo de una hora y leer la absorbancia a 505 nm.
- Determinar la concentración de hierro en la muestra.
- Determine el contenido de Fe aplicando a los valores de absorbancia la ecuación de la curva de calibrado:

$\text{Ppm (mg/L) Fe} = \text{Abs leída} * \text{Cte de curva de calibración} * \text{ordenada al origen}$



Figura 45. Espectrofotómetro

4.10. COAGULACIÓN, FLOCULACIÓN Y DECANTACIÓN

4.10.1. OBJETIVOS

- Determinar la dosis óptima o la más adecuada para ser aplicada en el proceso de potabilización de un coagulante o floculante a emplear para la clarificación del agua.

4.10.2. MATERIALES:

- Equipo de jarras.
- 6 Beakers.
- Muestra de análisis.
- Solución de prueba al 1%
- Juego de 6 cubas
- Probeta de 1 lt
- Matraz de aforación de fondo plano
- Pipeta o jeringa para medición del producto
- Jeringas desechables o pipetores.
- Alarma cronométrica.
- Pipeta o manguera.

4.10.3. DESCRIPCION DEL EQUIPO:

- **EQUIPO DE JARRAS:** Consta de un agitador de velocidad variable y 6 posiciones que provee uniformidad de mezcla en todas las jarras o vasos de precipitado (“breakers”) en que se realice la coagulación y floculación.

Básicamente esta es una prueba de asentamiento (sedimentación) y la efectividad del sistema de productos generalmente se juzga según la claridad del líquido sobrenadante, la taza de sedimentación y/o el grado de concentración de sólidos.

En la práctica del tratamiento del agua, el término coagulante indica un agente agregado al agua para facilitar el asentamiento de materias coloidales o finamente divididas que se encuentran en suspensión.

La coagulación comprende dos fases: la mezcla, durante la cual el coagulante disuelto se dispersa rápidamente en el agua mediante fuerte agitación, y la floculación, o agitación del agua a velocidad más baja durante un tiempo mucho más largo, durante el cual las partículas muy pequeñas crecen, se unen y se aglomeran en flóculos o copos hidratados bien definidos con un tamaño suficiente para asentarse fácilmente y ser removidos por la sedimentación.



Figura 46. Equipo de jarras

4.10.4. PROCEDIMIENTO

- Vaciar porciones de 1 lt de muestra en una probeta y agregarla a cada una de las cubas, limpiar la superficie de las cubas para eliminar restos de agua, y colocarlas en el aparato de agitación.

- Preparar una solución al 1%, agregando en un matraz de aforación fondo plano, 1 ml del producto a evaluar con una pipeta o jeringa, y aforar a un litro con agua de la llave, de esta manera 1 ml de la solución de producto equivale a 1 ppm.
- Preparar 6 jeringas o pipetores con las diferentes dosificaciones de la solución al 1% para inyectarlas a cada una de las cubas de menor a mayor, numerándolas del 1 al 6.
- La primera corrida de prueba nos dará la pauta para ubicar el rango de dosificación más adecuado para las condiciones de agua cruda, es decir podemos manejar dosis más cerradas con incrementos de 0.1 en ppm, de esta manera definir la dosis apropiada a nuestro proceso.
- Los aspectos visuales a evaluar durante la prueba por el analista serán los siguientes:
 - a) Tiempo de formación de floc (segundos, minutos).
 - b) Tamaño de floc (de acuerdo a la clasificación del registro).
 - c) Cantidad de sobrenadante.
 - d) Barrido de color.



Figura 47. Prueba de jarras.

- Después de haber anotado los aspectos visuales en el registro correspondiente y haber concluido los tiempos y velocidades de agitación del proceso, simulados en esta prueba, tomar una muestra representativa y

suficiente de cada una de las cubas con una manguera o pipetor, teniendo cuidado de no remover el floc formado o sobrenadante.

- Determinar turbidez, color y pH final a cada una de las muestras.

5. METODOLOGIA

- **Métodos de análisis**

La metodología a seguir se basó en el análisis, estudio y aplicación de diferentes reglamentos y especificaciones técnicas ya existentes en la bibliografía consultada y en la actualización de las mismas, para así cumplir parámetros y normas específicas de calidad que garantizó resultados confiables en las pruebas realizadas.

- **Diseño metodológico**

Visitas al laboratorio

- Se recorrió el laboratorio para conocer su funcionamiento y los procesos cotidianos que se llevan a cabo en él.
- Se consultó la documentación existente referente a las pruebas realizadas en el laboratorio.
- Se adquirió información a través de comunicación directa con el personal del laboratorio.

Consulta Bibliográfica

- Se Revisó la documentación existente en cuanto a los reglamentos, especificaciones técnicas e ICONTEC; tanto en la empresa, como en la bibliografía especializada, de las siguientes pruebas:

LABORATORIO DE CRUDOS:

- Gravedad API (Hidrómetro).
- Gravedad API (Picnómetro).
- Contenido de agua por destilación.
- Agua y sedimento - BSW por Centrifuga.
- Prueba de botellas. Por Centrifuga.

LABORATORIO DE LODOS:

- Densidad del lodo (Peso del lodo - BALANZA DE LODOS).

- Viscosidad del lodo (EMBUDO DE MARSH).
- Viscosidad del lodo (VISCOSIMETRO ROTATIVO)
- Contenido de arena por Tamizado.
- Contenido de líquidos y sólidos (RETORTA).
- Concentración de hidrógenos (pH).

LABORATORIO DE AGUAS:

- Concentración de hidrógenos (pH) por Método Electrométrico (pH metro)
- Alcalinidad por Titulación ácido sulfúrico (Método Normalizado 2320)
- Determinación de cloruros por el Método de Mohr.
- Determinación de dureza (Método Titulométrico de EDTA)
- Contenido de Ca, Método Titulométrico de EDTA
- Contenido de H₂S, Método Yodimétrico
- Contenido de CO₂, Titulación Carbonato de Sodio
- Contenido de OD, Método de Winkler
- Contenido de Fe por medio del espectrofotómetro.
- Coagulación, floculación y decantación.

Acompañamiento al Personal en las Operaciones

- Se acompañó al personal a realizar los procedimientos que se llevan a cabo en los diferentes procesos para tener una representación de estos
- Se estuvo presente en la actividad y se tomó nota de ésta para luego analizarla.

Entrevista

- Se conversó con los trabajadores que poseían mayor experiencia y conocimiento del laboratorio.
- Se Verificó los resultados obtenidos con otras personas.
- Se Validó la información recopilada en los textos con personal competente.

Fuentes de información

La información que se requirió para este análisis se recopiló de informes, textos, Internet, entrevistas y asesorías de personas expertas que laboran en el área.

6. RESULTADOS

- Se analizaron y estudiaron los reglamentos de la API, ASTM, ICONTEC y especificaciones técnicas existentes en la bibliografía consultada.
- Se logró el cumplimiento de parámetros y normas específicas de calidad que garantizaron el óptimo resultado de las pruebas.
- Los instrumentos y equipos usados en el laboratorio, trabajaron de forma correcta garantizando la calidad de los resultados.
- Se verificó la información recopilada de los textos con personal competente.
- Se verificó la información obtenida mediante personal competente.

7. CONCLUSIONES

Del estudio y elaboración del manual de procedimientos para la caracterización de crudos, lodos y aguas, se obtuvieron las siguientes conclusiones:

- El manual enseña los procedimientos adecuados en la caracterización de crudos, lodos y aguas utilizando un conjunto de instrumentos y equipos especialmente diseñados para el estudio del comportamiento de los mismos.
- El manual de procedimientos práctico se planteó y se diseñó de una forma clara y sencilla, para facilitar su comprensión y su utilización en el trabajo del laboratorio.
- El propósito del manual de procedimientos práctico es enseñar como conducir pruebas estándar para la caracterización de crudos, lodos y aguas.
- Todas las pruebas de éste manual de procedimientos para la caracterización de crudos, lodos y aguas se encuentran establecidas según las normas API y ASTM.
- El manual de procedimientos práctico cuenta con una guía que involucra fotografías y diagramas de los procedimientos llevados en el laboratorio.

8. RECOMENDACIONES

- Es de gran importancia tener presente las normas por las cuales se rigen los procedimientos a realizar. Debido a esto se recomienda realizar la actualización de las normas correspondientes a cada prueba con las cuales se trabajó para la elaboración de este manual.

A continuación se mencionan las normas que se tuvieron presentes para así garantizar el aval de las mismas:

Laboratorio de crudos:

Gravedad °API: norma ASTM D-287. Standard Test Method for API Gravity of crude Petroleum and Petroleum Products (Hydrometer method). ASTM International. January 2005; y ASTM D369 Standard Test Method for Specific Gravity. ASTM International July 2005.

Porcentaje de agua por destilación: norma ASTM D-4006. Standard Test Method for Water in Crude Oil by Distillation.

Porcentaje de agua y sedimentos mediante centrifugación: norma ASTM D4007. Standard Test Method for Water in Crude Oil by Centrifuge Method (Laboratory Procedure).

Laboratorio de lodos:

La norma API RP 13 B-1 Recommended Practice Standard Procedure for Field Testing Water-Based Drilling Fluids. Third Edition. American Petroleum Institute / 01-Nov-2003; especifica procedimientos estándares para determinar las características de fluidos de perforación base agua y la norma API RP 13 D Recommended Practice on the Rheology and Hydraulics of Oilwell Drilling Fluids, Fifth Edition. American Petroleum Institute / 01-Jun-2006; indica las prácticas y procedimientos recomendados para estandarizar los métodos de determinación y cálculos de hidráulicas y reologías para fluidos de perforación.

Laboratorio de aguas:

Para conocer las características químicas del agua connata se utilizó la norma API RP 45 Recommended Practice for Analysis of Oilfield waters, American Petroleum Institute, Third Edition. 01-Aug-1998; utilizando métodos de titulación y espectrofotométricos, entre otros. Y el pH se determinó con el peachímetro.

- Complementar el presente manual teniendo en cuenta la existencia de otros métodos, con los cuales se pueden realizar las diferentes caracterizaciones.
- Optimizar las pruebas de caracterización, acoplando nuevos equipos e instrumentos, teniendo en cuenta los avances tecnológicos que se puedan instaurar.
- Realizar la validación de las pruebas establecidas en éste manual de procedimientos para la caracterización de crudos, lodos y aguas; de acuerdo a lo estipulado en el ANEXO C.

BIBLIOGRAFIA

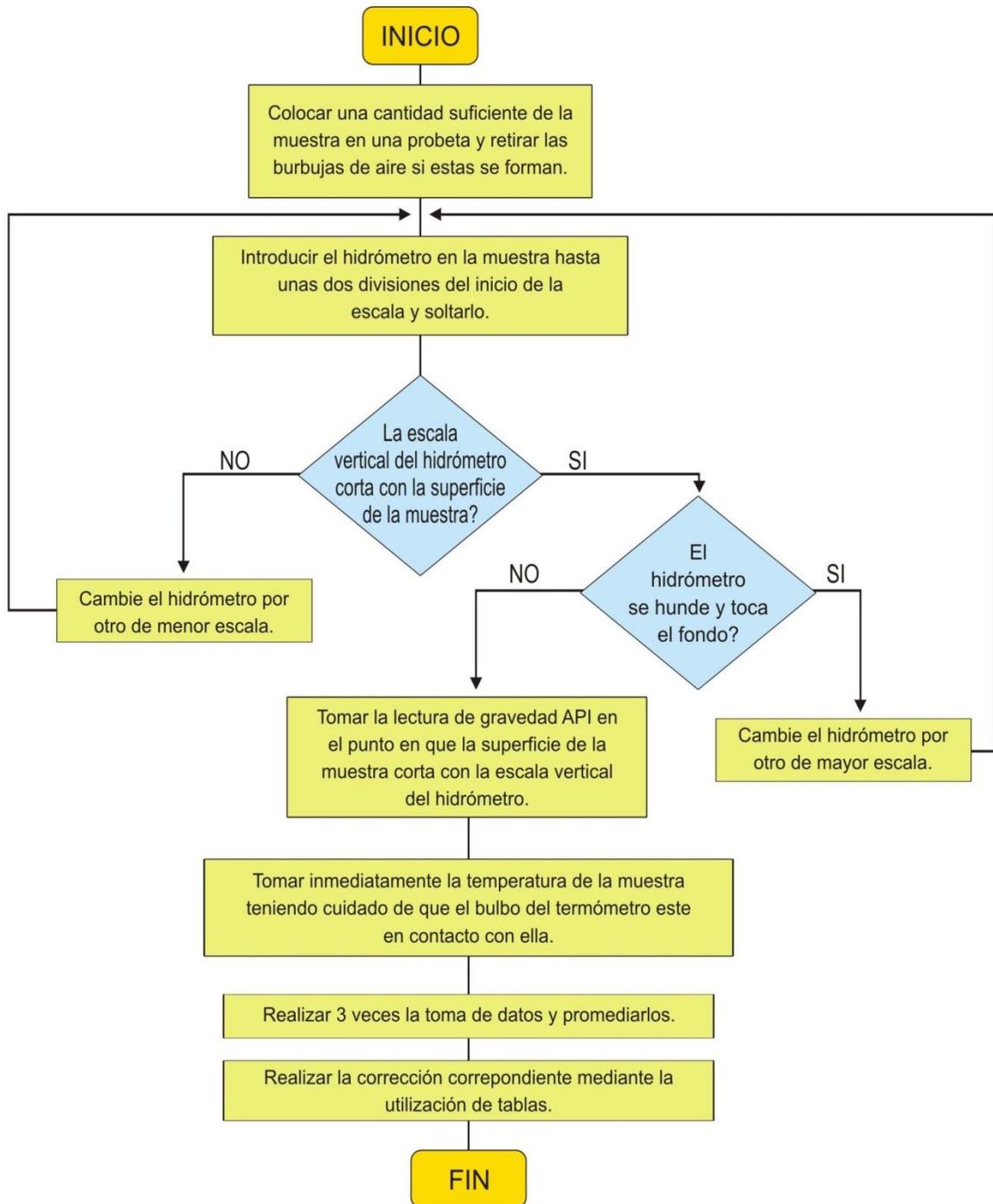
- Manual de Procedimientos y Ensayo, ATP Ingeniería LTDA (Hocol), Asistencia Técnica Profesional, 1999.
- Manual de Procedimientos y Ensayo, Laboratorio de Fluidos Sección Crudo y Gas, ATP Ingeniería LTDA, Asistencia Técnica Profesional, 2000.
- Manual de Procedimientos y Ensayo, Laboratorio de Aguas, ATP Ingeniería LTDA, Asistencia Técnica Profesional, 2000.
- Reestructuración Teórico Practica del Laboratorio de Lodos y Cementos, Universidad Industrial de Santander, Facultad de Fisicoquímica, Departamento de Ingeniería de petróleos, 2001.
- ASTM D-287 Standard Test Method for API Gravity of crude Petroleum and Petroleum Products (Hydrometer method). ASTM International. January 2005
- ASTM D-369 Standard Test Method for Specific Gravity. ASTM International. July 2005
- ASTM D-4006 Standard Test Method for Water in Crude Oil by Distillation. March 2005
- Norma ASTM D-4007 Standard Test Method for Water in Crude Oil by Centrifuge Method (Laboratory Procedure). March 2005
- API RP 45, Recommended Practice for Analysis of Oilfield waters, American Petroleum Institute, Third Edition. 01-Aug-1998.
- ASTM D1125 Test Methods for Electrical Conductivity and Resistivity of water.

- API RP 13B1 Recommended Practice Standard Procedure for Field Testing Water-Based Drilling Fluids. Third Edition. American Petroleum Institute / 01-Nov-2003
- API RP 13D1 Recommended Practice on the Rheology and Hydraulics of Oil-well Drilling Fluids, Fifth Edition. American Petroleum Institute / 01-Jun-2006
- NTC-ISO/IEC 17025, Requisitos Generales para la Competencia de los Laboratorios de Ensayo y Calibración. Norma Técnica Colombiana. 2005.
- Decreto 1594. USOS DEL AGUA Y RESIDUOS LIQUIDOS. 1984.

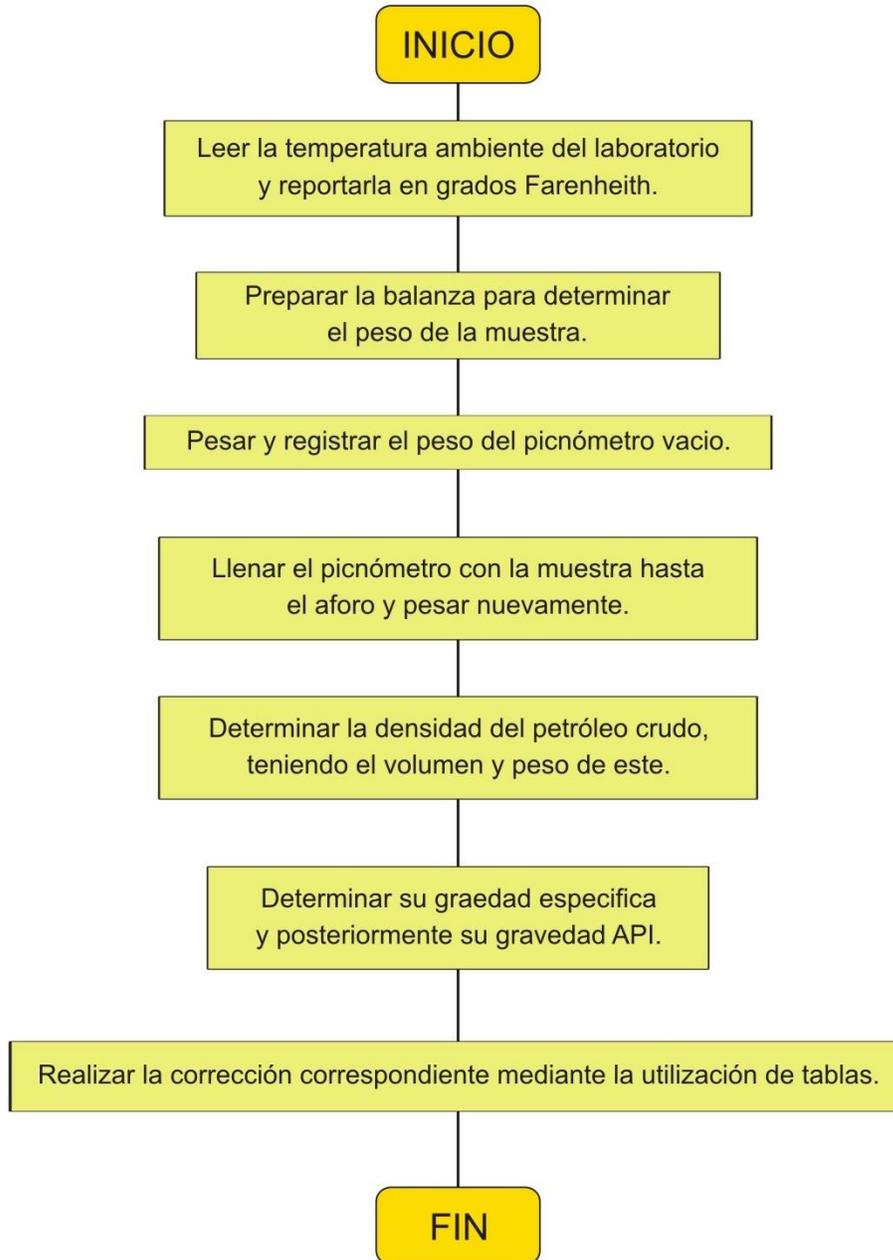
ANEXOS

ANEXO A. Diagramas de flujo.

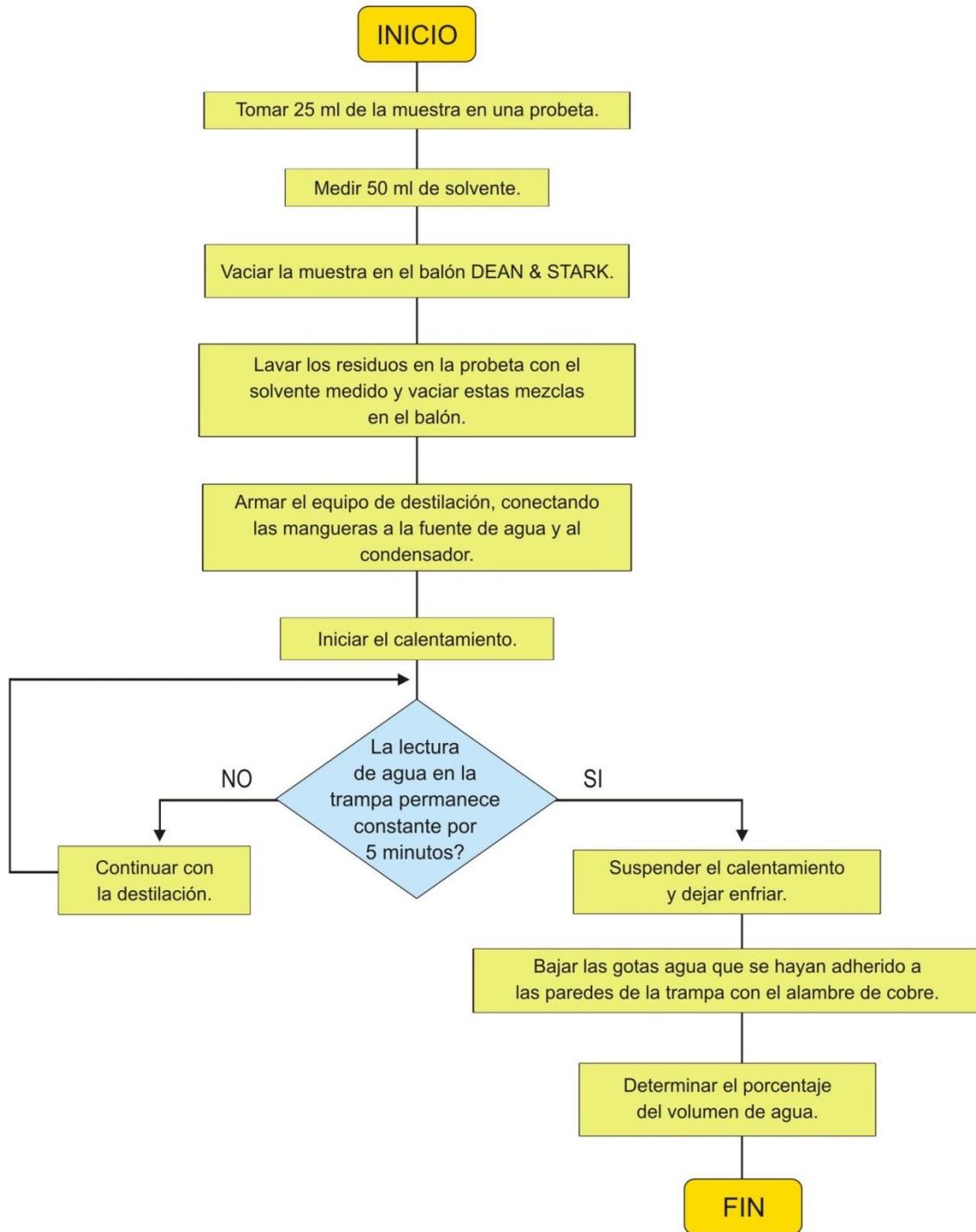
• GRAVEDAD API (MÉTODO DEL HIDRÓMETRO)



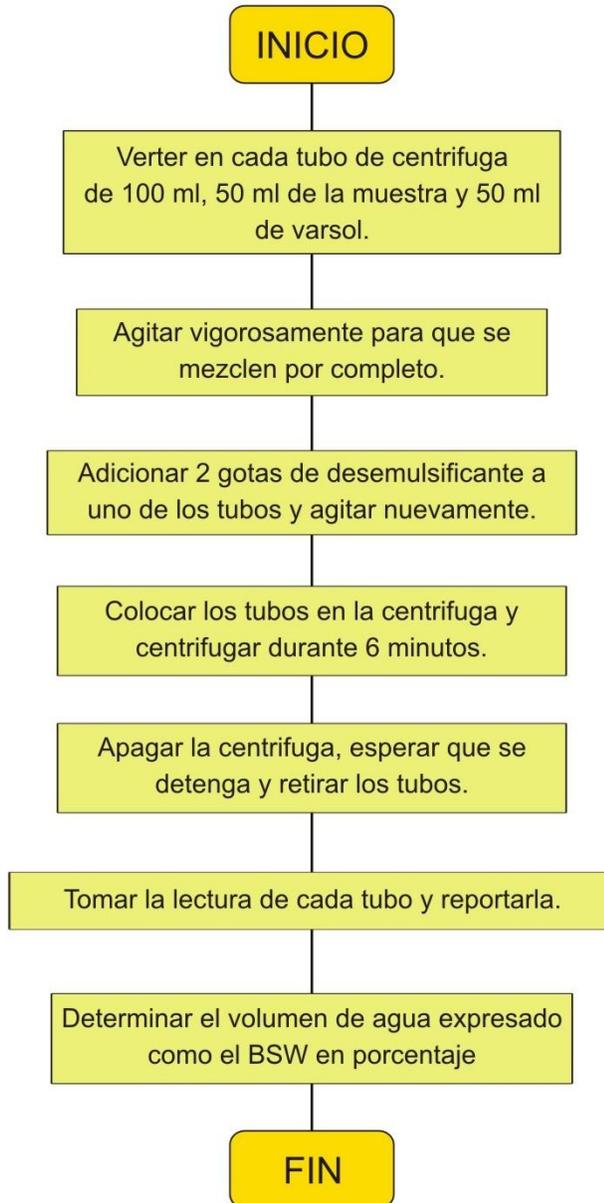
- **GRAVEDAD API METODO DEL PICNOMETRO**



• CONTENIDO DE AGUA POR DESTILACIÓN

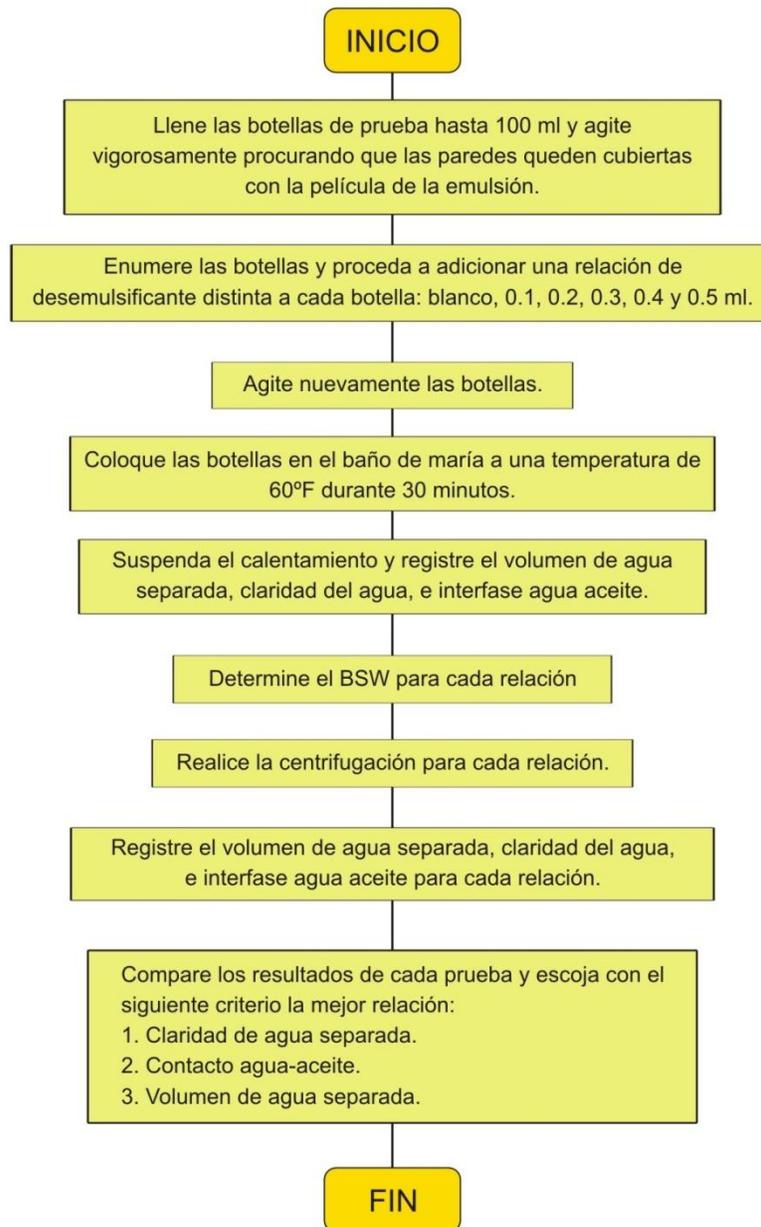


- **AGUA Y SEDIMENTO - BSW POR CENTRIFUGA**

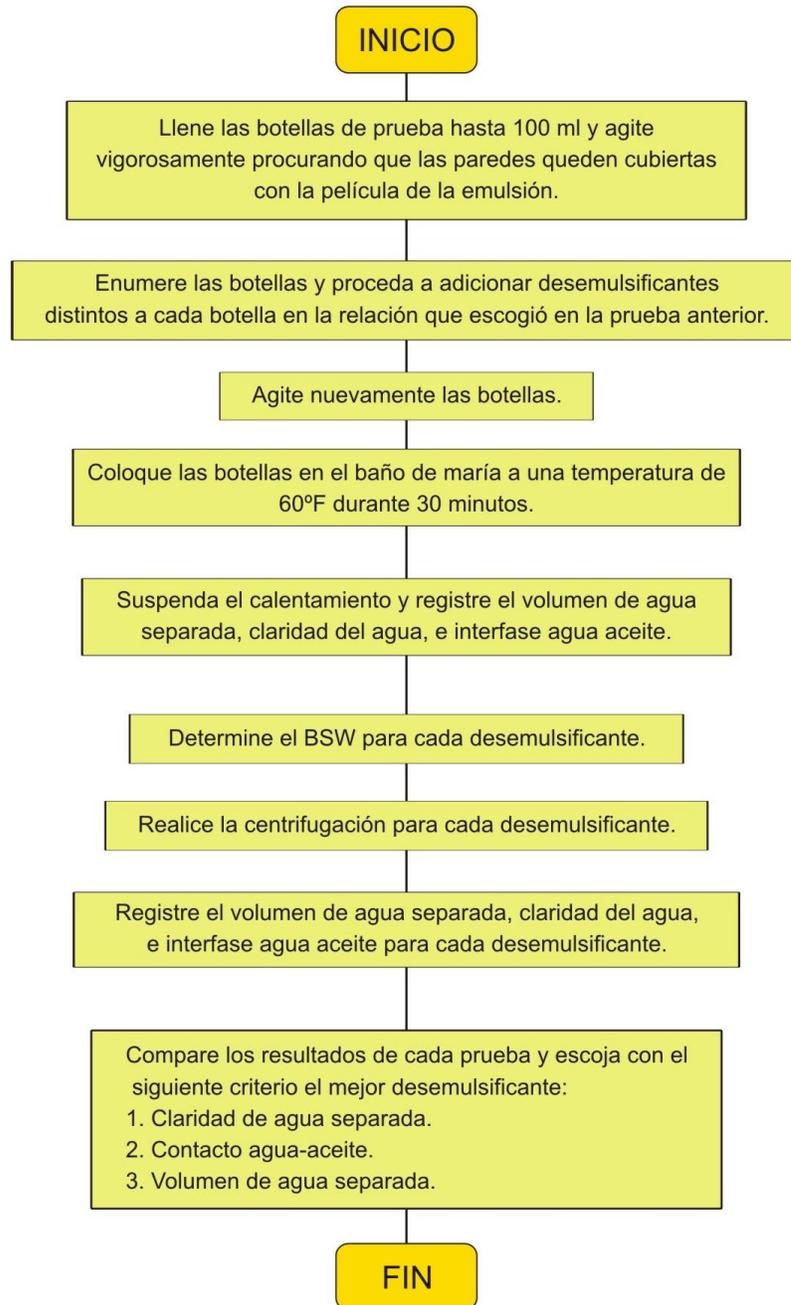


- **PRUEBA DE BOTELLAS POR CENTRIFUGA**

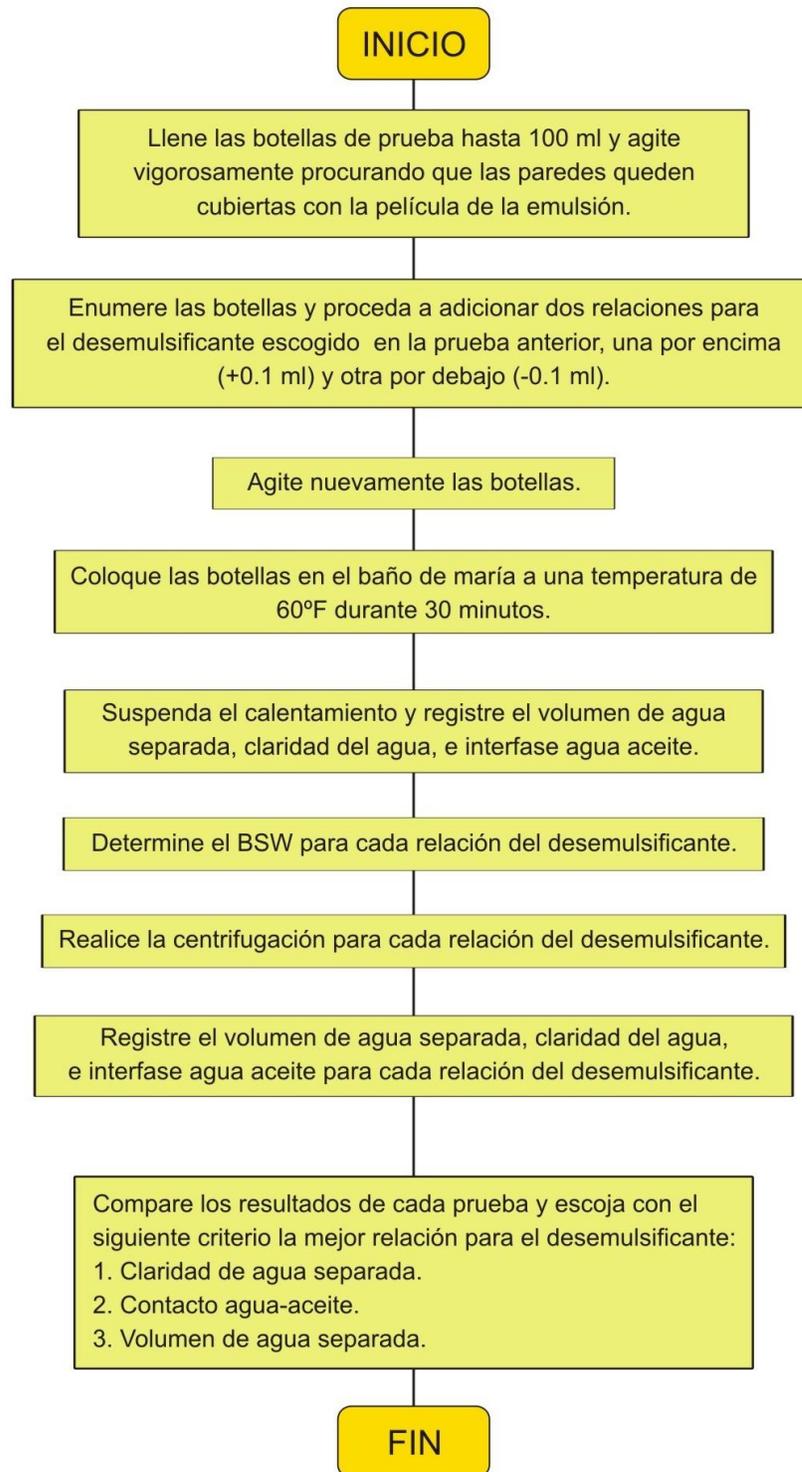
PRUEBA DE RELACION



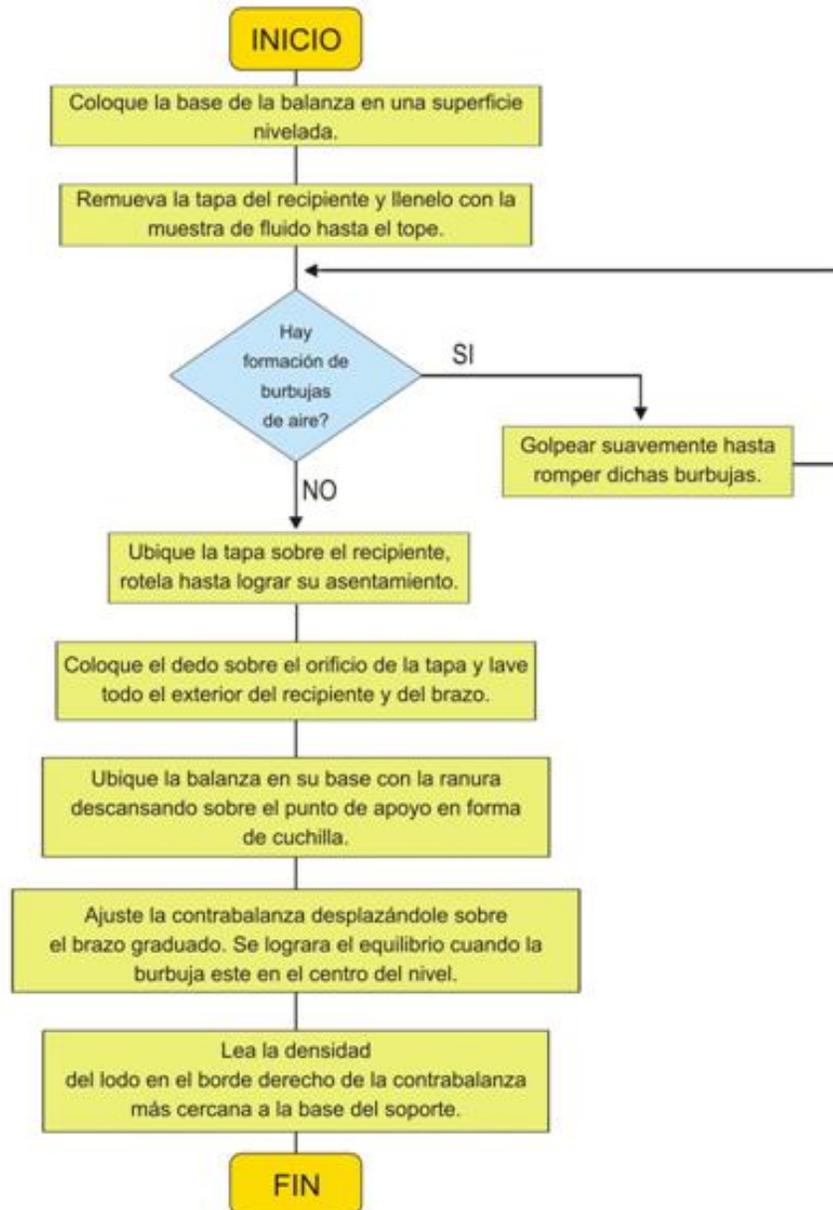
PRUEBA DE ELIMINACION



PRUEBA DE CONFIRMACION



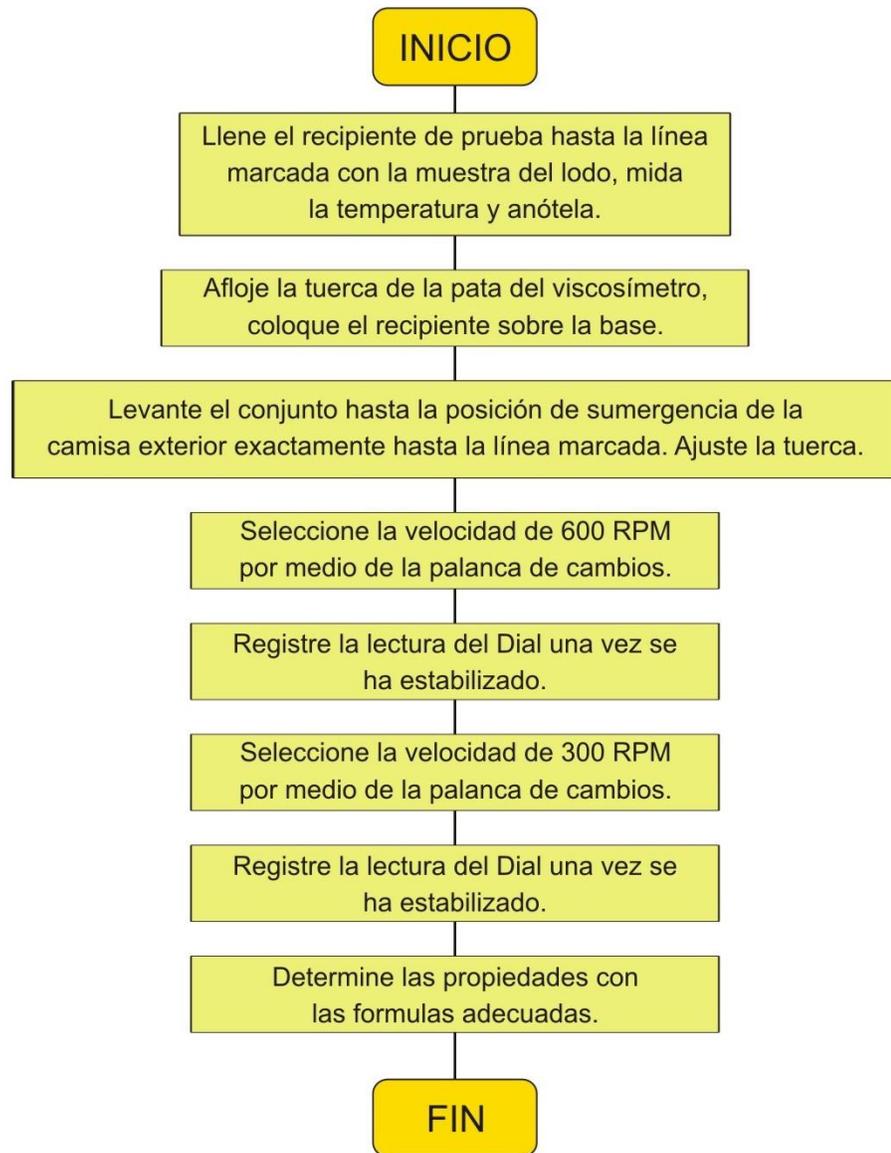
- PESO DEL LODO



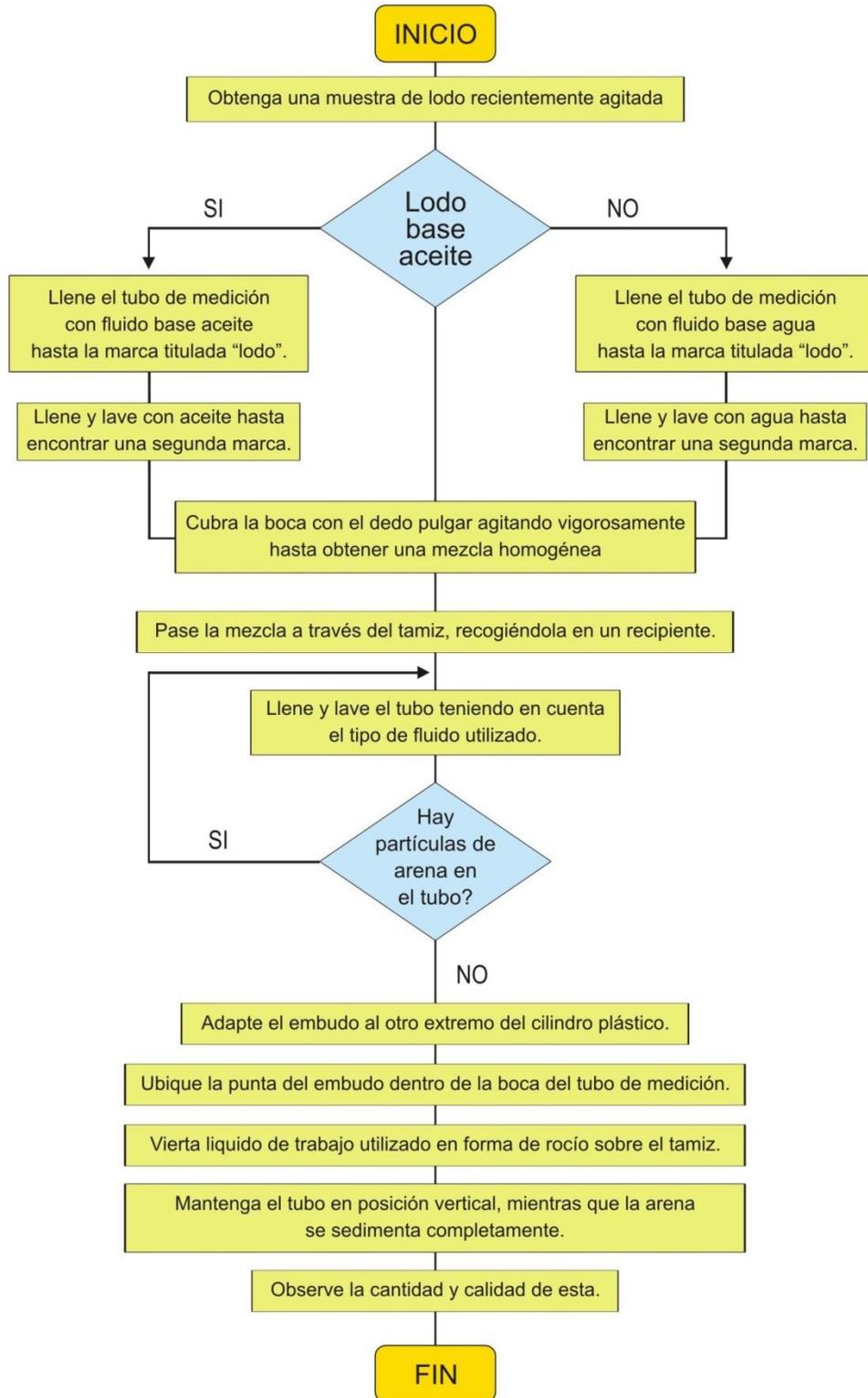
- **VISCOSIDAD EMBUDO DE MARSH**



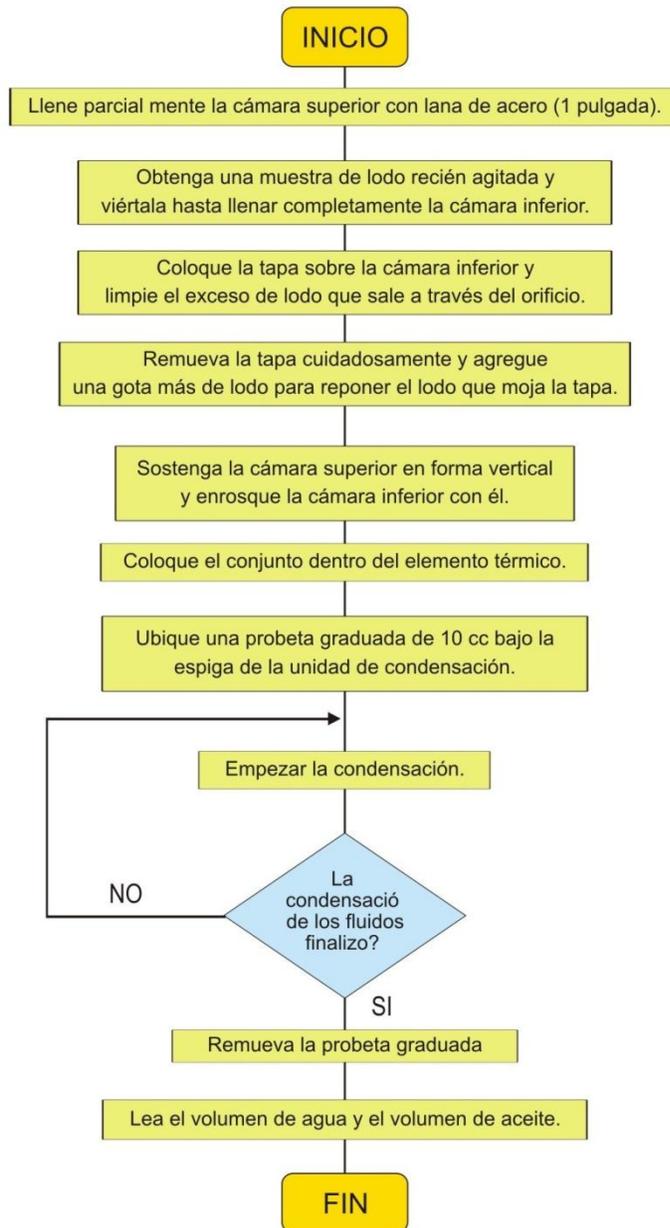
- **VISCOSIDAD APARENTE, VISCOSIDAD PLÁSTICA Y PUNTO DE CEDENCIA**



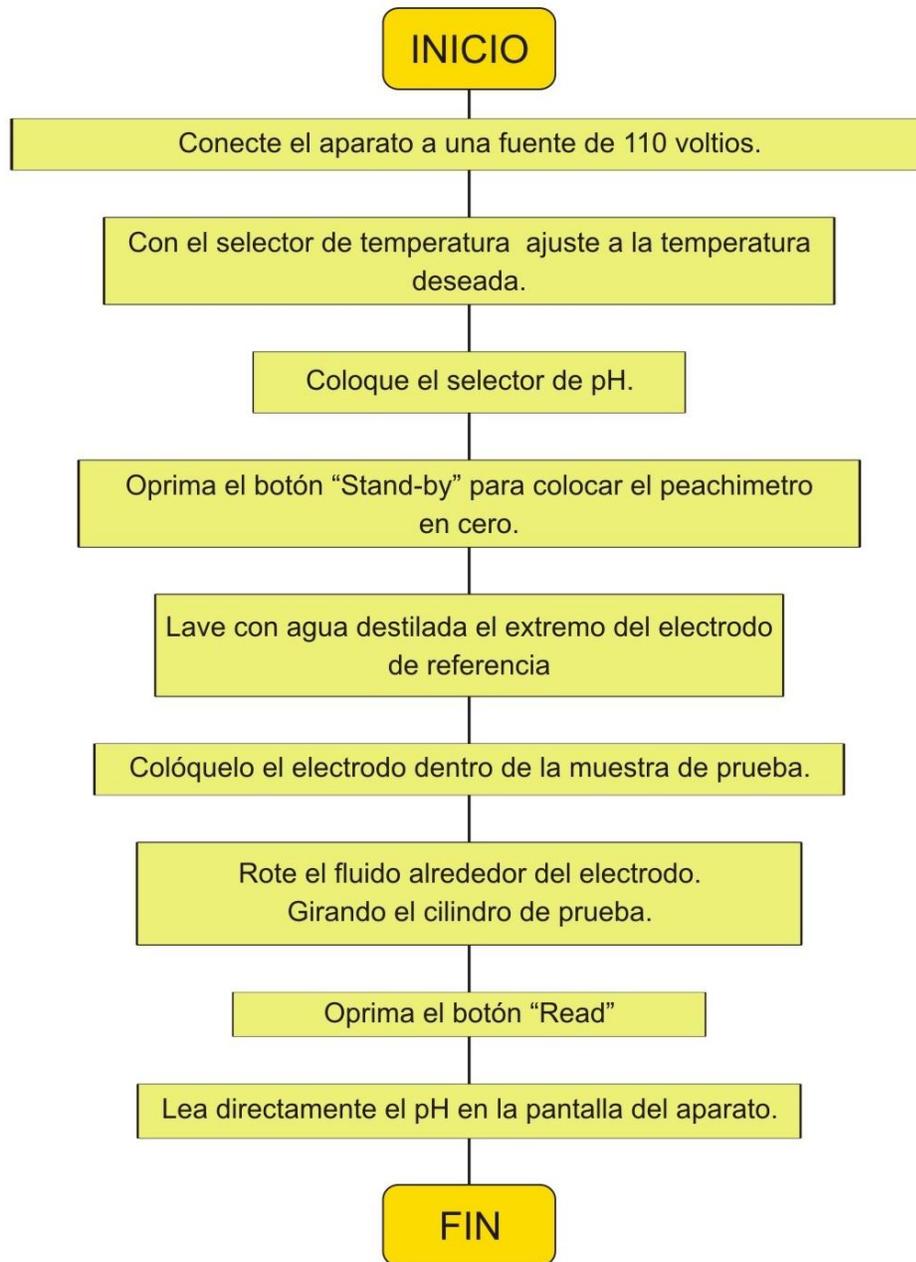
• CONTENIDO DE ARENA



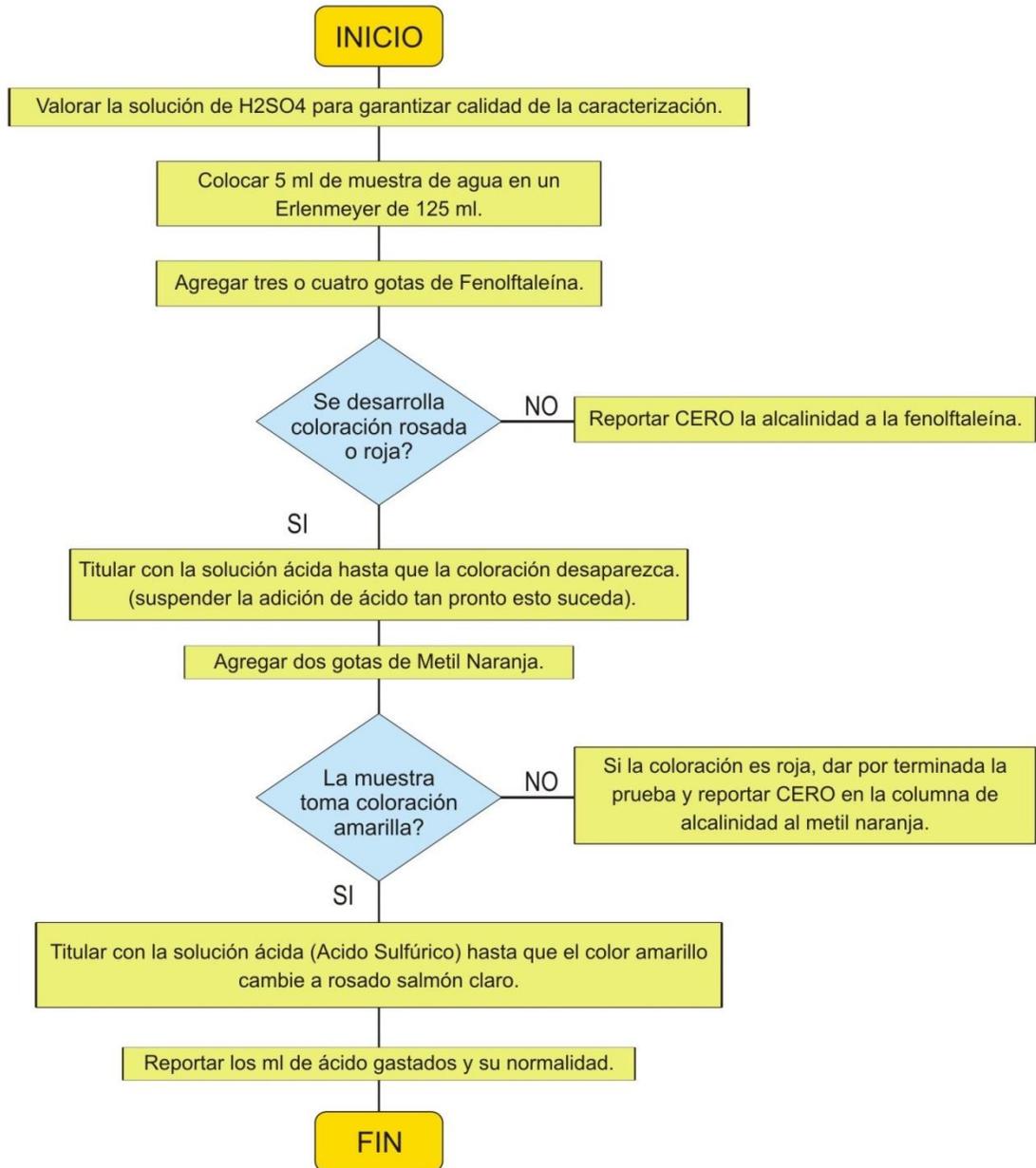
• DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ACEITE, AGUA Y SÓLIDOS



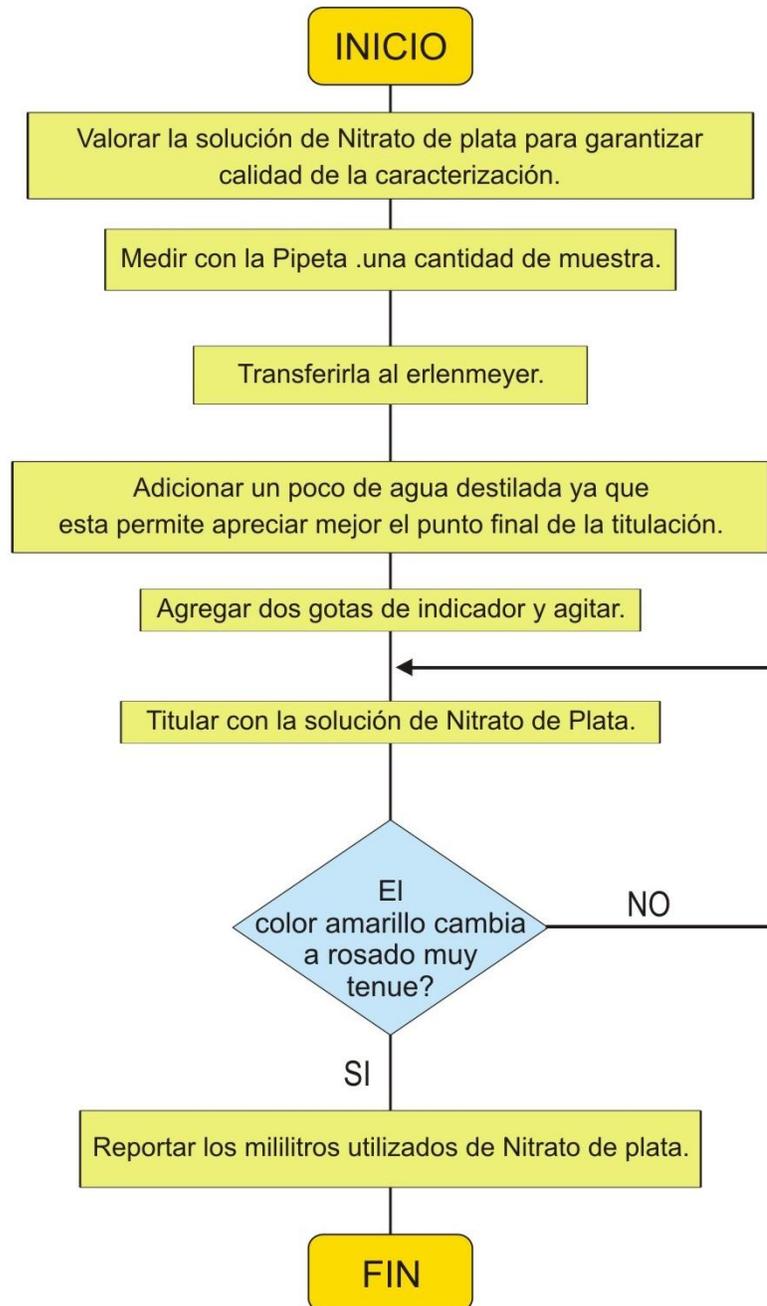
• POTENCIAL DE HIDROGENO



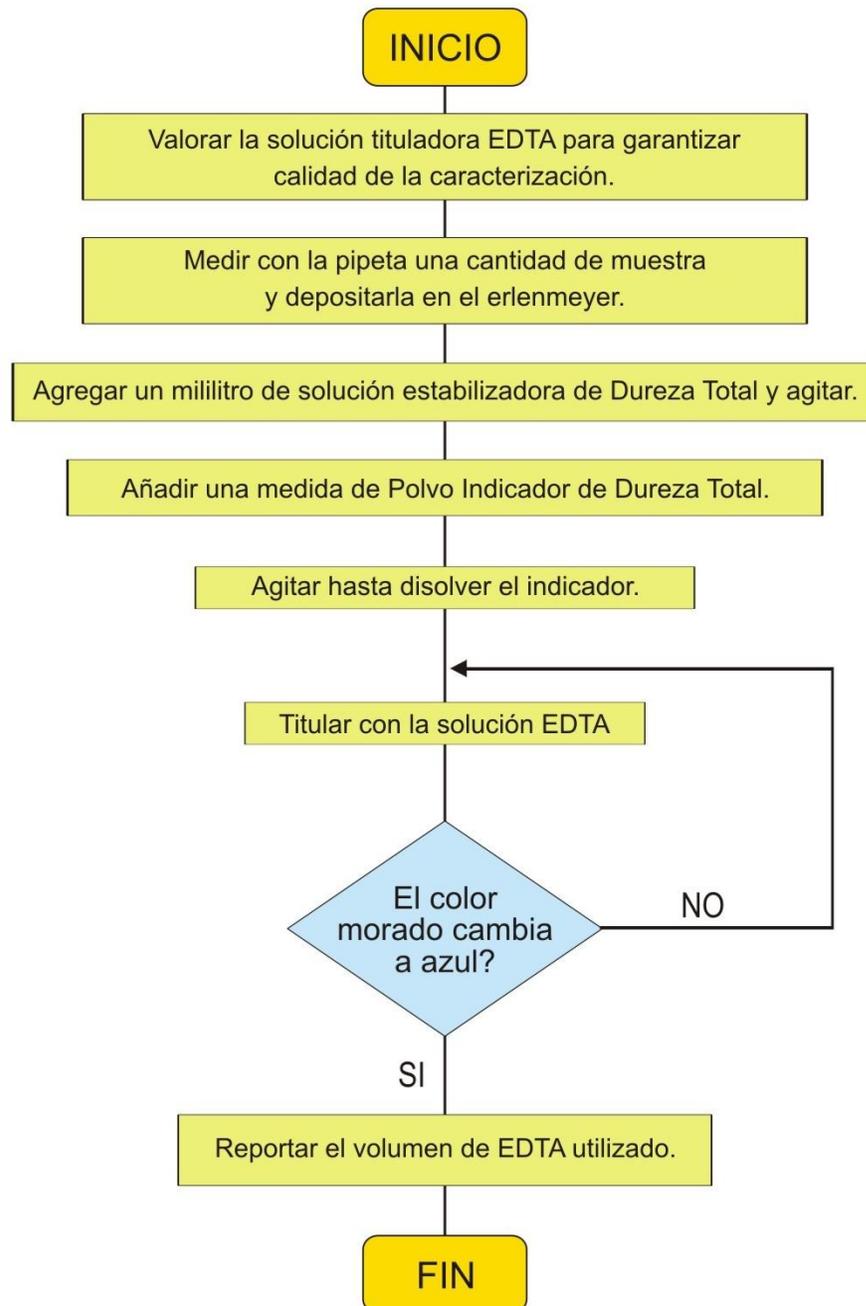
• ALCALINIDAD POR TITULACIÓN ÁCIDO SULFÚRICO



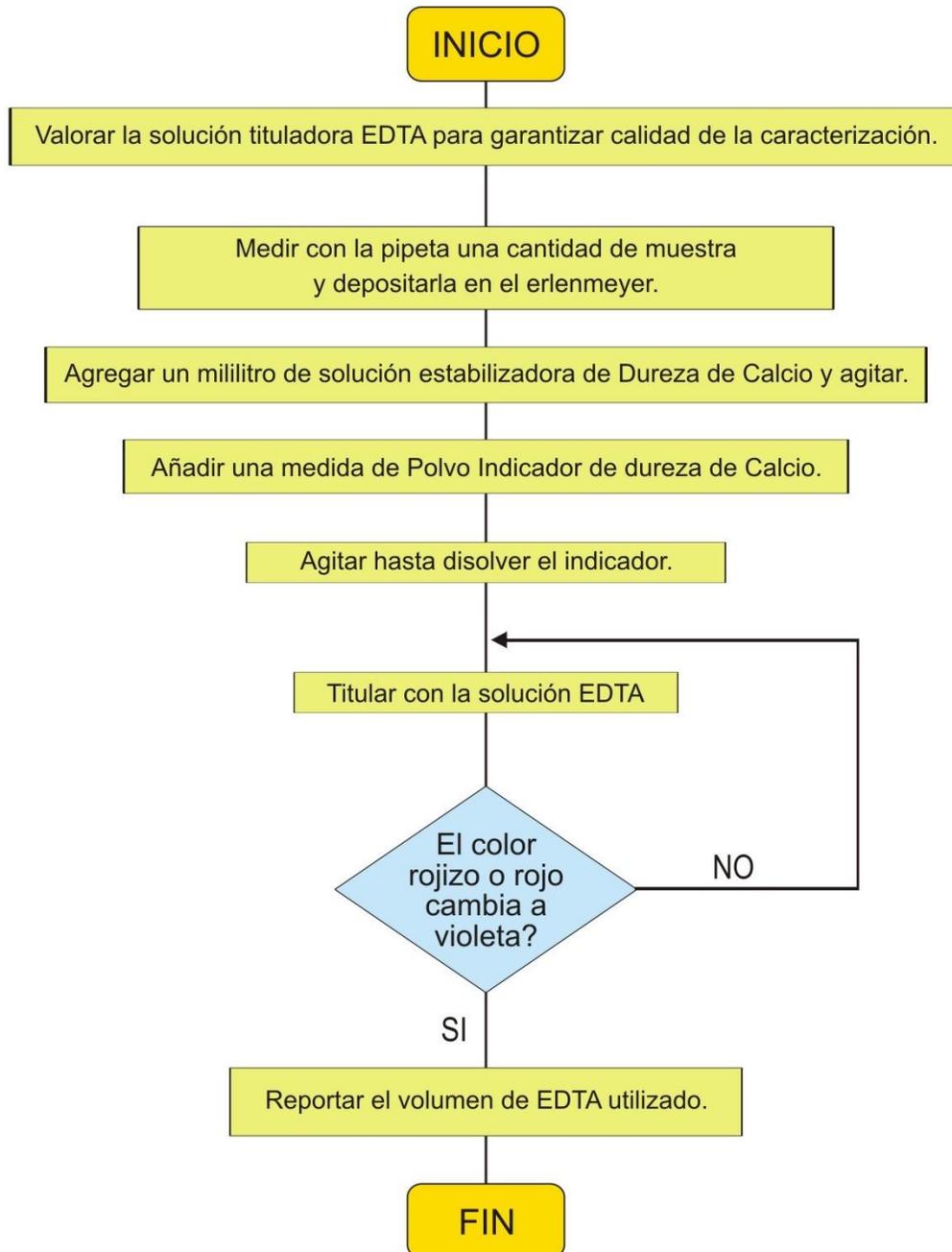
- DETERMINACIÓN DE CLORUROS POR EL MÉTODO DE MOHR



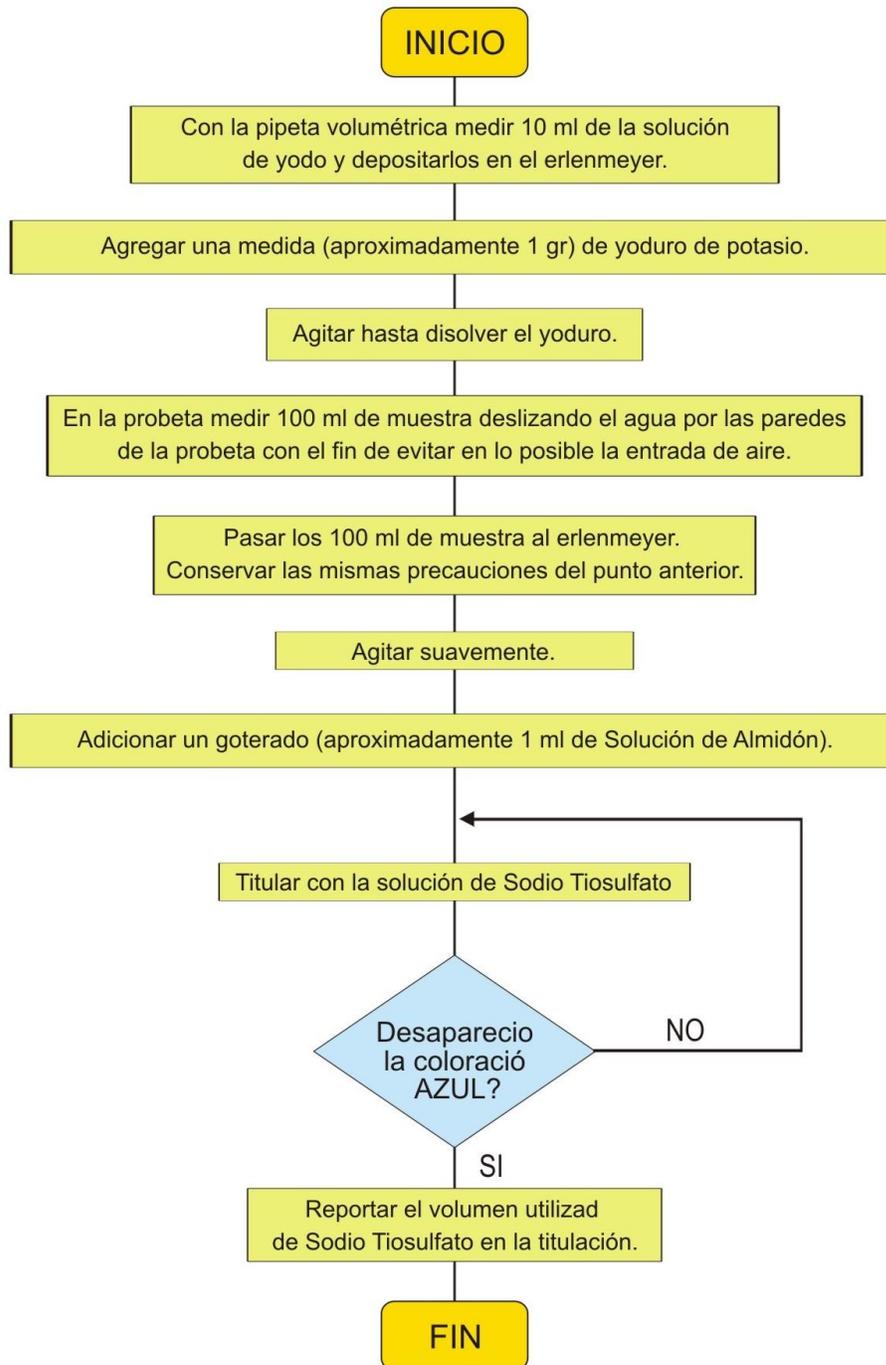
- **DETERMINACIÓN DE DUREZA TOTAL (MÉTODO TITULOMÉTRICO DE EDTA)**



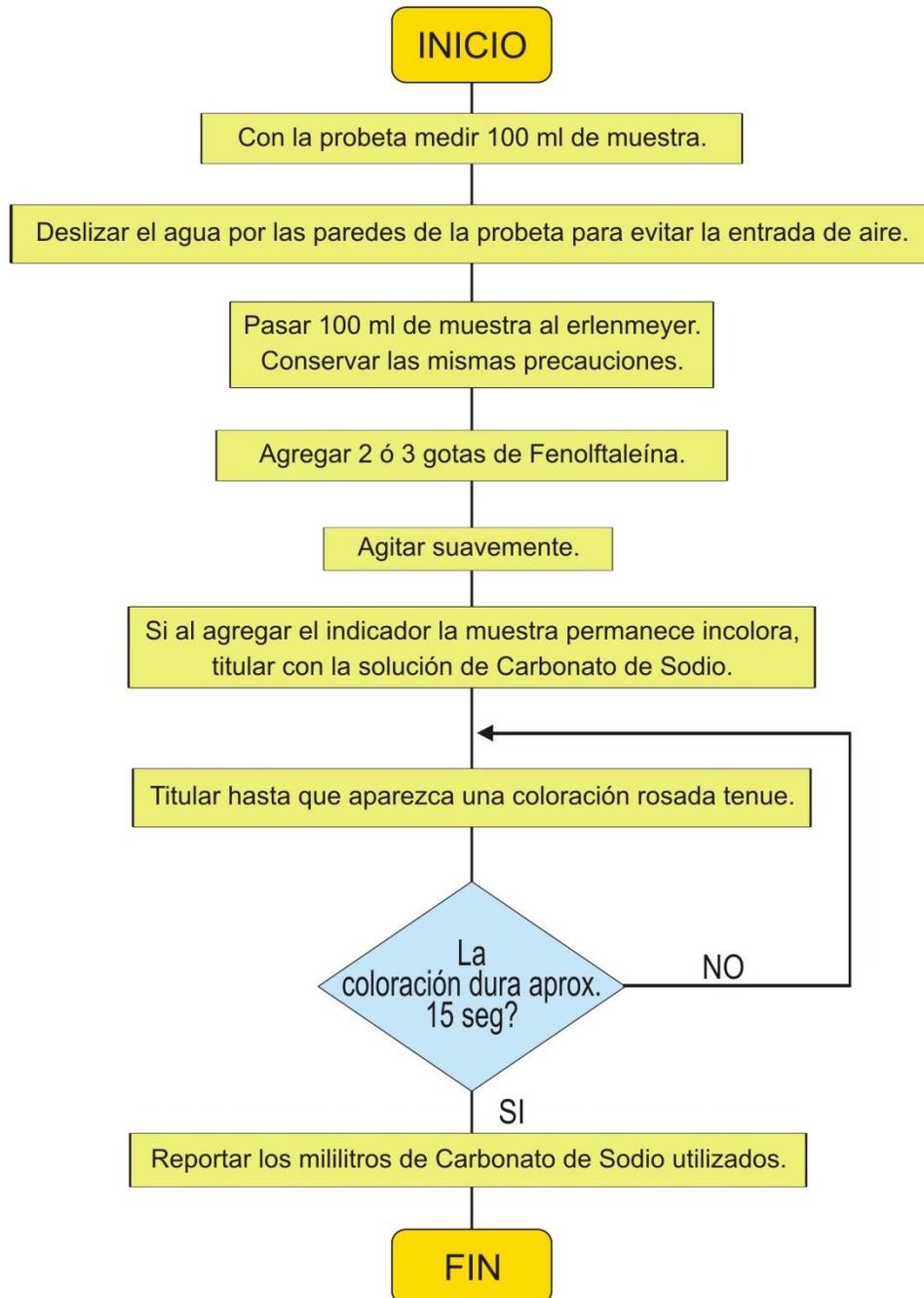
- **CONTENIDO DE Ca, MÉTODO TITULOMÉTRICO DE EDTA**



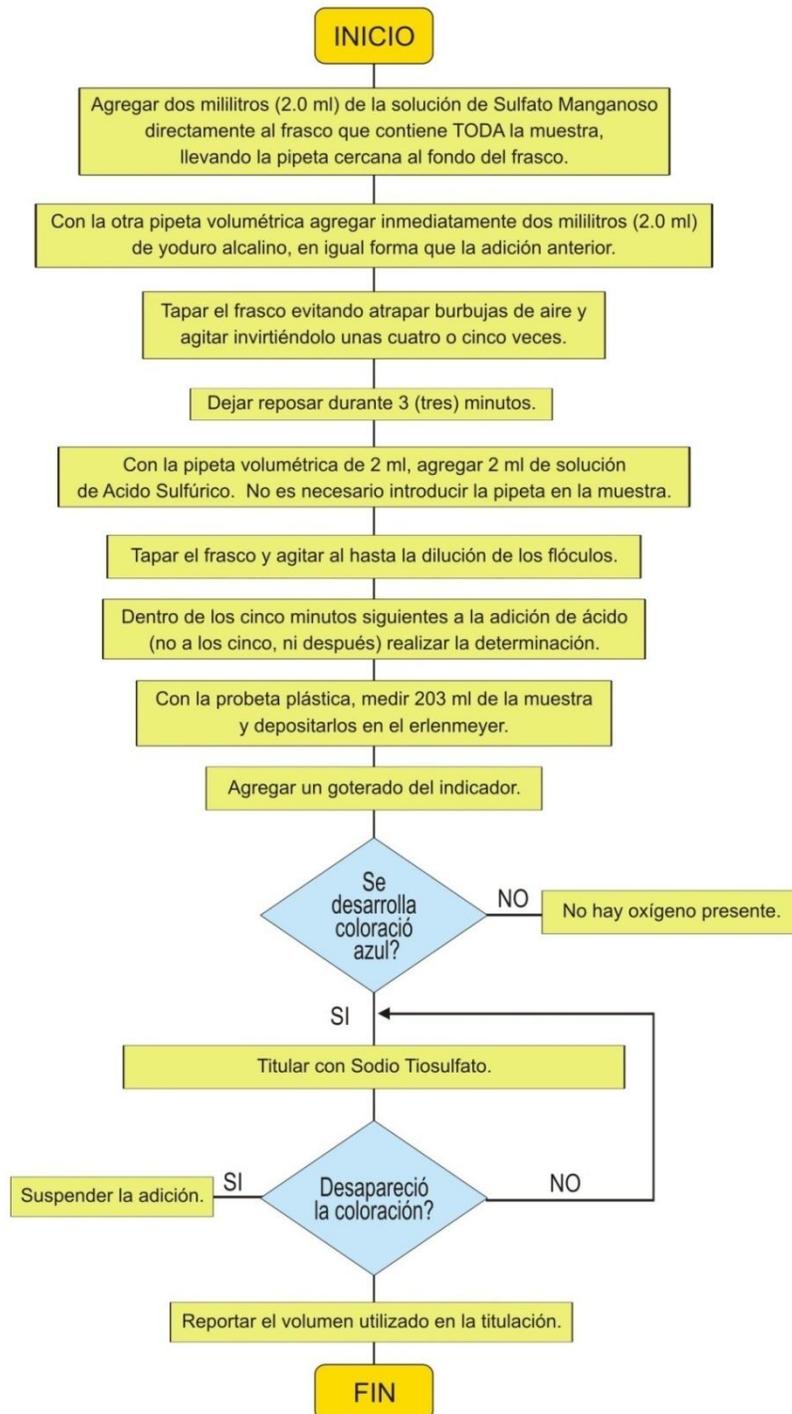
- **CONTENIDO DE H₂S, MÉTODO YODIMÉTRICO**



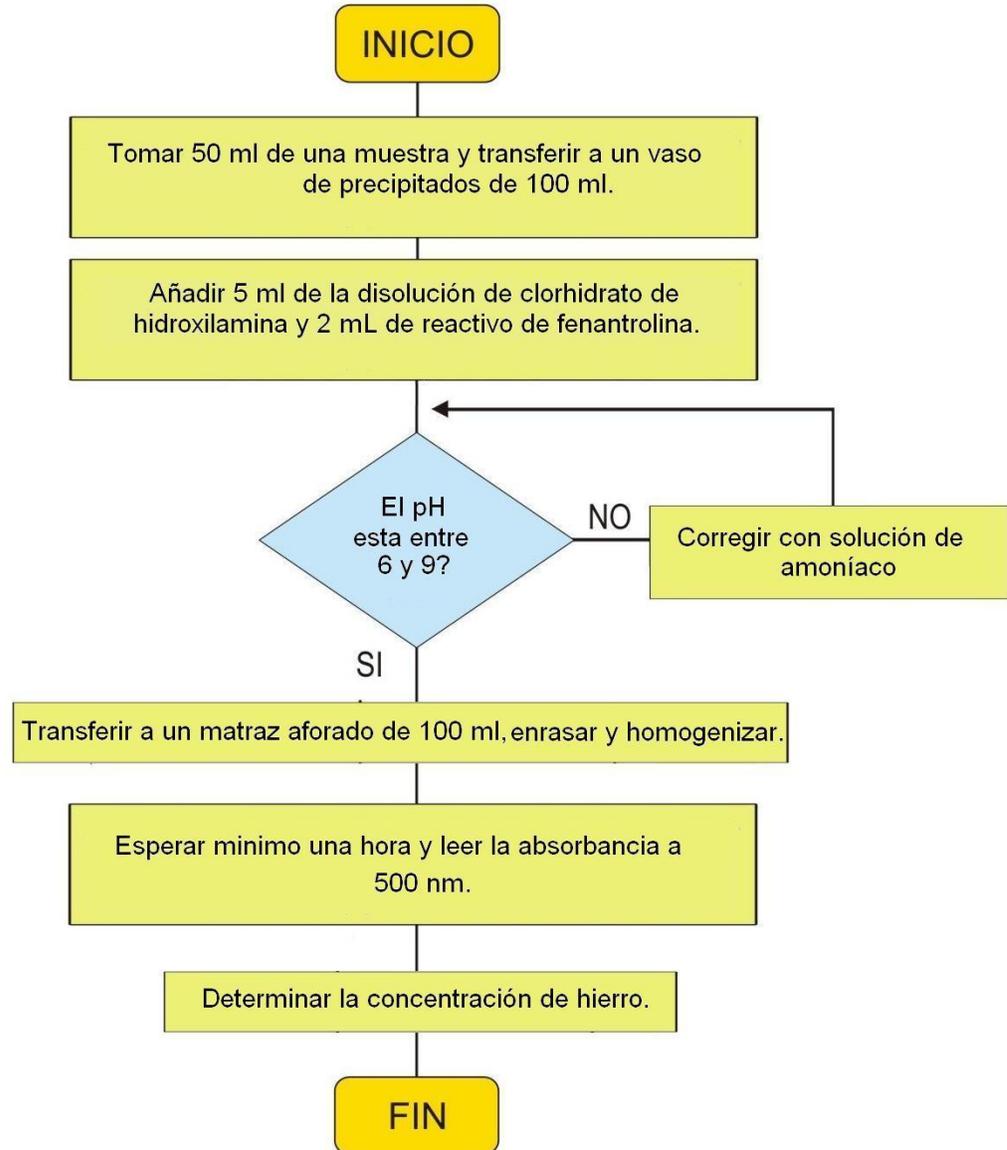
- **CONTENIDO DE CO₂, TITULACIÓN CARBONATO DE SODIO**



• **CONTENIDO DE OXIGENO DISUELTO, MÉTODO DE WINKLER**



- **CONTENIDO DE Fe POR ESPECTROFOTÓMETRO**



ANEXO B. Formatos para toma y reporte de datos.



LABORATORIO DE CRUDOS, LODOS Y AGUAS

FORMATO PARA TOMA Y REPORTE DE DATOS

GRAVEDAD API (MÉTODO DEL HIDRÓMETRO) NORMA ASTM D287

FECHA:	
MUESTRA:	
TOMA DE DATOS REALIZADA POR:	

REPORTE DE DATOS

Toma de datos	Temperatura de trabajo (°C)	Temperatura de trabajo (°F)	Gravedad API leída
1			
2			
3			
Promedio			

Gravedad API corregida	
------------------------	--



LABORATORIO DE CRUDOS, LODOS Y AGUAS

FORMATO PARA TOMA Y REPORTE DE DATOS

GRAVEDAD API (MÉTODO DEL PICNÓMETRO) NORMA ASTM D369

FECHA:	
MUESTRA:	
TOMA DE DATOS REALIZADA POR:	

REPORTE DE DATOS

Temperatura de trabajo (°C)	
Temperatura de trabajo (°F)	
Peso picnómetro vacío (grs.)	
Peso picnómetro con muestra (grs.)	
Peso muestra (grs.)	
Densidad calculada (lbs/gal)	
Gravedad específica calculada	
Gravedad API calculada	

Gravedad API corregida	
-------------------------------	--



LABORATORIO DE CRUDOS, LODOS Y AGUAS

FORMATO PARA TOMA Y REPORTE DE DATOS

CONTENIDO DE AGUA POR DESTILACIÓN NORMA ASTM D4006

FECHA:	
MUESTRA:	
TOMA DE DATOS REALIZADA POR:	

REPORTE DE DATOS

Volumen de muestra de crudo (ml.)	Volumen de agua en la trampa (ml.)	Contenido de agua (%)



LABORATORIO DE CRUDOS, LODOS Y AGUAS

FORMATO PARA TOMA Y REPORTE DE DATOS

AGUA Y SEDIMENTO - BSW POR CENTRIFUGA NORMA ASTM D4007

FECHA:	
MUESTRA:	
TOMA DE DATOS REALIZADA POR:	

REPORTE DE DATOS

DATOS	TUBO 1	TUBO 2
Volumen de muestra de crudo (ml.)		
Volumen de agua (ml.)		
BSW (%)		



LABORATORIO DE CRUDOS, LODOS Y AGUAS

FORMATO PARA TOMA Y REPORTE DE DATOS

PRUEBA DE BOTELLAS POR CENTRIFUGA (1 DE 2) NORMA ASTM D4007

FECHA:	
MUESTRA:	
TOMA DE DATOS REALIZADA POR:	

REPORTE DE DATOS

- PRUEBA DE RELACIÓN:

Volumen de desemulsificante	Volumen de muestra de crudo (ml.)	Volumen de agua separada (ml.)	Claridad del agua	Contacto agua-aceite	BSW (%)
Blanco					
0.1 ml					
0.2 ml					
0.3 ml					
0.4 ml					
0.5 ml					



LABORATORIO DE CRUDOS, LODOS Y AGUAS

FORMATO PARA TOMA Y REPORTE DE DATOS

PRUEBA DE BOTELLAS POR CENTRIFUGA (2 DE 2) NORMA ASTM D287

- PRUEBA DE ELIMINACIÓN:

Desemulsificante utilizado (____ ml.)	Volumen de muestra de crudo (ml.)	Volumen de agua separada (ml.)	Claridad del agua	Contacto agua-aceite	BSW (%)
1.					
2.					
3.					
4.					
5.					

- PRUEBA DE CONFIRMACIÓN:

Desemulsificantes más adecuado (____ ml.)	Volumen de muestra de crudo (ml.)	Volumen de agua separada (ml.)	Claridad del agua	Contacto agua-aceite	BSW (%)
1. (+0.1ml)					
1. (-0.1ml)					
2. (+0.1ml)					
2. (-0.1ml)					



LABORATORIO DE CRUDOS, LODOS Y AGUAS

FORMATO PARA TOMA Y REPORTE DE DATOS

PESO DEL LODO API RP 13 B-1

FECHA:	
MUESTRA:	
TOMA DE DATOS REALIZADA POR:	

REPORTE DE DATOS

Densidad del lodo		Libras/galón
--------------------------	--	---------------------



LABORATORIO DE CRUDOS, LODOS Y AGUAS

FORMATO PARA TOMA Y REPORTE DE DATOS

VISCOSIDAD EMBUDO DE MARSH API RP 13 B-1

FECHA:	
MUESTRA:	
TOMA DE DATOS REALIZADA POR:	

REPORTE DE DATOS

Segundos requeridos para que un cuarto de galón de lodo puede fluir desde el embudo hasta el recipiente graduado		Segundos
Temperatura		___ °F ___ °C



LABORATORIO DE CRUDOS, LODOS Y AGUAS

FORMATO PARA TOMA Y REPORTE DE DATOS

VISCOSIDAD APARENTE, VISCOSIDAD PLÁSTICA Y PUNTO DE CEDENCIA API RP 13 B-1

FECHA:	
MUESTRA:	
TOMA DE DATOS REALIZADA POR:	

REPORTE DE DATOS

600 RPM	
300 RPM	
Viscosidad Aparente (Va)	
Viscosidad Plástica (Vp)	
Punto de cadencia (YP)	



LABORATORIO DE CRUDOS, LODOS Y AGUAS

FORMATO PARA TOMA Y REPORTE DE DATOS

CONTENIDO DE ARENA API RP 13 B-1

FECHA:	
MUESTRA:	
TOMA DE DATOS REALIZADA POR:	

REPORTE DE DATOS

CONTENIDO DE ARENA (Porcentaje en volumen de fluido)		%
---	--	---



LABORATORIO DE CRUDOS, LODOS Y AGUAS

FORMATO PARA TOMA Y REPORTE DE DATOS

DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ACEITE, AGUA Y SÓLIDOS API RP 13 B-1

FECHA:	
MUESTRA:	
TOMA DE DATOS REALIZADA POR:	

REPORTE DE DATOS

Volumen de agua	
Volumen de aceite	
Volumen de sólidos	
Porcentaje de aceite en volumen	
Porcentaje de agua en volumen	
Porcentaje de sólidos en volumen	
Gramos de aceite	
Gramos de agua	
Gramos de lodo	
Gramos de sólidos	



LABORATORIO DE CRUDOS, LODOS Y AGUAS

FORMATO PARA TOMA Y REPORTE DE DATOS

CONCENTRACIÓN DE HIDRÓGENOS (PH) POR MÉTODO ELECTROMÉTRICO (PH METRO)

FECHA:	
MUESTRA:	
TOMA DE DATOS REALIZADA POR:	

REPORTE DE DATOS

Potencial de Hidrogeno (pH)	
-----------------------------	--



LABORATORIO DE CRUDOS, LODOS Y AGUAS

FORMATO PARA TOMA Y REPORTE DE DATOS

ALCALINIDAD POR TITULACIÓN ÁCIDO SULFÚRICO API RP-45

FECHA:	
MUESTRA:	
TOMA DE DATOS REALIZADA POR:	

REPORTE DE DATOS

Alcalinidad a la fenoftaleina		
Desarrolla coloración ROSADA o ROJA	Si ____	
	No ____	Cero
Alcalinidad al metil naranja		
Desarrolla coloración NARANJA		
Desarrolla coloración ROJA	Cero	
ACIDO SULFÚRICO		
Mililitros gastados:	Normalidad:	



LABORATORIO DE CRUDOS, LODOS Y AGUAS

FORMATO PARA TOMA Y REPORTE DE DATOS

DETERMINACIÓN DE CLORUROS POR EL MÉTODO DE MOHR ASTM D1125

FECHA:	
MUESTRA:	
TOMA DE DATOS REALIZADA POR:	

REPORTE DE DATOS

NITRATO DE PLATA	
Mililitros gastados	



LABORATORIO DE CRUDOS, LODOS Y AGUAS

FORMATO PARA TOMA Y REPORTE DE DATOS

DETERMINACIÓN DE DUREZA TOTAL (MÉTODO TITULOMÉTRICO DE EDTA) API RP-45

FECHA:	
MUESTRA:	
TOMA DE DATOS REALIZADA POR:	

REPORTE DE DATOS

EDTA	
Mililitros gastados	



LABORATORIO DE CRUDOS, LODOS Y AGUAS

FORMATO PARA TOMA Y REPORTE DE DATOS

CONTENIDO DE Ca, MÉTODO TITULOMÉTRICO DE EDTA API RP-45

FECHA:	
MUESTRA:	
TOMA DE DATOS REALIZADA POR:	

REPORTE DE DATOS

EDTA	
Mililitros gastados	



LABORATORIO DE CRUDOS, LODOS Y AGUAS

FORMATO PARA TOMA Y REPORTE DE DATOS

CONTENIDO DE H₂S, MÉTODO YODIMÉTRICO API RP-45

FECHA:	
MUESTRA:	
TOMA DE DATOS REALIZADA POR:	

REPORTE DE DATOS

SODIO TIOSULFATO 0.01N	
Mililitros gastados	



LABORATORIO DE CRUDOS, LODOS Y AGUAS

FORMATO PARA TOMA Y REPORTE DE DATOS

CONTENIDO DE CO₂, TITULACIÓN CARBONATO DE SODIO API RP-45

FECHA:	
MUESTRA:	
TOMA DE DATOS REALIZADA POR:	

REPORTE DE DATOS

CARBONATO DE SODIO	
Mililitros gastados	



LABORATORIO DE CRUDOS, LODOS Y AGUAS

FORMATO PARA TOMA Y REPORTE DE DATOS

CONTENIDO DE CO₂, TITULACIÓN CARBONATO DE SODIO API RP-45

FECHA:	
MUESTRA:	
TOMA DE DATOS REALIZADA POR:	

REPORTE DE DATOS

ALMIDÓN SOLUCIÓN		
Se presenta coloración AZUL	SI ____	Hay oxígeno presente
	NO ____	No hay presencia de oxígeno
SODIO TIOSULFATO		
Mililitros gastados		



LABORATORIO DE CRUDOS, LODOS Y AGUAS

FORMATO PARA TOMA Y REPORTE DE DATOS

CONTENIDO DE Fe POR ESPECTROFOTÓMETRO API RP-45

FECHA:	
MUESTRA:	
TOMA DE DATOS REALIZADA POR:	

REPORTE DE DATOS

CURVA DE CALIBRACION DE 0.1 A 1.0 ppm		MUESTRA DE ANALISIS	
MUESTRA	ABSORBANCIA	MUESTRA	ABSORBANCIA
1		1	
2		2	
3		3	
4			
5			
6			
7			



LABORATORIO DE CRUDOS, LODOS Y AGUAS

FORMATO PARA TOMA Y REPORTE DE DATOS

COAGULACIÓN, FLOCULACIÓN Y DECANTACIÓN API RP-45

FECHA:	
MUESTRA:	
TOMA DE DATOS REALIZADA POR:	

REPORTE DE DATOS

ASPECTOS VISUALES	TUBO 1	TUBO 2
Tiempo de formación de floc (segundos, minutos).		
Tamaño de floc (de acuerdo a la clasificación del registro)		
Cantidad de sobrenadante		
Barrido de color		

**ANEXO C. NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC-ISO/IEC 17025
(Primera actualización).**

**MÉTODOS DE ENSAYO Y DE CALIBRACIÓN Y VALIDACIÓN DE LOS
MÉTODOS, TRAZABILIDAD DE LAS MEDICIONES Y ASEGURAMIENTO DE
LA CALIDAD DE LOS RESULTADOS DE ENSAYO Y DE
CALIBRACIÓN**

MÉTODOS DE ENSAYO Y DE CALIBRACIÓN Y VALIDACIÓN DE LOS MÉTODOS

El laboratorio debe utilizar los métodos de ensayo y/o de calibración, incluidos los de muestreo, que satisfagan las normas internacionales, regionales o nacionales, la necesidades del cliente y que sean apropiados para los ensayos y/o las calibraciones que se realiza.

Los métodos desarrollados por el laboratorio para su propio uso debe ser una actividad planificada y debe ser asignada a personal calificado, provisto de los recursos adecuados.

La validación es la confirmación, a través del examen y el aporte de evidencias objetivas, de que se cumplen los requisitos particulares para un uso específico previsto. El laboratorio debe validar los métodos no normalizados, los métodos que diseña o desarrolla, los métodos normalizados empleados fuera del alcance previsto, así como las ampliaciones y modificaciones de los métodos normalizados, para confirmar que los métodos son aptos para el fin previsto.

La gama y la exactitud de los valores que se obtienen empleando métodos validados (por ejemplo, la incertidumbre de los resultados, el límite de detección, la selectividad del método, la linealidad, el límite de repetibilidad y/o de reproducibilidad, la robustez ante influencias externas o la sensibilidad cruzada frente a las interferencias provenientes de la matriz de la muestra y/o del objeto de ensayo) tal como fueron fijadas para el uso previsto, deben responder a las necesidades de los clientes.

TRAZABILIDAD DE LAS MEDICIONES

El laboratorio debe establecer un programa y un procedimiento para la calibración de sus equipos ya que todos los equipos utilizados para los ensayos y/o las calibraciones, incluidos aquellos para mediciones auxiliares que tengan un efecto significativo en la exactitud o en la validez del resultado del ensayo, de la calibración o del muestreo, deberán ser calibrados antes de ser puestos en servicio.

Un laboratorio de calibración establece la trazabilidad de sus propios patrones de medición e instrumentos de medición al sistema SI por medio de una cadena ininterrumpida de calibraciones o de comparaciones que los vinculen a los pertinentes patrones primarios de las unidades de medida SI. La vinculación a las

unidades SI se puede lograr por referencia a los patrones de medición nacionales. Los patrones de medición nacionales pueden ser patrones primarios, que son realizaciones primarias de las unidades SI o representaciones acordadas de las unidades SI, basadas en constantes físicas fundamentales, o pueden ser patrones secundarios, que son patrones calibrados por otro instituto nacional de metrología. Cuando se utilicen servicios de calibración externos, se debe asegurar la trazabilidad de la medición mediante el uso de servicios de calibración provistos por laboratorios que puedan demostrar su competencia y su capacidad de medición y trazabilidad. Los certificados de calibración emitidos por estos laboratorios deben contener los resultados de la medición, incluida la incertidumbre de la medición y/o una declaración sobre la conformidad con una especificación metrológica identificada.

ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE LOS RESULTADOS DE ENSAYO Y DE CALIBRACIÓN

El laboratorio debe tener procedimientos de control de la calidad para realizar el seguimiento de la validez de los ensayos y las calibraciones llevados a cabo. Los datos resultantes deben ser registrados en forma tal que se puedan detectar las tendencias y, cuando sea posible, se deben aplicar técnicas estadísticas para la revisión de los resultados. Dicho seguimiento debe ser planificado y revisado y puede incluir, entre otros, los elementos siguientes:

- a) el uso regular de materiales de referencia certificados y/o un control de la calidad interno utilizando materiales de referencia secundarios;
- b) la participación en comparaciones interlaboratorios o programas de ensayos de aptitud;
- c) la repetición de ensayos o calibraciones utilizando el mismo método o métodos diferentes;
- d) la repetición del ensayo o de la calibración de los objetos retenidos;
- e) la correlación de los resultados para diferentes características de un ítem.

**ANEXO D. CD Manual de procedimientos para la caracterización de crudos,
lodos y aguas del laboratorio ENERGY Ltda.**