



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

ANALISIS Y EVALUACION DE AGUAS DE  
INYECCION PARA LA RECUPERACION  
SECUNDARIA EN CAMPOS  
PETROLEROS.

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

INGENIERO QUIMICO

P R E S E N T A N :

DAVID ALBERTO HERRERA RUIZ

Y

JOSE RUTILO DOMINGUEZ CUEVAS

1979



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

TESIS 1979  
AÑO M.T. 108  
FECHA \_\_\_\_\_  
PROC \_\_\_\_\_  
S \_\_\_\_\_



Jurado asignado originalmente  
según el tema.

PRESIDENTE Prof. Jorge Spamer García C.

VOCAL Prof. Carlos Romo M.

SECRETARIO Prof. Jorge A. Campos R.

1 er. SUPLENTE Prof. Pedro Villanueva G.

2 do. SUPLENTE Prof. Roberto Contreras R.

Sitio donde se desarrollo el tema: Biblioteca de la Facultad de Química.

Nombre completo y firma del sustentante:

David Alberto Herrera Ruiz \_\_\_\_\_

José Rutilo Domínguez Cuevas \_\_\_\_\_

Nombre completo y firma del asesor del tema:

Carlos Romo M. \_\_\_\_\_

## C O N T E N I D O

I	INTRODUCCION
II	GENERALIDADES
III	METODOS DE ANALISIS
I V	RECOPIACION Y EVALUACION DE DATOS EXPERIMENTALES
V	CONCLUSIONES
V I	BIBLIOGRAFIA

A mi Madre:

Sra. Ernestina Ruiz de Herrera  
Mi agradecimiento por su-  
ayuda y confianza deposi-  
tada en mí.

A mi Esposa:

Sra. Eleonora Mtnez. de Herrera  
Por su amor, comprensión y  
apoyo, que me brinda para  
alcanzar cada meta de mi -  
vida.

A mis Hijas:

Eleonora y Tania.  
Con el deseo de que lleguen a su meta  
deseada.

Agradezco:

A los Esposos:

Sr. Victor Diego Paco

Sra. Lucía Ramos de Diego.

Sus consejos y apoyo en el  
desempeño de mi profesión.

A todos mis maestros compañe-  
ros y amigos, que contribuye-  
ron a mi formación.

A la memoria de mi Madre

Sra. Francisca Cuevas de D.

A mi Padre y Hermanos

Sr. Rutilo Domínguez Lozada

A mi escuela, compañeros y  
amigos.



I    I N T R O D U C C I O N

## I.- I N T R O D U C C I O N

Debido a que la mayoría de los campos productores de aceite crudo, se encuentran deprimados en su etapa final de explotación primaria, por una extracción masiva de los hidrocarburos del yacimiento; se proyecta aplicar el sistema de recuperación secundaria, para llevar los hidrocarburos residuales de los yacimientos mediante la inyección de agua como fluido de desplazamiento en los horizontes productores.

Es importante la selección del agua dulce y/o salada como fluido de desplazamiento, así como su tratamiento para evitar principalmente taponamientos en los frentes de inyección en las áreas productoras, por depósitos de sólidos en suspensión ó desarrollo de microorganismos, la corrosión y obstrucción de las redes de distribución de agua y equipo.

II    G E N E R A L I D A D E S

## II.- GENERALIDADES

El postulado geológico más reciente de la formación de mantos petrolíferos en México, entró en el juego de la exploración, que en palabras sencillas establece que:

Durante la edad terciaria debido a grandes movimientos de la corteza terrestre, se plegaron y fracturaron las rocas calcáreas de la edad mesozoica y que con el levantamiento de las sierras: Madre Oriental y Occidental de México, debieron formarse enormes fosas de depósitos terrígenos, dentro de los cuales se cavaron, por corrientes marinas y fluviales, grandes cañones de erosión que posteriormente en la edad terciaria, debieron ser rellenados por depósitos arenosos y calcáreos que dieron lugar a magníficos receptáculos para la acumulación de petróleo.

La explotación de estas formaciones se lleva a cabo en 2 etapas:

I.- Explotación primaria; que comprende:

- a).- Cuando fluye por si solo
- b).- Bombeo neumático
- c).- Bombeo mecánico

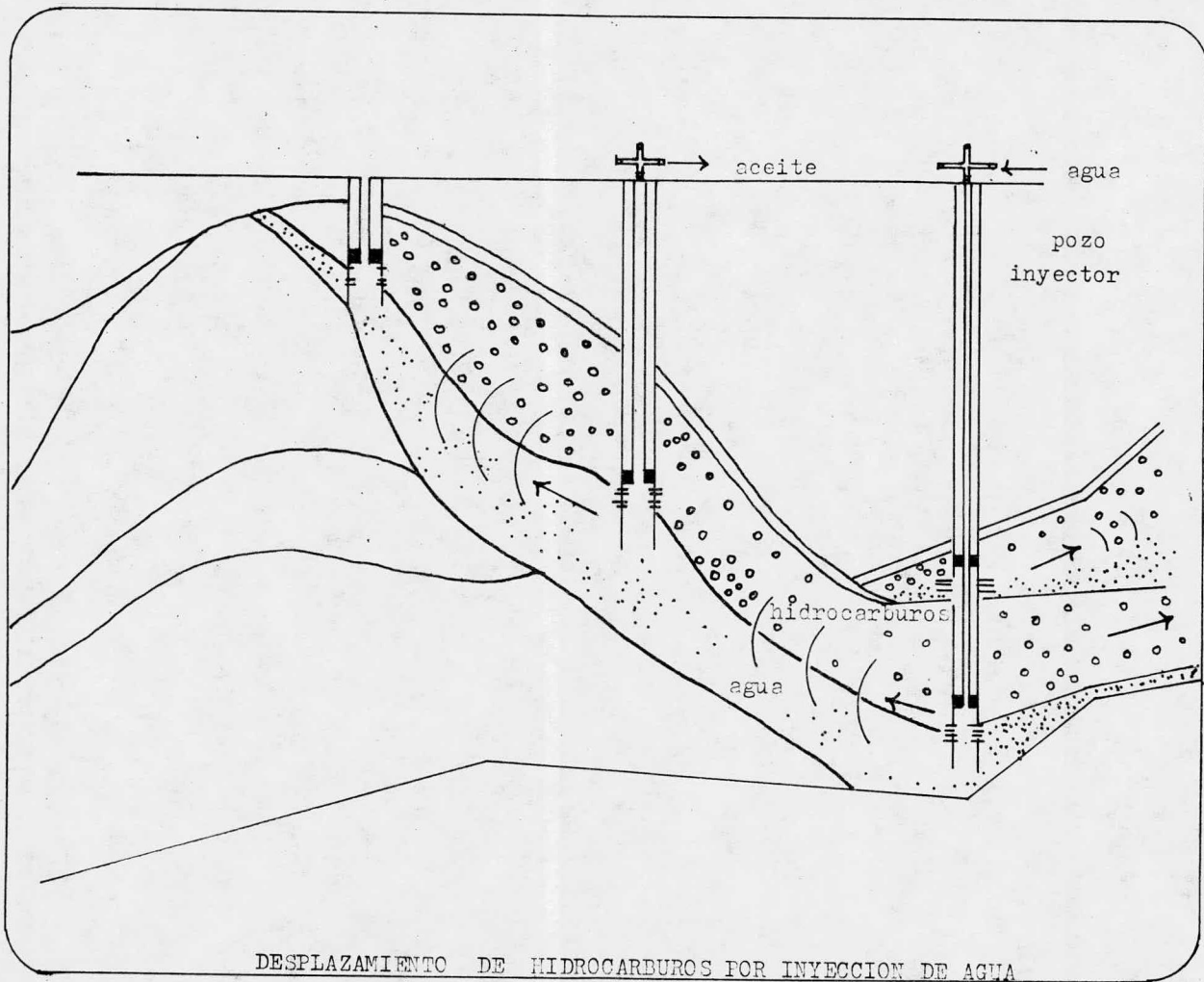
II.- Explotación secundaria, que comprende:

- a).- Recuperación secundaria por inyección de agua.

Aunque en la mayoría de los campos petroleros, los pozos se encuentran bajo bombeo neumático y mecánico; la recuperación secundaria se está aplicando en los campos productores de aceite en crisis debida a una explosión en gran escala fuera de las normas especificadas provocando un depresionamiento del yacimiento y en donde el volumen residual del petróleo en los pozos, representa una alta proporción del volumen original total.

Lo que se trata de hacer es de efectuar un barrido de los hidrocarburos hacia la superficie por la tubería de producción, tal efecto se puede alcanzar inyectando agua suficiente al yacimiento. Posteriormente un estudio geológico de fallas de arena, se sitúan en el lugar y profundidad adecuada para el barrido, en donde se perforará e introducirá el agua al yacimiento, a través de los pozos llamados inyectores.

Esta agua suministrada, será tratada química y bacteriológicamente con el fin de eliminar la corrosión e incrustación de líneas y equipo; así como el taponamiento de la red de distribución y formación de precipitados, ya sea de algas ó bacterias, así como controlar el desarrollo de microorganismos.



III METODOS

DE

ANALISIS

### III.- INHIBIDORES DE CORROSION E INCUSTACION

Lo que se necesita es un conjunto de - normas para la evaluación del sistema de agua a partir de pruebas económicas. Estos métodos de prueba deben - detectar los problemas a futuro antes de que los equipos de superficie ó bajo de ella falle, ó antes de que las presiones de inyección se hayan elevado hasta límites críticos.

Por lo que a fin de cuentas la calidad y control del agua son vitales para hacer que la recuperación secundaria sea costeable.

El tratamiento químico del agua debe hacerse para la prevención de :

- 1.- Depósitos en las líneas y en el equipo de distribución.
- 2.- De la formación de escamas.
- 3.- De crecimientos bacterianos.
- 4.- Corrosión.

Los métodos analíticos que se lleven a cabo para el agua que se va a inyectar sub-superficialmente se realizan para evitar la corrosión ó la pérdida de inyectabilidad. Lo que se espera es determinar las - condiciones que conducen a la corrosión antes de que ocurra.



Se reconoce que las pruebas comunmente -- usadas para evaluar los tratamientos químicos no logran dar la medida directa de la dinámica del medio ambiente en la interfase superficie metálica-agua. La dinámica en la interfase superficie metálica-agua, re presenta la medida directa de la corrosión latente. - El empleo de los métodos analíticos que nos miden la dinámica de la interfase metálica-agua, muestran lo - que está sucediendo en el tubo, en el sitio estudiado.

Para la mayoría de los sistemas de agua - existentes, es necesario estudiar el agua para determini nar si el medio en que se haya la superficie del tubo es favorable para la corrosión, para la formación de - depósitos ó para el taponamiento de los pozos de inyecci ón.

El tratamiento para controlar los depósito s, el crecimiento bacteriano y la corrosión, consis te en la adición de reactivos tales como: un agente - bactericida y un inhibidor de corrosión.

La aplicación y selección de reactivos de pende del tipo de agua, corrosividad del medio y las especificaciones del agua; la efectividad de los reacti vos depende de la localización adecuada de los punto s de dosificación, del tipo de corrosión, de la dosifi cación y de las zonas probables con probables con problemas de corrosión.

Para la selección del bactericida hay que tener en cuenta sus características, tales como:

Facilidades de manejo, toxicidad, eficiencia bacteriana, características químicas y costos de detección de su presencia en el sistema.

BACTERICIDAS:.- Los bactericidas usados en el tratamiento de agua normalmente son los siguientes:

- EL CLORO:.- Es efectivo contra una extensa variedad de microorganismos cuando se dosifica adecuadamente pero tiene la desventaja de ser altamente tóxico y requiere de un equipo especial para su manejo y aplicación. - Las bacterias reductoras de sulfatos son resistentes a la acción del cloro, esto se debe a la acción del cloro que reacciona con sulfuros del medio ambiente de la celda bacteriana.
- AMINAS GRASAS:.- Se han usado en sistemas de recuperación secundaria con muy buenos resultados. Estos compuestos tienen baja toxicidad, son líquidos espesos, de acción positiva, recubren los metales protegiéndolos de la corrosión. La desventaja de estos compuestos es debida a sus características de solubilidad, su naturaleza catiónica.
- COMPUESTOS CUATERNARIOS DE AMONIO:.- Están ligados a las aminas grasas, son de baja toxicidad, líquidos fáciles de usar, son bactericidas, efectivos cuando se usan en forma apropiada, pero el costo de tratamiento es relativamente alto.

INHIBIDORES:.- Los métodos analíticos a emplear sirven de referencia, ya que una mala selección o aplicación del reactivo ocasiona una pobre eficiencia de protección, que se refleja en un daño prematuro en las instalaciones y un aumento de la periodicidad de la limpieza en los ductos.

Los inhibidores son sustancias químicas que se adicionan en pequeñas concentraciones a un medio corrosivo que reduce eficazmente la velocidad de corrosión.

Los inhibidores se clasifican tomando en cuenta su naturaleza en: inorgánicos y orgánicos.

- INHIBIDORES INORGANICOS:.- Estos a su vez se dividen en:

Anódicos: éstos suprimen o retardan las reacciones anódicas en la corrosión de un metal; actúan como tales: los cromatos, fosfatos, carbonatos, silicatos de los metales alcalinos.

Catódicos: las reacciones catódicas más comunes en la corrosión de los metales son:

La reducción del oxígeno libre a iones oxhidrilo en soluciones alcalinas ó neutras y la reducción de los iones hidrógenos a hidrógeno libre, en soluciones ácidas. Los inhibidores que retardan o suprimen las reacciones antes mencionadas se les llama inhibidores catódicos, pudiendo ser las sales de zinc, níquel, manganeso y cromo.

La falta de inhibidor, ó sea la protección parcial de las áreas catódicas, a diferencia de las anódicas, no produce un ataque acelerado localizado sino - lento y generalizado.

Existen también los inhibidores acondicionadores del medio que pueden ser: neutralizantes y secuestradores de oxígeno.

- LOS INHIBIDORES NEUTRALIZANTES:.-

Reaccionan químicamente con el medio corrosivo, reduciendo la corrosividad del electrolito. Un ejemplo de lo anterior es la inhibición de la corrosión por el amoníaco ( $NH_3$ ) en un espacio cerrado conteniendo vapores corrosivos, como es el caso del espacio anular por encima del nivel del líquido en pozos productores y los vapores corrosivos en la sección de concentración de una torre de fraccionamiento primario de crudo. El efecto residual de los productos de la corrosión es prácticamente nulo.

- LOS INHIBIDORES SECUESTRADORES DE OXIGENO.-

Acondicionan el medio reaccionando químicamente con el oxígeno disuelto; ejemplo de esto son: sulfito de sodio y la hidracina.

- LOS INHIBIDORES ORGANICOS:.-

Estos en general, no experimentan cambios químicos durante el proceso de inhibición, se pueden subdividir en: polares, siendo los más comunes, los que en su molécula contienen azufre -

mercaptanos, oxígeno, aldehidos, cetonas, etc., y nitrógeno aminoras, etc., y los no polares, de alto peso molecular como: la gelatina, albúmina de huevo, dextrina, agar y otras sustancias orgánicas usadas en -- medios ácidos y neutros.

## A N A L I S I S

Métodos de análisis de control de rutina - de las aguas de inyección, así como métodos especiales que pueden realizarse en caso de problemas, ó un deseo más extenso de la calidad del agua para la recuperación secundaria.

1.- pH.- El término pH, es el logaritmo recíproco de la concentración de iones hidrógeno expresados en moles. Algunos de los constituyentes que controlan el pH en el agua de los campos petroleros son:

Los sólidos disueltos, la precipitación de fierro (2+), carbonatos, bicarbonatos, boratos y ácido sulfhídrico.

El pH puede ser medido electromagnéticamente y colorimetricamente, sin embargo el método electromagnético es el más apropiado por que no es afectado por coloraciones o soluciones opacas.

### 1.1 PRINCIPIO:

El método electromagnético es esencialmente una medida de potencial entre un electrodo indicador y un electrodo de referencia. El sistema más común de electrodos para uso técnico es el vidrio y el calomel saturado.

## 1.2 INTERFERENCIAS:

La determinación de un pH muy exacto se requiere correcciones por temperatura y sólidos disueltos.

Las correcciones por temperatura pueden ser hechas automáticamente usando un termocompensador ó puede ser calculada de información suministrada con el instrumento. Ambos errores para sólidos disueltos ó error de sal, puede ser calculado, obteniendo de una carta suministrada con el electrodo ó compensado por el uso de un electrodo de vidrio especial.

## 1.3 EQUIPO:

Un medidor de pH tiene una escala de 0 a 14 unidades de pH, con una exactitud de más o menos 0.1 unidades de pH y una precisión de más o menos 0.02. -- Además de un recipiente para muestra.

## 1.4 REACTIVOS:

Soluciones reguladoras con el pH de 4.7 y 10.

## 1.5 PROCEDIMIENTO:

a).- Calibración: El medidor del pH debe estandarizarse a un pH cercano al de las muestras, normalmente para el caso de aguas de campos petroleros debe ser de 7, sin embargo, dependiendo del origen de la muestra puede ser tan bajo como 4 o tan alto como 10.--

El medidor de pH debe ser verificado periódicamente con 3 soluciones reguladoras, de la siguiente manera:

Ajustar el medidor a un pH de 7 y verificar si la lectura es correcta para valores de 4 y 10 (en intervalos de 0.1). No se recomienda utilizar siempre la misma solución reguladora.

Las determinaciones del pH deben hacerse inmediatamente después de abrir la muestra.

El instrumento debe ser estandarizado, los electrodos sumergidos en la muestra y leer el pH.

El pH de aguas de inyección está sujeto a cambios y se recomienda que el pH debe tomarse al momento del muestreo. Esto puede lograrse utilizando un embudo de separación.

#### 1.6 CALCULOS:

El pH es leído directamente del aparato y usualmente se supone que la determinación es hecha a la temperatura del lugar, aproximadamente a 25°C, si la determinación del pH es a diferente temperatura a la del lugar, se corrige. Las correcciones del pH -- por temperatura se hacen usualmente por una de las siguientes formas:

1.- Usar un equipo con termocompensador.-  
(Es lo más recomendable).

2.- Estandarizar el medidor de pH con soluciones reguladora a la temperatura de la muestra.



3.- Calcular la corrección por temperatura.

## 2. ALCALINIDAD:

La alcalinidad en las aguas es causada por la presencia de iones diferentes, pero es generalmente atribuido a la presencia de bicarbonatos, carbonatos e iones hidroxilos. Una prueba comunmente usada para determinar la alcalinidad es titulando la muestra con un ácido estandar usando fenoftaleina ó púrpura de metilo como indicador. El punto final de la titulación representa valores de pH de aproximadamente 8.1 y 4.5 respectivamente.

La alcalinidad del agua a la fenoftaleina se considera que es causada por la presencia de iones hidróxidos más la mitad de los iones carbonatos, mientras que la alcalinidad a la púrpura metílica es el resultado de la presencia de todos los iones que contribuyen a la alcalinidad de la muestra. Generalmente la alcalinidad a la fenoftaleina, está ausente en aguas de los yacimientos y aumenta respecto a la superficie.

### 2.A LA ALCALINIDAD MEDIANTE EL METODO ELECTROMETRICO:.-

#### 2.A.1 PRINCIPIO:

Un electrotitulador ó medidor de pH es --

usado para determinar la cantidad de ácido necesaria para alcanzar un pH de 8.1 y 4.5 respectivamente. Los valores del pH se aproximan a los puntos en donde los iones hidroxilos y bicarbonatos son neutralizados.

#### 2.A.2 INTERFERENCIAS:

Generalmente la alcalinidad se reporta como carbonatos, bicarbonatos ó hidroxilos y la alcalinidad resultante a partir de la presencia de boratos, silicato, sulfito y fosfato, serán incluidos en la determinación de carbonatos y bicarbonatos. Ningún intento se ha hecho para identificar o compensar los iones específicos incluidos en la determinación de la alcalinidad.

#### 2.A.3 EQUIPO:

- Un electrotitulado ó medidor estandar de pH.
- Una bureta de 10 ml.

#### 2.A.4 REACTIVOS:

- Acido sulfúrico ó ácido clorhídrico de normalidad menor a 0.1 N.
- Solución reguladora de pH de 4, 7 y 10.

#### 2.A.5 PROCEDIMIENTO:

a).- Calibración:.- El medidor de pH debe estandarizarse a un pH cercano al de las muestras nor-

malmente para el caso de aguas de inyección debe ser de 7, sin embargo dependiendo del origen de la muestra puede ser tan baja como 4, ó tan alta como 10.

El medidor de pH debe ser verificado periódicamente con 3 soluciones reguladoras de la siguiente manera:

Ajustar el medidor a un pH de 7, ver si la lectura es correcta para valores de 4 y 10 (a intervalos de 0.1) No se recomienda usar siempre la misma solución reguladora.

b).- Una vez determinado el pH, el análisis de la alcalinidad debe hacerse inmediatamente para evitar errores debido a la descomposición del bicarbonato. Transferir una muestra de 50 a 100 ml dentro de un matraz, y titular con solución ácida estandar hasta un pH de 8.1 y registrar este volumen como P. Si se alcanza un pH menor a 8.1 registre este valor de P como cero y continúe la titulación hasta un pH de 4.5, registrando este volumen total de ácido como T.

#### 2.A.6 CALCULOS:

El resultado obtenido de la titulación anterior ofrece un medio para la clasificación estequiométrica de las 3 causas principales de la alcalinidad. La presencia de los iones pueden ser indicada por las relaciones mostradas en la siguiente tabla.

RELACION DE VOLUMENES PARA CALCULO DE LA  
ALCALINIDAD

Resultados	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	CO <sub>3</sub> <sup>=</sup>	OH <sup>-</sup>
P = 0	T	0	0
P < 1/2T	T-2P	2P	0
P = 1/2T	0	2P	0
P > 1/2T	0	2(T-P)	2P-T
P = T	0	0	T

T= Titulación total en ml

P= Titulación para pH= 8.1 en ml

Usando las relaciones expresadas en la tabla anterior,  
el cálculo de los iones es como sigue:

HCO<sub>3</sub><sup>-</sup> (Bicarbonatos)

$$\text{mg/l HCO}_3^- = \frac{\text{ml ácido} \times \text{N ácido} \times 61 \times 1000}{\text{ml muestra}}$$

CO<sub>3</sub><sup>=</sup> (Carbonatos)

$$\text{mg/l CO}_3 = \frac{\text{ml ácido} \times \text{N ácido} \times 30 \times 1000}{\text{ml muestra}}$$

OH<sup>-</sup> (Hidroxilos)

$$\text{mg/l OH}^- = \frac{\text{ml ácido} \times \text{N ácido} \times 17 \times 1000}{\text{ml muestra}}$$

2.A. 7 PRECISION Y EXACTITUD:.-

La exactitud del método es de aproximadamente del 2 a 3 % de la cantidad presente, - debido a la inestabilidad de los constituyentes.

### 3. GRAVEDAD ESPECIFICA:

La gravedad específica es la relación del peso del volumen de la sustancia, al peso de un volumen igual de alguna otra sustancia tomada como referencia.

El agua es generalmente la sustancia de referencia, para sólidos y líquidos. Por conveniencia, la gravedad específica para aguas de inyección es generalmente determinada a la temperatura del lugar y corregida a 25°C.

La gravedad específica de las aguas de inyección puede determinarse con un hidrómetro, con una balanza de gravedad específica o con un picnómetro, -- dependiendo de la exactitud deseada. Los hidrómetros no son tan precisos como el picnómetro, para determinaciones que se requieran con más frecuencia es aceptable el hidrómetro. Para casos que requieran más exactitud es recomendable usar el picnómetro.

Las determinaciones utilizando la balanza de gravedad específica, pueden hacerse con mayor rapidez que con el picnómetro pero los resultados deben -- ser corregidos por temperatura. Para el caso del picnómetro no se requiere de ninguna corrección por temperatura si las mediciones se hacen con la muestra y el agua destilada a la misma temperatura.

### 3.A I METODO DE HIDROMETRO.

#### 3.A.1 PRINCIPIO:.-

El hidrómetro es un bulbo pesado con una escala graduada.

La profundidad a la cual el hidrómetro es sumergido determina la densidad del fluido, la gravedad específica es leída directamente de la escala. Algunos hidrómetros están equipados con termómetros de manera que la corrección de temperatura puede hacerse si es necesario.

#### 3.A.2 INTERFERENCIAS:.-

La presencia de aceite en la muestra interfiere con la determinación, por lo que solo muestra fresca y filtrada debe usarse.

#### 3.A.3 EQUIPO:.-

- Hidrómetros que cubran la escala de gravedades específicas encontradas en los análisis, con graduaciones no mayores que 0.002.

- Probetas graduadas que permitan al hidrómetro flotar libremente.

#### 3.A.4 PROCEDIMIENTO:.-

La probeta graduada es llenada con muestra de agua ( filtrada si es necesario ) en la cual se sumerge el hidrómetro; éste debe flotar libremente y no tocar las paredes del recipiente, hasta alcanzar el re

poso, el termómetro debe ajustarse a la temperatura de la muestra. La gravedad específica es leída directamente del hidrómetro.

### 3.A.5 PRECISION Y EXACTITUD:.-

La precisión depende del analista a la leer, generalmente es de más o menos 0.001 y la exactitud depende de la calidad del hidrómetro.

### 3.BII METODO DE LA BALANZA DE GRAVEDAD ESPECIFICA

#### 3.B.1 PRINCIPIO:.-

La balanza de gravedad específica es esencialmente una balanza analítica, la cual usa una plomada para determinar el peso de un líquido por desplazamiento. La plomada es calibrada con un líquido estándar generalmente es agua destilada, para después hacer la determinación.

#### 3.B.2 INTERFERENCIAS:.-

La presencia de petróleo en la muestra es causa de interferencia, por lo que se debe usar una muestra filtrada.

#### 3.B.3 EQUIPO:.-

- Una balanza de tipo Westphal ó cualquiera de las balanzas de exactitud de gravedad específica.

#### 3.B.4 PROCEDIMIENTO:.-

a).- Localizar la balanza de gravedad específica en un lugar cerrado, fuera de corrientes de aire, limpiar la plomada por inmersión en agua destilada y después en acetona.

b).- La plomada puede ser calibrada por peso, lo más que la plomada debe desplazar es 5.0 g de agua a la temperatura especificada. El desplazamiento es determinado por la diferencia en peso de la plomada en aire y en agua destilada a la temperatura especificada.

c).- Sumerja la plomada en la muestra y cerciórese de que no toque el fondo, ni las paredes.

El líquido desplazado es la diferencia entre el peso necesario para contrapeso de la plomada seca en aire y el necesario para cuando la plomada está sumergida.

### 3.B.5 CALCULOS:.-

$$\text{Gravedad específica} = \left( \frac{d}{\text{liq/d agua}} \right) \left( \frac{t_{25^{\circ}\text{C}}}{t_{25^{\circ}\text{C}}} \right)$$

La gravedad específica puede ser corregida a 15°C/15°C agregando 0.0002 por cada grado arriba de 15°C.

### 3.B.6 PRECISION Y EXACTITUD:.-

La precisión del método depende de la técnica del analista y la exactitud de la estandarización precisa del instrumento, la exactitud de los resultados es de más o menos 0.0001.

### 3.C.III METODO DEL PICNOMETRO;.-

Un picnómetro es esencialmente un frasco taponado y calibrado. El picnómetro es primero lavado varias veces con agua destilada, después es llenado con muestra y pesado, se lava y se pesa con agua destilada. La gravedad específica es obtenida por comparación del peso de la muestra y el peso del agua destilada.



### 3.C.1 INTERFERENCIAS:.-

La presencia de petróleo en la muestra interfiere con la determinación, por lo que solo muestra filtrada debe usarse.

### 3.C.2 EQUIPO:.-

- Un picnómetro de 25 ml.
- Balanza analítica con sensibilidad de 0.1 mg.

### 3.C.3 PROCEDIMIENTO:.-

a).- Calibración:.- Limpiar el picnómetro con agua destilada y acetona, secarlo en un horno por una hora a 105<sup>o</sup>C, enfriar el picnómetro a la temperatura ambiente y limpiarlo. Pesar el picnómetro en una balanza analítica con sensibilidad de 0.1 mg, llenarlo con agua destilada hasta que el tope esté bajando lentamente en él, el agua es forzada levantando el brazo capilar y una pequeña cantidad es forzada a salir por el extremo, limpiar las trazas de agua del extremo, -- cerciorándose de que el extremo esté lleno y que no haya burbujas de aire en el picnómetro.

Pesar el picnómetro lleno de agua en una balanza analítica con sensibilidad de 0.1 mg, desechar el agua y secar en un horno por una hora a 105<sup>o</sup>C, secar y dejar enfriar a la temperatura ambiente. La calibración es más exacta si se repite el procedimiento por lo menos tres veces y tomando un promedio. La recalibración no es necesaria a menos que el picnómetro esté dañado.

b).- Llenar el picnómetro con una muestra de agua filtrada, pesar y registrar, así como también la temperatura.

### 3.C.4 CALCULOS:.-

Ejemplo

Picnómetro + agua destilada	@ 26°C = 45.2312 g
Picnómetro seco	@ 26°C = 20.3745 g
Agua destilada	@ 26°C = 24.8567 g
Densidad del agua	@ 26°C = 0.9968 g
Volumen del picnómetro	= 24.8567 ml
MI	@ 26°C = 27.9907
Picnómetro + muestra	@ 26°C (S) = 48.3652 g
Picnómetro seco	@ 26°C (D) = 20.3745 g
Muestra	@ 26°C = 27.9907 ml

$$\begin{aligned} \text{Gravedad específica} &= \frac{(S - D)}{V} \\ &= \frac{27.9907}{24.9365} \\ &= 1.1225 @ 26^\circ\text{C}. \end{aligned}$$

Donde: V = Volumen del picnómetro, ml.

S = Peso del picnómetro y muestra, g

D = Peso del picnómetro seco, g.

Corrección a 15°C:

$$\text{Gravedad específica} @ 26^\circ\text{C} = 1.225 \text{ g/ml}$$

$$\text{Corrección} = (26 - 15) 0.0002 = +0.0022$$

$$\text{Gravedad específica} @ 15^\circ\text{C} = 1.277 \text{ g/ml.}$$

### 3.C.5 PRECISION Y EXACTITUD:.-

La precisión depende de la técnica del analista con una buena técnica se obtienen excelentes resultados. La gravedad específica es reportada con 4 decimales y teniendo una exactitud de  $\pm 0.00005$ .

#### 4. CALCIO Y MAGNESIO : .-

El calcio y el magnesio son considerados juntos, por estar relacionados en problemas de aguas y procedimientos analíticos. Las sales de calcio y magnesio dan un gran porcentaje de dureza, generalmente en aguas claras.

El calcio particularmente contribuye fuertemente en la medida de los sulfatos asociados con aguas de inyección, lo problemas en la medida de los sulfatos son dificultades a manejar debido a que una vez disueltos existen poco productos químicos que puedan disolverlos una vez depositados.

Es muy probable que muchas de las muestras identificadas como sulfatos de calcio sean algunas muestras de calcio, bario, ó sulfatos de estroncio, el uso de procedimientos analíticos refinados han reafirmado que es dificultoso encontrar aguas petrolíferas que estén libres de ambos, bario y estroncio, éstos generalmente son determinados con el calcio, por lo que el resultado es un valor compuesto.

Con el espectrofotómetro de flama, éstos y otros constituyentes del agua son determinados como rutina, dando una mejor ilustración de la composición de las aguas de inyección.

##### 4.A. I FORMACION DE COMPLEJOS

##### 4.A. 1 PRINCIPIO:.-

El calcio y el magnesio forman -

ambos complejos con EDTA a un pH de 10 y solo con calcio a un pH de 12, debido a la precipitación del magnesio como hidróxido, por lo que por titulación de las dos muestras con EDTA una a pH de 10 y otra a un pH de 12; ambos, calcio y magnesio pueden ser determinados.

#### 4.A. 2 INTERFERENCIAS:.-

Los iones que comunmente están en las aguas de inyección y que interfieren con este método son: fierro, bario y estroncio. El bario y el estroncio son incluidos en la determinación del calcio y generalmente están presentes en cantidades menores que el calcio, en cuanto al fierro, este es ta presente en concentraciones de más de 20 mg/l , la trietanol amina puede ser usada para eliminar -- la interferencia.

#### 4.A. 3 EQUIPO:.-

- Bureta de 10 micro ml
- Matraz Erlenmeyer de 250 ml

#### 4.A.4 REACTIVOS:.-

a).- Soluciones de EDTA ó CDTA estándar, a -- proximadamente 0.025 N

b ).- Solución de hidróxido de potasio: disol ver 20 g de hidróxido de potasio en 100 ml de agua destilada, agregar 570 ml de hidróxido de amonio -- concentrado y diluir a 1000 ml con agua destilada.

c).- Solución reguladora de cloruro de amonio + hidróxido de amonio: disolver 67.5 g de cloruro de amonio en aproximadamente 200 ml de agua destilada, agregar 570 ml de hidróxido de amonio concentrado y diluir a un litro con agua destilada.

d).- Eriocromo negro T ( sodio-1-( 1 hidroxí-2-naftilazo)-6-nitro-2-naftol-4-sulfonato )

e).- Indicador de calcio: calcón, murexida ó rojo-cal, estos mencionados son ampliamente usados.

Rojo-cal: ácido 1-(2-hidroxí-4 sulfo-1-naftilazo)2-hidroxí-2-naftónico.

Cantidad recomendada: 0.10 g

Calcón: sodio 1-(2-hidroxí-1-naftilazo)-2 fenol-4-sulfonato.

Cantidad recomendada: 6 gotas

Murexida: purpurato de amonio.

Cantidad recomendada: 0.1 g

#### 4.A. 5 PROCEDIMIENTO:.-

a).- Si menos de 10 ml de muestra son requeridos tomar con pipeta 10 ml de muestra a un matraz volumétrico y diluir con agua destilada.

b).- Medir con pipeta 10 ml ó más de ésta solución diluída (ó de la muestra original si no se requiere dilución), pasar a un matraz Erlenmeyer y diluir 20 ó 25 ml con agua destilada.

c).- Agregar 2 ó 3 gotas de trietanol amina

d).- Adicionar aproximadamente 4 ml de pota-

sa y la cantidad recomendada de indicador de calcio titular con EDTA valorado, hasta alcanzar la coloración del punto final del indicador.

INDICADOR	COLOR INICIAL	COLOR DEL PUNTO FINAL
Rojo cal	Rojo	Azul
Calcón	Rojo	Azul
Murexida	Rosa	Violeta

e).- Usando la misma pipeta que en el inciso (d), medir otra alícuota de la muestra y separarla en un matraz Erlenmeyer, diluir a 20 ó 25 ml con agua destilada y agregar aproximadamente 3 ml de solución reguladora.

f).- Agregar 3 ó 4 gotas de ericromo negro T y titular con la misma solución hasta el cambio de color vino a azul.

#### 4. A. 6 CALCULOS:.-

$$\text{mg/l Ca}^{++} = \frac{A \times N \text{ EDTA} \times 40.1 \times 1000}{\text{ml muestra}}$$

$$\text{mg/l Mg}^{++} = \frac{(B-A) \times M \text{ EDTA} \times 24.3 \times 1000}{\text{ml muestra}}$$

A = ml EDTA requerido utilizando indicador de calcio.

B = ml EDTA requeridos utilizando indicador Ericromo negro T

#### 4. B METODO DEL PERMANGANATO DE POTASIO

##### 4. B. 1 PRINCIPIO:.-

El calcio es precipitado como oxalato de calcio, que es redissuelto en ácido y ti-

tulado con permanganato de potasio valorado, la cantidad de calcio presente es proporcional a la cantidad de permanganato requerido para oxidar el oxalato.

#### 4. B. 2 INTERFERENCIAS:.-

Los iones generalmente presentes en aguas de inyección que interfieren con este método son: fierro, bario y estroncio. El bario y el estroncio son incluidos con la determinación del calcio y generalmente están presentes en cantidades menores que el calcio, en cuanto al fierro, éste es precipitado como hidróxido y filtrado.

#### 4. B. 3 EQUIPO:.-

- Bureta de 50 ml
- Parrilla
- Matraces de 250-400 ml
- Embudo
- Papel filtro Whatman No. 42 ó equivalente.

#### 4. B. 4 REACTIVOS:.-

- Solución de oxalato de amonio saturada.
- Hidróxido de amonio concentrado
- Acido clorhídrico concentrado
- Peróxido de hidrógeno al 30 %
- Indicador de bromocresol al 0.1%
- Permanganato de potasio 0.1 N
- Acido sulfúrico 1:1

#### 4.B.5 PROCEDIMIENTO:.-

a).- La muestra a analizarse debe ser ajustada para que el precipitado no contenga más de 40 mg de calcio ya que una gran cantidad es difícil de lavar y filtrar.

b).- Medir con una pipeta la muestra y diluir a aproximadamente 50 ml.

c).- Si existe fierro el procedimiento para eliminarlo es el siguiente: agregar unas cuantas gotas de peróxido de hidrógeno y calentar hasta ebullición, alcalinizar la solución con hidróxido de amonio, filtrar el hidróxido férrico y lavar el precipitado con agua caliente.

Si no hay presencia de fierro, agregar 6 gotas de verde de bromocresol (indicador) y acidifique la muestra con ácido clorhídrico concentrado.

d).- Agregar 5 ó 10 ml de oxalato de amonio saturado, si la solución llega a oscurecerse en éste punto agregar ácido clorhídrico hasta que la solución se aclare. Cuando la solución se aproxime a su punto de ebullición agregar hidróxido de amonio concentrado gota a gota hasta que la solución cambie a azul, eliminar el calentamiento, lavar las paredes del recipiente y dejar enfriar.



e).- Filtrar la muestra después de 30 minutos de la precipitación, lavar las paredes y el precipitado por lo menos 3 veces con agua destilada, emplear el filtrado para la determinación del magnesio.

f).- Retirar el papel filtro del embudo y colocar en el recipiente usado para la precipitación.

g).- Agregar aproximadamente 20 ml de ácido sulfúrico 1:1 al recipiente que contiene el papel filtro y el precipitado de oxalato de calcio, adicionar 100 ml de agua destilada y calentar la solución hasta aproximadamente el punto de ebullición, pero no permitir que alcance a hervir, agitar para desintegrar el papel filtro.

h).- Quitar el calentamiento y titular con solución valorada de permanganato de potasio.

i).- La titulación será hecha agregando poco a poco el permanganato de potasio y la adición no debe ser mayor de 0.5 ml, ésta precaución es necesaria para prevenir la auto-oxidación del permanganato de potasio. Titular hasta que el color rosa del permanganato de potasio persista en la solución por 30 segundos.

j).- Correr un blanco en un matraz limpio, utilizando 10 ml de ácido sulfúrico y aproximadamente el mismo volumen de agua destilada.

#### 4.B. 6 CALCULOS:.-

$$\text{mg/l Ca}^{++} = \text{ml K Mn O}_4 \text{ usado} - \text{ml KMnO}_4 \text{ blanco} \times \text{NKMnO}_4 \times 20 \times \frac{1000}{\text{ml muestra}}$$

#### 4.B. 7 PRECISION Y EXACTITUD:.-

El método tiene una precisión de aproximadamente 2% y una exactitud de aproximadamente 4% de la cantidad presente.

#### 4.C. I METODO GRAVIMETRICO:.-

##### 4.C. 1 PRINCIPIO:.-

El calcio es precipitado como oxalato de calcio, filtrado, calentado, y pesado como óxido de calcio.

##### 4.C.2 EQUIPO:.-

- Embudo
- Matraces de 250-400 ml
- Balanza analítica
- Estufa u horno
- Crisoles de porcelana ó platino
- Papel Whatman No. 42 ó equivalente

##### 4.C. 3 REACTIVOS:.-

- Oxalato de amonio saturado
- hidróxido de amonio concentrado
- Acido clorhídrico concentrado
- Peróxido de hidrógeno al 30%
- Indicador verde de bromocresol al 1%

4.C. 4 PROCEDIMIENTO: -

Igual que en la determinación volumétrica hasta en la separación del papel filtro - con el precipitado del embudo.

## M A G N E S I O : . -

### 4.D. I METODO GRAVIMETRICO:

#### 4.D. 1 PRINCIPIO:.-

El magnesio se precipita como fosfato de amonio magnesio en una solución amoniaca con - fosfato de diamonio, el precipitado se seca y calcina - en una mufla, y se pesa como pirofosfato de magnesio.

#### 4.D. 2 INTERFERENCIAS:.-

Las sustancias que general - mente están presentes en aguas de inyección y que pueden interferir en ésta determinación son: calcio, fierro, - estroncio y materia en suspensión. Si la concentración de sales de amonio y oxalato es alta, una doble precipi - tación de fosfato de amonio-magnesio, elimina la inter - ferencia.

#### 4.D. 3 EQUIPO:.-

- Frasco lavador
- Mechero de Bunsen
- Mufla eléctrica
- Crisoles de porcelana
- Papel filtro Whatman No. 42 ó equi - valente.

#### 4.D. 4 REACTIVOS:.-

- Fosfato diamonio al 10%
- Hidróxido de amonio al 2%
- Acido clorhídrico concentrado
- Hidróxido de amonio concentrado

4.D. 5 PROCEDIMIENTO:.-

a).- Acidificar el filtrado con ácido clorhídrico concentrado ajustar el volúmen (por evaporación si es necesario) a 50 ml

b).- Colocar el recipiente que contiene el filtrado de la precipitación de calcio en un baño con hielo a 10°C ó menos, el enfriamiento apresura la precipitación del fosfato de amonio magnesio especialmente en pequeñas cantidades.

c).- Agregar aproximadamente 10 ml de fosfato diamonio y agitar.

d).- Agregar hidróxido de amonio concentrado hasta el vire del indicador a azul y agregar 5 ml de exceso.

e).- Lavar el agitador y las paredes del recipiente, sacar del baño de hielo y dejar en reposo durante 12 horas.

f).- Filtrar y remover cuantitativamente el precipitado del recipiente, lavar el recipiente y el precipitado varias veces con solución fría de hidróxido de amonio al 2%.

g).- Poner el papel filtro dentro de un crisol pesado y quemar con un mechero de bunsen.

h).- Después de que el papel filtro ha sido quemado, proseguir el calentamiento en una mufla eléctrica a 1000 °C por una hora. La incineración debe llevarse a cabo lentamente hasta que el papel filtro esté casi completamente incinerado para prevenir las pérdidas de precipitado por volatilización del fósforo debi-

do a la reducción.

4.D. 6 CALCULOS : .-

$$\text{mg/l Mg}^{++} = \frac{\text{mg Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7 \times 218.50}{\text{ml muestra}}$$

4.D. 7 PRECISION Y EXACTITUD:.-

El método tiene una precisión de aproximadamente 2 a 3 % y una exactitud aproximada de 3 a 5% de la cantidad presente.

5. S U L F A T O S

El sulfato es uno de los iones más importantes normalmente determinados en análisis de aguas, los sulfatos son más marcados en operaciones donde dos ó más aguas serán mezcladas.

Muchas de las aguas superficiales contienen bario, estroncio y calcio, todos forman una capa densa, insoluble con sulfato, la cuál es más económica evitarla que darle tratamiento químico.

Otro punto de interés concerniente al ion sulfato, es que no es común encontrar bario y sulfato presentes en la misma salmuera en concentraciones arriba de 35 mg/l ó más. Estos cambios en las solubilidades son más pronunciadas cuando la gravedad específica se incrementa y son relacionadas al contenido total de sólidos disueltos.

## 5.A METODO GRAVIMETRICO

### 5.A. 1 PRINCIPIO:.-

El sulfato es precipitado con cloruro de bario en una solución ácida, filtrada, incinerada y pesada como sulfato de bario.

### 5.A. 2 INTERFERENCIAS:.-

En la práctica, pequeñas interferencias de significancia son encontradas en los análisis de aguas de inyección por sulfatos. Sin embargo es de señalarse que los iones férrico, silicato, nitrato, amonio y muchos iones de metales pesados pueden interferir con la determinación.

### 5.A. 3 EQUIPO:.-

- Pipetas 10, 25, 50 y 100 ml
- Matraz de 100 ml
- Embudo
- Agitador
- Crisol de porcelana o platino
- Papel filtro, Whatman No. 42 ó equivalente
- Parrilla

### 5.A. 4 REACTIVOS:.-

- Acido clorhídrico concentrado
- Cloruro de bario: disolver 10 g de cloruro de bario dihidratado en 100 ml de agua destilada.

### 5.A.5 PROCEDIMIENTO:.-

- a).- Filtrar la muestra si no es clara,-

medir con pipeta una muestra de tal manera que el peso - del precipitado incinerado no exceda de 100 mg, diluir - la muestra si es necesario, ya que la precipitación se - hace en un volúmen no menor de 250 ml.

b).- Agregar un ml. de ácido clorhídrico por 250 ml de muestra diluida.

c).- Calentar a ebullición y lentamente agregar 10 ml ) y agitar, cubrir con un vidrio de reloj y calentar a 80-90°C por unas 4 horas, en muestras que contengan bajas concentraciones de sulfato, una gran exactitud se obtiene con una digestión prolongada.

d).- Filtrar y lavar con agua caliente hasta que el lavado esté libre de cloruros.

e).- Colocar el papel filtro en un crisol tarado, carbonizar y quemar el papel lentamente sin inflamarlo, incinerar una hora a 800°C ó hasta que todo el - carbón haya sido consumido. Enfriar en un desecador y pesar.

#### 5.A.6 CALCULOS:.-

$$\text{mg/l SO}_4 = \frac{\text{mg Ba SO}_4 \times 0.41 \times 1000}{\text{ml muestra}}$$

#### 5.A.7 PRECISION Y EXACTITUD.-

La precisión es de 1-2% y una exactitud de 2-4% de la cantidad presente, es obtendida para aguas que contengan gran cantidad de sulfatos (2000 mg/l). La precisión y exactitud es menor cuando el contenido de sulfatos es menos de 100mg/l.

#### 5.B METODO TURBIDIMETRICO

Este método no se incluye porque nueve de los in



vestigados dan los resultados arriba de los límites de concentración de sulfatos, usualmente encontrados en aguas de inyección.

El método turbidimétrico y gravimétrico son aproximadamente equivalentes en aguas con gravedad específica media; sin embargo el método gravimétrico es más digno de confianza para aguas de gravedad específica alta y baja.

## 6. CLORUROS

Los cloruros están presentes en prácticamente en todas las aguas de inyección. La concentración de cloruros ya sea en pequeñas o grandes cantidades son causa de serios problemas de incrustamiento.

### 6.1 PRINCIPIO:.-

El método de Mohr está basado en la reacción del indicador cromato de potasio, con el primer exceso de titulante, nitrato de plata; formando un precipitado insoluble rojo, que es el cromato de plata, siendo este el punto final de la reacción.

Este método es apropiado para analizar soluciones cuyo pH esté en 6.0 y 8.5, por lo que es aplicable a aguas de inyección sin hacer ajustes en el pH.

### 6.2 INTERFERENCIAS:.-

El método de Mohr está sujeto a interferencias como son: bromuros, ioduros, tiocianatos, fosfatos, carbonatos y sulfuros; los cuales también precipitan con los iones plata, en aguas de inyección a menudo están presentes bromuros, ioduros y sulfuros. Los sulfuros son eliminados por acidificación de la solución con -

ácido nítrico y calentando hasta ebullición. Los cianuros y tiosulfatos, están raramente presentes, pero interfieren por la formación de un complejo soluble de plata.

El fierro, bario, plomo, y bismuto, precipitan con el indicador de cromato, de estos el que con más frecuencia se encuentra es el fierro, y si es necesario eliminarlo se hace por precipitación con hidróxido de sodio o por una resina de intercambio catiónico.

#### 6.3 EQUIPO:.-

- Matraz Volumétrico
- Pipetas
- Matraces Erlemeyer
- Bureta de 10 ml ó 25 ml
- Parrilla

#### 6.4 REACTIVOS:.-

- Nitrato de plata de 0.5 N a 0.1 N
- Cromato de Potasio al 5%
- Acido nítrico 0.1 N
- Bicarbonato de sodio

#### 6.5 PROCEDIMIENTO:.-

a).- Si se requieren menos de 10 ml de muestra, medir con una pipeta y pasarla a un matraz volumétrico, al volumen con agua destilada. Tomar con una pipeta 10 ml ó más de esta solución diluida ( ó de la muestra original si no se ha requerido dilución) y depositarla en un matraz Erlemeyer.

b).- Después de eliminar las interferencias, ajustar el pH entre 6.0 y 8,5 con bicarbonato de sodio ó ácido nítrico, y agregar aproximadamente 0.5 ml de cromato de potasio al 5% como indicador y diluir a menos de 20 ml con agua destilada. Si se va a titular una gran cantidad usar 1 ml de indicador por 50 ml de solución.

c).- Titular con solución valorada de nitrato de plata, el punto final será alcanzado cuando la coloración roja persista, un amarillo claro puede mejorar la detección del punto final.

#### 6.6 CALCULOS:.-

$$\text{mg/l Cl}^- = \frac{\text{ml Ag NO}_3 \times \text{N Ag NO}_3 \times 35.5 \times 1000}{\text{ml muestra}}$$

#### 6.7 PRECISION Y EXACTITUD:.-

Este método tiene una precisión de aproximadamente 1% y una exactitud de más ó menos 2% de la cantidad presente.

### 7. RESISTIVIDAD

La resistividad de aguas de inyección es una medida de la resistencia del agua, a una corriente eléctrica.

Es determinada usando un puente de Wheatstone en el cual una resistencia variable es ajustada, de modo que sea igual a la resistencia del agua, entre electrodos de platino, de una celda con conductividad estandar.

La corriente que pasa a través del agua es -

una función de la velocidad relativa con la cual los diferentes iones se mueven; algunos iones difieren ampliamente en su velocidad y en su efecto de resistividad, - la temperatura de un electrolito afecta la velocidad - de los iones y consecuentemente la resistividad. Por lo que después, las resistividades se trazan logarítmicamente, y deben ser ajustadas a la temperatura de formación.

La resistividad de las aguas de inyección - contienen otros cloruros, además del de sodio, que no es exactamente la misma como la solución pura de cloruro de sodio, de igual contenido de sólidos totales.

#### 7.1 PRINCIPIO:.-

Una celda de inmersión contiene dos electro- dos de platino de un área fija y una distancia fija - que son sumergidos en la muestra; la resistencia es me dida con un puente de Wheatstone y expresada en Ohms.

#### 7.2 INTERFERENCIAS:.-

Petróleo ó compuestos orgánicos, los cuales se adhieren al electrodo.

#### 7.3 EQUIPO:.-

- Recipiente para agua con un motor para agitar con un elemento controlador de calentamiento termostáticamente; y su termómetro con graduación.
- Un recipiente para sumergir las celdas de resistividad.
- 2 celdas de resistividad con constante de alrededor de 0.022 y 0.00025.

- Un instrumento industrial, puente de conductividad modelo RC-16B 2 ó un puente de Wheastone equivalente.

#### 7.4 REACTIVOS:.-

- Acido crómico-sulfúrico
- Solución platinizante: 3 gramos de ácido cloroplatínico y 0.02 g de acetato de plomo en 100 ml de agua.
- Soluciones estandar de cloruro de potasio 1.0 N: secar el cloruro de potasio en un horno durante toda la noche a 110°C, pesar 74.555 g y disolverlo en el doble de agua destilada y llevar a un litro, esta solución tiene una resistencia específica a 25°C de 7.0852 Ohms.

#### 7.5 PROCEDIMIENTO:.-

a).- Platinización de la celda de resistividad: Limpiar la celda con una solución de ácido crómico-sulfúrico. Sumergir la celda en la solución de platinizante, conectar los electrodos de la celda a 1.5 volts secar la celda en serie a través de una resistencia limitante de 1000 Ohms.

Regular el flujo de corriente para una pequeña cantidad de gas e invertir la polaridad del electrodo cada minuto por alrededor de 5 minutos ó hasta que una capa negra cubra el área total del electrodo.

Remover los electrodos de la solución platinizante, lavarlos completamente y depositarlos en agua destilada. Guardar la solución indicadora para fu-

turos usos.

El electrodo es replatinizado cuando haya una evidencia visual de daño ó cuando dé lecturas erróneas.

b).- Preparar el baño de agua y ajustar los controles para mantener una temperatura de  $25^{\circ}\text{C} \pm 0.1^{\circ}\text{C}$

c).- Determinar la resistencia de cada celda sumergiéndola en una solución apropiada de cloruro de potasio. Usar la solución de cloruro de potasio 1.0 N para celda de alrededor de 0.00025 como constante, para salmuera y la de 0.1 N para celdas pequeñas de constante alrededor de 0.022 ó sea para aguas de alrededor de 2000 mg /l de sólidos totales disueltos.

Calcular la constante de la celda K por resistividad.

$$K = \frac{\text{Resistencia específica de la sol. estandar de KCl}}{\text{Ohms leídos}}$$

d).- Filtrar la muestra para eliminar (el petróleo) impurezas y depositarlas en un recipiente, la cantidad de muestras debe ser suficiente para cubrir toda la celda sumergida.

e).- Lavar la celda de resistividad con parte de la muestra (si el volumen es suficiente) ó usar la celda seca.

f).- Colocar la celda de resistividad en la muestra y determinar la resistencia ( Ohms ) balanceando el puente.

#### 7.6 CALCULOS:.-

$$\text{Resistencia, (Ohms-metros)} \quad - \quad m = \text{lectura del instrumento (Ohms)} \quad \times \quad \text{cte. de la celda (m)}$$

## 8. S O D I O

El sodio recibe muy pequeñas consideraciones en los análisis de aguas de inyección, excepto en la determinación de sólidos totales disueltos. El cálculo del sodio incluye también potasio y son usados para balancear los cationes con los aniones para el cálculo de sólidos disueltos. El sodio es raramente usado para identificar un agua en particular sin embargo, otros constituyentes son más significativos.

### 8.1 PRINCIPIO:.-

El sodio es calculado como una diferencia estequiométrica entre la suma de los aniones y la suma de los cationes, en la práctica esto es limitado por la diferencia en miliequivalentes de los aniones y los cationes determinados.

### 8.2 INTERFERENCIAS:.-

Los elementos, los cuáles no son determinados constituyen un error, tales como el potasio y litio que son reportados como sodio.

### 8.3 PROCEDIMIENTOS:.-

Los valores obtenidos de los iones comunes son convertidos a miliequivalente por litro. Esto es hecho dividiendo la concentración de cada ion (mg/l) entre su peso equivalente (mg/me) dándonos me/l de cada ion presente, después sumar los me/l de ambos aniones y cationes, la diferencia es multiplicada por el peso en miliequivalentes de sodio, para dar mg/l de sodio presente.

#### 8.4 CALCULOS:.-

El método es demostrado en los siguientes cálculos:

#### A N I O N E S:

Cloruros	$\frac{50,000 \text{ mg/l}}{35.5 \text{ mg/me}}$	=	1,410 me/l
Sulfatos	$\frac{1,290 \text{ mg/l}}{48.0 \text{ mg/me}}$	=	27 me/l
Bicarbonatos	$\frac{204 \text{ mg/l}}{61.0 \text{ mg/me}}$	=	3 me/l

ANIONES TOTALES: 1,440 me/l

#### C A T I O N E S:

Calcio	$\frac{5,900 \text{ mg/l}}{20 \text{ mg/me}}$	=	295 me/l
Magnesio	$\frac{2,000 \text{ mg/l}}{12.2 \text{ mg/me}}$	=	164 me/l

CACIONES TOTALES: 459 me/l

Sodio  
( 1,440 - 459 ) me/l X 23 mg/me = 22,600 mg/l

#### 8.5 PRESICION Y EXACTITUD:.-

La precisión y exactitud depende del método usado y la técnica del analista. La exactitud es de  $\pm 5\%$  de la cantidad presente.

#### 9. SOLIDOS TOTALES DISUELTOS: (S T D)

La determinación de sólidos totales disueltos, se usa para comprobar la resistividad y la gravedad específica.



### 9.1 PRINCIPIO:.-

Son 4 los métodos usados en la determinación de STD para aguas de inyección.

1.- Por estimación de la determinación de la gravedad específica.

2.- Por la estimación de la resistividad

3.- Por evaporación de una muestra a peso constante y pesando el residuo.

4.- Por cálculo sumando las concentraciones de los iones individualmente.

Los primeros dos métodos determinan los sólidos totales, que nos son útiles en cierta instancia, pero no es suficiente para justificar este procedimiento.

El tercer método es el más exacto de los mencionados. El cuarto método es el más recomendable.

### 9.2 INTERFERENCIAS:.-

El cálculo de los STD, está sujeto a error, porque todos los cationes y aniones no son determinados por análisis.

### 9.3 PROCEDIMIENTO:.-

Los resultados de los análisis en mg/l para todos los aniones y cationes son sumados, este procedimiento no es aplicable si no se dispone del análisis mineral de las aguas de inyección.

#### 9.4 CALCULOS : .-

Ejemplo:

IONES DETERMINADOS	CONCENTRACION mg/l
Na <sup>+</sup>	14,000
Ca <sup>++</sup>	2,000
Mg <sup>++</sup>	500
SO <sub>4</sub> <sup>=</sup>	1,200
HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	1,300
Cl <sup>-</sup>	24,000

#### 9.5 PRECISION:.-

La precisión y exactitud depende de la calidad de los datos analíticos. Sin embargo la exactitud es generalmente de  $\pm$  5% de la cantidad calculada.

#### DETERMINACIONES ESPECIALES: . -

Las determinaciones presentadas anteriormente son generalmente las requeridas para los análisis de aguas de inyección de rutina, y las presentadas a continuación son las necesarias en corrosión, depósitos ó estudios de compatibilidad del agua, estos procedimientos son para la acidez, bario, oxígeno disuelto, fierro y fosfatos.

Generalizando, para el aluminio, bióxido de carbono libre, manganeso, ácidos orgánicos, estroncio, sulfuros, cuentas bacterianas, y las determinaciones (cálculos) en los filtros de membrana serán mencionados a continuación.

No se han valorado ó evaluado éstos métodos por exactitud o reproducibilidad.

## 1. ACIDEZ : . -

La acidez puede indicar la presencia de sales disueltas ó gases, los cuales pudieron causar la precipitación de los sólidos, con cambios en las condiciones físicas.

### 1.1 PRINCIPIO :.-

Un electrotitulado ó medidor de pH es usado para determinar la cantidad de base requerida para neutralizar el ácido.

### 1.2 EQUIPO:.-

- Electrotitulado ó medidor de pH
- Una bureta de 10 ml

### 1.3 INTERFERENCIAS:.-

Las interferencias en el sentido usual de la palabra, no son encontradas.

### 1.4 REACTIVOS: .-

- Solución de hidróxido de sodio aproximadamente 0.02 N .
- Solución reguladora de pH de 4,7 y 10

### 1.5 PROCEDIMIENTO:.-

#### a).- Calibración:

El medidor de pH se ajusta a un pH cercano al de las muestras, normalmente para el caso de -- aguas de inyección debe ser de 7, sin embargo, dependiendo del origen de la muestra puede ser tan bajo como

4 ó tan alto como 10. El medidor de pH debe ser verificado periodicamente con 3 soluciones reguladoras de la siguiente manera: ajustar el medidor a un pH de 7 y verificar si la lectura es correcta para valores de 4 y - 10 ( en intervalos de 0.1 ). No se recomienda utilizar siempre la misma solución reguladora.

b).- Titular la muestra a un pH de 3 usando una solución de 0.02 N de hidróxido de sodio.

#### 1.6 CALCULOS:.-

Los resultados de la determinación de la acidez es costumbre expresarlos en terminos de carbonato de calcio equivalente.

$$\text{Acidez, mg/l CaCO}_3 = \frac{\text{ml NaOH} \times \text{N NaOH} \times 50 \times 1000}{\text{ml muestra}}$$

También la acidez puede expresarse como me/l

$$\text{Acidez, me/l CaCO}_3 = \frac{\text{ml NaOH} \times \text{N NaOH} \times 1000}{\text{ml muestra}}$$

## 2. A L U M I N I O

El aluminio es, algunas veces determinado en estudios de las características de taponamiento de las aguas de inyección.

El aluminio soluble, coloidal e insoluble puede aparecer adicionalmente en el agua tratada como un residuo de la coagulación del alumbre.

El método a usar para la determinación del aluminio es el método del ASTM-D 857 - 5D.

## 2.1 PROCEDIMIENTO:.-

Use hematoxilina para causar un color azul con el ion aluminio, después de que las sustancias que interfieren han sido separadas.

El método tiene una sensibilidad de 0.01 mg/l de aluminio y dá una técnica con la que puede ser hecha la determinación del aluminio total y el ion aluminio, la diferencia entre ambos corresponde al aluminio suspendido.

## 3. B A R I O

El bario en la forma de escamas de sulfato de bario, son causa frecuente de dificultades de operación. Un agua puede no contener altas concentraciones, de bario y sulfato de bario; por lo que si los análisis de rutina en aguas, muestran una alta concentración de sulfatos, el contenido de bario es bajo.

El bario es determinado precipitándolo como sulfato de bario y cuantificado gravimétricamente también puede ser determinado con un espectrofotómetro de flama, pero más rápidamente para análisis de rutina: turbidimétricamente.

Los depósitos de escamas causan serios problemas en operaciones de inyección, estos depósitos generalmente son el resultado de la mezcla de 2 ó más aguas de inyección. La mezcla puede ocurrir en la superficie ó en el pozo, como sucede en las operaciones de aguas de inyección para la recuperación secundaria.

En algunos casos es recomendable conocer la tendencia de formación de escamas del agua,

ya que las escamas de sulfatos son las más difíciles de combatir debido a su falta de solubilidad.

### 3. A. METODO GRAVIMETRICO:.-

#### 3. A. 1 PRINCIPIO:.-

El bario es precipitado como sulfato secado y pesado. En presencia de mucho calcio y estroncio como generalmente sucede en aguas de inyección, es necesaria una doble precipitación de sulfato.

#### 3. A. 2 INTERFERENCIAS:.-

El fierro, aluminio, manganeso, magnesio y sílice, pueden quedar ocluidos en el sulfato precipitado, éstas interferencias, son significativas cuando la cantidad de bario es pequeña, por lo que ocasionan errores apreciables cuando la concentración del bario sea menor de 10 mg/l

#### 3. A. 3 EQUIPO:.-

- Matraz de 250 ml
- Parrilla
- Papel filtro No. 42 ó equivalente
- Crisol
- Horno
- Balanza analítica
- Pipetas de 1, 10 ml.

#### 3. A. 4 REACTIVOS:.-

- Sulfato de amonio
- Solución lavadora de sulfato de amonio: disolver 5 g de sulfato de amonio en agua y diluir a 1000 ml, ajustar el pH de ésta solución a 4.6 con acetato de amonio ó ácido acético y filtrar.

- Hidróxido de amonio concentrado
- Peróxido de hidrógeno al 30%
- Acido nítrico 4 N: cuidadosamente agregar -  
30 ml de ácido nítrico a 90 ml de agua.

3. A. 5 PROCEDIMIENTO:.-

a).- Si hay fierro presente se remueve agregando pocas gotas de peróxido de hidrógeno y caliente próximo a ebullición y agregar gota a gota hidróxido de amonio, agitar, calentar a ebullición para eliminar el exceso de peróxido de hidrógeno, flocular el precipitado y filtrar.

b).- Tomar una alicuota de agua filtrada libre de fierro conteniendo menos de 500 mg de bario y estroncio, agregar ácido acético hasta que el pH sea de 4.6 y adicionar 10 ml de sulfato de amonio, así como 1 ml de acetato de amonio, ajustar el pH a 4.6. El volumen final será alrededor de 200 ml. Calentar a ebullición por 5 minutos y agitar ocasionalmente.

c).- Remover la mezcla del calentamiento, enfriar a la temperatura ambiente por una hora.

d).- Filtrar la solución a través de un filtro de porosidad fina, lavar el precipitado con la solución lavadora de sulfato de amonio, puesto que puede ocurrir una segunda precipitación, es necesario vigilar el lavado. Lavar el precipitado del filtro con 50 ml o más de la solución lavadora de sulfato de amonio ó hasta que el calcio y el estroncio sean eliminados.

e).- Disolver el precipitado en 3 ó 4 ml de ácido nítrico 4 N, transferir la disolución hecha en el matraz con el filtrado y repetir la precipitación. Puede usarse el mismo filtro pero se debe estar seguro que está libre de ácido.

f).- Secar el segundo precipitado por una hora a 110°C hasta alcanzar un peso constante. Pesarse el sulfato de bario y calcularlo como bario.

### 3. A. 6 CALCULOS:-

$$\text{mg/l Ba}^{++} = \frac{\text{mg Ba SO}_4 \times 0.542 \times 1000}{\text{ml muestra}}$$

### 3. B. METODO DEL ESPECTROFOTOMETRO DE FLAMA

La determinación a la flama del bario, es recomendada para laboratorios equipados con espectrofotómetros de flama, ya que este método es rápido y exacto. Hay dos métodos reportados y son los siguientes:

#### Método Halliburton:

El bario es precipitado como cromato, filtrado, disuelto en ácido y diluido con etanol y agua. La emisión de bario es determinada a 455.4 milimicrones.

#### Método del Departamento de Minas:

El bario es precipitado como cromato, filtrado, disuelto en ácido y diluido con etanol y agua, la emisión de bario es determinada a 873 milimicrones.

### 3.C. METODO TURBIDIMETRICO

#### 3.C.1 PRINCIPIO:-



Este procedimiento ha sido mecanizado para medir la tendencia de las aguas para formar un precipitado en presencia de iones sulfato. Esta tendencia es llamada valor P.S. (precipitación por sulfato); y se reportan como sulfato de bario, puesto que es primera - mente una medida de la tendencia de formación de escamas, la realidad de que el valor P.S. puede también incluirse el sulfato de calcio y estroncio, no es de cuidado.

### 3.C.2 INTERFERENCIAS:--

Los polifosfatos son los que más comúnmente interfieren y 2 mg/l ó más pueden inhibir la formación de turbiedad.

La interferencia de polifosfatos puede ser eliminada por ebullición de 50 ml de muestra con 15 gotas de ácido clorhídrico 6 N por una hora; manteniendo el volumen durante la ebullición. La muestra es neutralizada ( aproximadamente a un pH de 7 ) con hidróxido de sodio 1N, enfriar y diluir al volumen original.

También pueden causar interferencias - concentraciones altas de ácidos orgánicos ó agentes orgánicos acomplejantes.

### 3.C. 3 EQUIPO :-

- Fotómetro con filtro violeta ó 420 mμ
- Bureta automática de 25 a 250 ml
- Matraz de 250 ml
- Cronómetro
- Matraz volumétrico de 1000 ml
- Cápsula gelatina No. 000

### 3. C. 4 REACTIVOS:.-

- Reactivo ácido:.- disuelva 900 g - de cloruro de magnesio, 6 de agua, 0.010 g de cloruro de bario - 2 de agua y 0.500 g de citrato de sodio dihidratado en aproximadamente 300 ml de agua destilada - en un matraz volumétrico de un litro; agregar 10.0 ml - de una solución de 2 500 mg/l aerosol OT (ácido dietil ester de sodio sulfosuccínico), 50 ml de ácido clorhídrico concentrado y diluir.

- Reactivo de sulfato: llenar la -- cápsula gelatina No. 000 con  $1.15 \pm 0.05$  g de sulfato - de magnesio . 7 de agua, esta debe ser clara, en forma de aguja fina como los cristales sin manchas opacas.

### 3. C. 5 PROCEDIMIENTO:.-

a).- La muestra es limpiada y el contenido de calcio no excederá de 4 500 mg/l; filtrar para eliminar la turbiedad y diluir si es necesario para reducir la - concentración de calcio.

b).- Medir con pipeta 15 ml de muestra para - cada par de celdas.

c).- Agregar 2 ml de reactivo ácido por cada celda y mezclar. Reserve una celda para el testigo.

d).- Adicionar el contenido de una cápsula a la celda y mezclar inmediatamente ( 5 seg ), primero - con movimiento repentino para dispersar los cristales y después con movimientos lentos. Continuar el mezclado por aproximadamente minuto y medio, evitando la entrada excesiva de aire.

e).- Cinco minutos después de la adición del

sulfato, calibrar a cero el aparato con un testigo y tomar la lectura de la celda, usar una longitud de onda de 420 m $\mu$ ; en un filtro violeta y un fotómetro de filtro.

f).- Leer el valor P.S. de la curva de calibración.

### 3. C. 6 PREPARACION DE LA CRUVA DE CALIBRACION

a).- Preparar 1000 ml de solución, conteniendo 200 mg/l de sulfato de estroncio, 4,000 mg/l de carbonato de calcio adicionado, y 75, 000 mg/l de cloruro de sodio.

Las sales de estroncio y calcio son preparadas disolviendo la cantidad apropiada del bicarbonato en ácido clorhídrico concentrado, evaporando hasta quedar completamente seco y disolviendo con agua destilada

b).- Usando volúmenes apropiados de la solución estándar, preparar una serie de muestra conteniendo de 10 a 200 mg/l de bario, éste es adicionado como cloruro de bario.

c).- La turbiedad de las muestras son medidas como en el procedimiento. Las lecturas ( % de transmisión, % de absorción ó densidad óptica y sulfato de bario (P.S.) contenido en mg/l , se tienen en una gráfica.

#### 4. OXIGENO DISUELTO O.D.

El O.D. debe ser determinado en el sitio para que los valores sean dignos de confianza. Este único hecho limita al método.

Tres métodos han sido usados en los campos para determinar O.D. : a).- El método de Winkler y varias modificaciones.

a).- El método amperométrico usando un electrodo de platino rotatorio.

b).- Y el método amperométrico usando un electrodo de platino y oro cubierto con una membrana de teflón ó polietileno.

##### 4.A. 1

###### I).- Método de Winkler:.-

Un número de modificaciones del método de Winkler con descritos en la literatura, probablemente, se ha reportado que en algunos casos éste método ha fallado.

##### 4.A. 2

###### II).- Método del electrodo rotatorio:.-

Este método fué el primero por la Pure Oil Company, éste método fué después modificado por la Bureau of Mines, las determinaciones se pueden realizar con un instrumento portátil, con esto se pueden realizar las determinaciones rapidamente en el campo.

##### 4. A. 3 Método del electrodo de membrana:

El método de membrana parece ser el mejor método para usar en las aguas de inyección. Este -

método es sensible a la temperatura y a la cantidad de flujo de la muestra. Evidentemente el factor de flujo puede ser para la misma razón de flujo de la calibración y para análisis de muestras desconocidas ó por uso de una alta razón de flujo, la cuál está arriba de la especificación.

Estos instrumentos son ajustados con aire como estandar de calibración. Después de ajustar el sensor es montado al revés en una celda de tal manera que no haya burbujas de gas, las cuáles son atrapadas en el sensor a medida que la muestra de agua fluye. Se usa un medidor de flujo, para ajustar la razón de flujo. Este tipo de medidor es sensible para la presión parcial del oxígeno en una solución. La presión parcial del oxígeno en una solución. La presión parcial del oxígeno en aire-agua saturada ( a 760 mm de Hg ) es de 100 mm a cualquier temperatura y en cualquier agua. Por consiguiente el medidor puede leer la presión parcial del oxígeno sin que fuera considerada el tipo de agua. Si el operador desea conocer el contenido de oxígeno en el agua en mg/l debe usar las tablas ó curvas mostrando las relaciones entre la presión parcial y los mg/l, para aguas de varios contenidos de sales. El ácido sulfhídrico causa anomalías en las lecturas, en éste tipo de instrumento, la Pan American Petroleum Corp. ha desarrollado un sistema de electrodos que es inmune a la interferencia del ácido sulfhídrico.

## 5. BIOXIDO DE CARBONO LIBRE

### 5.1 PRINCIPIO:.-

Esta prueba está basada en la titulación de una muestra con una solución valorada de carbonato de sodio en presencia de fenolftaleína como indicador. El bióxido de carbono reacciona con el carbonato de sodio, para formar bicarbonato de sodio.

#### 5.2 INTERFERENCIAS :.-

Los ácidos minerales libres son medidos en ésta prueba. Los metales pesados como: sales de fierro, cromo y aluminio interfieren. Durante la titulación puede haber pérdidas de bioxido de carbono libre.

#### 5.3 EQUIPO :.-

- Bureta automática de 25 ml
- Cilindro graduado de 100 ml
- Tubo de goma de caucho, libre de azufre de 10 pies
- Agitador de vidrio

#### 5.4 REACTIVOS:.-

- Bicarbonato de sodio 0.045 N
- Indicador fenolftaleína

#### 5.5 PROCEDIMIENTO:.-

a).- Resultados confiables en la determinación de bióxido de carbono libre pueden ser obtenidos solo en muestras frescas y un muestreo seguro.

b).- Obtener la muestra a través de una manguera de caucho, descargandola en un cilindro de 100 ml, dejar que la muestra derrame por unos cuantos minutos y retirar la manguera, sacudir el cilindro ( matraz ) para tirar el exceso de muestra arriba de la marca de 100 ml

c).- Agregar 5-10 gotas de fenolftaleína, si la muestra cambia a rojo no hay bioxido de carbono libre presente. Si la muestra permanece incolora titular rápidamente con carbonato de sodio 0.045 N, agitar hasta que aparezca un color rosa y permanezca por 30 segundos, el cambio de color es el punto final.

d).- Cuando el bioxido de carbono libre de la muestra de agua es alta, aún con esta técnica de titulación puede haber pérdida de bioxido de carbono a la atmósfera. Para checar este punto es recomendable para asegurar una segunda muestra como antes y después reduciendo la muestra a la marca de 100 ml, para inmediatamente fluir una cantidad completa de carbonato de sodio 0.045 N usada en la primera titulación. Agregar 5-10 gotas de fenolftaleína y si la muestra permanece incolora, agregar más carbonato de sodio 0.045 N hasta el punto final, aceptando esta segunda prueba como la titulación más exacta.

#### 5.6 CALCULOS:.-

$$\text{mg/ l CO}_2 = \frac{\text{ml Na}_2\text{CO}_3 \times \text{N Na}_2\text{CO}_3 \times 22 \times 1\,000}{\text{ml muestra}}$$

#### 6. F I E R R O

Existen muchos métodos para la determinación de fierro en agua, muchos de éstos métodos están sujetos a interferencias por otros iones especialmente sulfuros. Por ejemplo, muchos de los 57 iones probados interfieren con el método del tiocianato.

Para aguas, el método de la fenolftaleína ha logrado una gran aceptación por su exactitud.

titud. En presencia de interferencias, hay dos alternativas:

1.- Un método empleando tripiridina, con etilendiamina como agente acomplejante para las substancias que interfieren.

2.- Un procedimiento de extracción:

El ASTM en el Industrial Water and Industrial Waste Water, da la ortofenantrolina como método de referencia y un procedimiento corto de ortofenantrolina que no es de referencia.

Los factores que deben ser considerados en la selección de un método pueden ser: las formas del fierro a determinas ( ferroso, férrico ó ambos ) y la condición física del fierro ( suspensión, coloide ó disuelto ). El fierro total se determina usando una muestra sin filtrar, el fierro disuelto usando una muestra filtrada.

Cuatro procedimientos para la determinación del fierro son los siguientes:

1).- Un procedimiento de rutina usando ácido mercaptoacético.

2).- El método de la tripiridina por la gran libertad de interferencias.

3).- El método volumétrico empleando cromato como titulante.

4).- El método volumétrico usando EDTA como titulante.



## 6.A METODO MERCAPTOACETICO

### 6.A. 1 PRINCIPIO:.-

La reacción entre el ácido mercaptoacético y el fierro no da una estabilidad relativa (color rojizo púrpura), la intensidad del color es proporcional al contenido de fierro.

### 6.A. 2 INTERFERENCIAS:.-

Generalmente no hay sustancias que interfieran con éste método, las interferencias conocidas son trazas de cianuro, ion uranil y níquel; cantidades iguales a la concentración de fierro, de cobalto, plomo, bismuto y oro y cantidades mucho mayores que la cantidad de fierro, nitrito, molibdato, cobre, arsénico ( III ), estaño ( II ), zinc, cadmio y mercurio ( I ).

### 6. A. 3 EQUIPO:.-

- Fotómetro, filtro verde ó 540 mμ
- Tubos de prueba

### 6. A. 4 REACTIVOS:.-

- Acido clorhídrico 1:1
- Acido mercaptoacético
- Hidróxido de amonio diluído (25 ml de hidróxido de amonio diluído a 200 ml)

### 6. A. 5 PROCEDIMIENTO:.-

a).- Colectar 4 onzas representativa de la muestra y agregar dos gotas de ácido clorhídrico 1:1 al tomar la muestra.

b).- Emplear 1 gota de ácido clorhídrico 1:1 en el

tubo de muestra.

c).- Agregar 10 ml de muestra conteniendo menos de 50, 000 mg/l de cloruro de sodio.

d).- Agregar una gota de ácido mercaptoacético

e).- Agitar y mezclar

f).- Leer la turbiedad en el fotómetro, usando un filtro verde ó 540 mu si se usa espectrofotómetro ( para calibrar a 0 se usa agua destilada)

g).- Agregar 0.5 ml de hidróxido de amonio diluido

h).- Agitar

i).- Leer el color en el fotómetro, anotar la turbiedad leída y leer la curva de calibración.

#### 6. B. METODO DE LA TRIPYRIDINA

##### 6. B. 1 PRINCIPIO:.-

El fierro disuelto es reducido al estado ferroso por la hidroxilamina y forma un complejo coloreado con la 2, 2', 2'' - tripiridina, siendo la intensidad proporcional al contenido de fierro. El color es estable arriba de valores de pH de 1.5 a 12

##### 6. B. 2 INTERFERENCIAS:.-

Los metales pesados pueden intervenir pero son enmascarados con la etilendiamina.

##### 6. B. 3 EQUIPO:.-

- Fotómetro, filtro verde ó 555 mu
- Matraz erlenmeyer de 125 ml
- Pipeta de 50 ml
- Matraz volumétrico de 100 ml

##### 6. B. 4 REACTIVOS:.-

- Ácido clorhídrico concentrado

- etilendiamina

- Reactivo de hidroxilamina: disolver 10 g de hidroxilamina-ácido clorhídrico en 100 ml de agua destilada.

- Solución de tripiridina: disolver 0.1 g de 2, 2', 2'' tripiridina en 100 ml de ácido clorhídrico 0.1 N, si es necesario caliente ligeramente.

#### 6. B. 5 PROCEDIMIENTO:.-

a).- Medir con una pipeta una alícuota de la muestra que contenga no más de 0.4 mg de fierro y depositarla en un matraz Erlenmeyer de 125 ml

b).- Asegurarse de que el fierro está en solución, y agregar 2 ml de ácido clorhídrico concentrado, 1 ml de hidroxilamina y caliente hasta ebullición.

c).- Enfriar y transferir a un matraz volumétrico de 100 ml

d).- Agregar 5 ml de etilendiamina después 5 ml de tripiridina y diluir al volumen con agua destilada.-

e).- Mezclar bien y medir la absorbancia ó % de transmitancia de la solución coloreada, en comparación de un testigo que se prepara con la misma cantidad de muestra y todo el procedimiento exceptuando la adición de tripiridina.

f).- Leer la concentración de fierro en la curva de calibración.

g).- Calibración: tomar con una pipeta la solución estándar de fierro, una alícuota que contenga 0.05, 0.1, 0.2 y 0.4 mg de fierro en matraces Erlenmeyer y llevar a cabo el procedimiento anterior.

Trazar un gráfico del instrumento (absorbancia ó % de -  
transmitancia y concentración de fierro en mg / l )

#### 6. B. 6 CALCULOS:.-

$$\text{mg/ l Fe}^{++} = \frac{\text{mg/ l Fe}^{++} \text{ de la curva } \times 100}{\text{ml muestra}}$$

#### 6. C. METODO VOLUMETRICO DE DICROMATO

##### 6. C. 1 PRINCIPIO:.-

El fierro es reducido a su estado ferroso y titulado con dicromato de potasio valorado el cual se oxida cuantitativamente a fierro férrico.

El bario sulfonato de difenilamina indica el punto final cambiando el color rojo a violeta en presencia de un pequeño exceso de dicromato.

##### 6. C. 2 INTERFERENCIAS:.-

Las sustancias que interfieren con éste método generalmente no se encuentran en aguas de inyección, pero dentro de las conocidas se pueden incluir al cobre, vanadio, arsénico, antimonio, tungsteno, oro, molibdeno, platino. Este método está reportado por dar resultados altos en algunas aguas que contienen materiales orgánicos.

##### 6. C. 3 EQUIPO : .-

- Bureta de 50 ml
- Pipetas de 25, 50 y 100 ml
- Matraces de 250, 450 ml
- Agitadores
- Parrillas

#### 6. C. 4 REACTIVOS:.-

- Acido clorhídrico concentrado
- Solución de dicromato de potasio:

Disolver 0.680 g de dicromato de potasio en agua destilada y diluir a un litro, si es necesario comparar con una solución de fierro valorada siguiendo el próximo procedimiento: 1 ml es equivalente a 1 ml de fierro seco.

- Solución de cloruro estanoso: disolver 5 g de cloruro estanoso en 100 ml de ácido clorhídrico 1:1 y adicionar 2 ó 3 de estaño metálico a la solución.

- Solución de cloruro mercurico: saturar el agua destilada con cloruro mercurico.

- Solución ácida: mezclar 300 ml de ácido sulfúrico y 300 ml de ácido fosforico y diluir a un litro con agua destilada.

- Solución indicadora: disolver 1.0 g de sulfonato difenilamina de bario en 100 ml de ácido clorhídrico al 5 %.

#### 6. C. 5 PROCEDIMIENTO:.-

a).- Medir con una pipeta de 50 a 100 ml de la muestra filtrada y depositarla en un matraz.

b).- Agregar 25 ml de ácido clorhídrico concentrado y calentar hasta ebullición, adicionar cloruro estanoso en solución gota a gota hasta que de coloración y adicionar una gota extra ( un gran exceso invalidaría los resultados y debe ser evitado ).

c).- Enfriar a la temperatura ambiente, adicionar 25-ml de la solución de cloruro mercurico saturado y 15 ml- de solución y mezclar.

d).- Adicionar 0.5 ml de indicador y titular con solu- ción valorada de dicromato de potasio al punto en que el azul permanente cambia a color violeta.

#### 6.C.6 CALCULOS:.-

$$\text{mg/l Fe}^{++} = \frac{\text{ml K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \times N \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \times 55.85 \times 1000}{\text{ml muestra}}$$

#### 6.C.7 PRECISION Y EXACTITUD:.-

Este método es preciso en  $\pm 0.1$  mg de - fierro. Esto corresponde a  $\pm 1$  mg/l para una muestra de- 100 ml,. La exactitud es de  $\pm 1$  a 2 mg/l para una mues- tra de 100 ml.

#### 6.D. METODO VOLUMETRICO DE EDTA

##### 6.D.1 PRINCIPIO:.-

El fierro es oxidado al estado férrico- y titulado con una solución de EDTA valorada en presen- cia de ácido salicílico como indicador, este forma un - púrpura obscuro, que es un complejo coloreado de un pH - ácido. El pH es de aproximadamente 2.4, el complejo EDTA -fierro férrico es mucho más fuerte que el complejo áci- do salicílico-fierro, sin embargo existe una desaparición gradual del púrpura del complejo del ácido salicílico cuando es alcanzado el punto final.

#### 6.D.2. INTERFERENCIAS:.-

El ácido sulfhídrico interfiere con ambos, el ácido salicílico y el EDTA, por lo que es removido por calentamiento hasta ebullición del agua, haciéndola ácida con ácido clorhídrico (pH de 1 ó menor), los cationes divalentes no interfieren.

#### 6.D.3 EQUIPO:.-

- Bureta de 50 ml
- Pipetas de 25, 50 y 100 ml
- Matraces de 250 ml
- Agitadores
- Parrillas

#### 6.D.4 REACTIVOS:.-

- Acido clorhídrico concentrado
- Solución valorada de acetato de sodio:  
preparar una solución saturada de acetato de sodio, disolviendo aproximadamente 119 g de reactivo valorado de acetato de sodio en 100 ml de agua destilada.

- Acido salicílico: disolver 20 g de ácido salicílico en un litro de metanol.

- Peroxido de hidrogeno al 3%

- Solución valorada de EDTA ó CDTA 0.01 M y 0.001 M.

#### 6.D.5 PROCEDIMIENTO:.-

a).- Tomar con una pipeta 100 ml ó menos de muestra y depositarla en un matraz.

b).--Agregar 4 ó 5 gotas de ácido clorhídrico concentrado, caliente a ebullición si existe ácido-

sulfhídrico.

c).- Adicionar 1 ml de peróxido de hidrógeno, según la cantidad de hierro, aparecerá una coloración amarilla tenue ó una coloración amarilla.

d).- Agregar 1 ml de la solución de ácido salicílico.

e).- Ajustar el pH de la muestra en 2 y 3 con una solución valorada dependiendo del contenido de hierro aparecerá un color púrpura oscuro.

f).- Titular con una solución de EDTA ó CDTA hasta que el color púrpura desaparezca y el color de la muestra sea el color amarillo que tenía antes de adicionar la solución de ácido salicílico.

6.D.6 CALCULOS:.-

$$\text{ml/l Fe}^{++} = \frac{\text{ml EDTA} \times \text{ml EDTA titulante} \times 55.65 \times 1000}{\text{ml muestra}}$$

6.D.7 LIMITACIONES DE LA PRUEBA:.-

Cantidades menores de 1 mg/l no pueden ser detectadas.



## 7. MANGANESO

Correlaciones preliminares de la Bureau of Mines, indican que el manganeso puede ser de utilidad y es determinado por espectrofotometría de flama ó colorimetricamente midiendo la absorbancia a 545 milimicrons en un espectrofotometro, antes de su conversión a permanganato.

## 8. ACIDOS ORGANICOS

Las aguas de inyección frecuentemente contienen ácidos organicos los cuáles son importantes para la corrosión. Los ácidos orgánicos en la fase agua y en la fase hidrocarburo condensado han sido bien estudiados por la NGAA y el procedimiento para la determinación de la concentración total de ácidos orgánicos en la fase agua han sido ya publicados.

Las sales de calcio de los ácidos son las primeras en formarse y tituladas con ácido clorhídrico 0.03 N y el punto final de ésta titulación es determinado de la grafica de pH y el volúmen de ácido clorhídrico y los resultados son reportados como ácido propiónico.

## 9. FOSFATOS

### 9.1 PRINCIPIO:.-

Los fosfatos son determinados en aguas de inyección por medio de un monitoreo del tratamiento químico con polifosfatos ( fosfatos de molecularidad dihidratada ) para inhibir las escamas y la corrosión.

Sólo los ortofosfatos responderán a la prueba. Los polifosfatos deben ser convertidos a ortofosfatos por

ebullición con ácido. El método del ácido amino naftol sulfónico es recomendado por ser menos susceptible a la interferencia de otros métodos.

Una discusión detallada de éste método es encontrada en el compendio de Métodos Estándars. El siguiente procedimiento es una modificación del método el cuál ha sido desarrollado para análisis de rutina usando reactivos que están disponibles comercialmente.

#### 9.2 INTERFERENCIAS:.-

El color desarrollado en la prueba es - inhibido cuando el contenido de sólidos en la muestra - es mayor que el 8% ( y una gravedad específica mayor a 1.06 ) ó cuando el fierro total es mayor que 50 mg/l, en estos casos la muestra tomada para el análisis debe ser diluída con agua destilada para que no exceda éstos límites. Los sulfuros interfieren dando altos resulta - dos y son eliminados adicionando una solución de perman - ganato de potasio para acidificar la muestra.

#### 9.3 EQUIPO:.-

- Fotómetro, con filtro rojo ó 690mu
- Matraces de 150 ml
- Pipetas

#### 9.4 REACTIVOS:.-

- Acido clorhídrico concentrado
- Reactivo No. 1 : disolver 46 g de - molibdato de amonio  $(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7 \text{O}_{21} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$  en -- 700 ml de agua destilada. El molibdato de amonio usado consiste en cristales blancos.

Agregar 2.5 ml de hidróxido de amonio con centrado y diluya un litro con agua destilada.

- Solución amino:

Disolver 10 g de amino - en polvo y mezclar en 100 ml de agua destilada. Si la solución es turbia, filtrar, guardar la solución en botellas color café y preparar esta solución cuando menos cada dos semanas.

La mezcla de amino en polvo es hecha adicionando 5 g de sulfito de sodio y 1.5 g de ácido 1-amino-2 naftol-4-sulfónico. Moler los materiales hasta tener un polvo fino, transferirlos a una botella que contenga 100 g de bisulfito de sodio y 55 g de sulfito de sodio. Mezclar bien, si la mezcla no es uniforme, pasar a través de un tamiz de malla 20, y agitar en una botella y almacenarlo en botellas cafés.

- Solución de fosfato estándar:

Disolver - en agua destilada 0.1433 g de fosfato diácido de potasio el cual ha sido secado en un horno a 105°C, diluir a un litro. Un mililitro de ésta solución equivale a -- 0.1 mg de fosfato ó 0.107 mg de fosfato de sodio.

9.5 PROCEDIMIENTO: . -

La muestra es completamente agitada para dispersar los sólidos y tomar una alícuota adecuada, se deposita en matraces de 150 ml.

Adicionar 7 ml de ácido clorhídrico con centrado y diluir a aproximadamente 50-75 ml con agua - destilada.

b).- Calentar una muestra por 30 minutos y filtrar -  
 ambas muestras para eliminar todos los sólidos no disuel  
 tos, dejar la muestra a enfriar a la temperatura ambiente  
 te, y transferir ambas muestras a matraces de 100 ml.

c).- Adicionar 5 ml de reactivo No. 1 y mezclar bien,  
 agregar 5 ml de solución amino, mezclar bien y diluir -  
 al volúmen.

d).- Después de 5 minutos, medir la intensidad del -  
 color en un fotómetro usando filtro rojo o 650 mu.

#### 9.6 CALCULOS: .-

Referir las lecturas del fotómetro a la  
 cruva de calibración ( expresada como mg/l de fosfito -  
 de sodio y las lecturas del fotómetro ), para obtener -  
 la concentración de fosfito de sodio. Una alicuota de -  
 solución estándar de fosfato se lleva a través del pro-  
 cedimiento para obtener los puntos de la curva.

Los resultados de la muestra calentada  
 corresponde al total de fosfatos, mientras que los de -  
 la muestra sin calentar corresponde a los ortofosfatos  
 la diferencia serían los polifosfatos generalmente ex -  
 presados como  $\text{Na}_2\text{PO}_3$ .

FORMULA:

$$\text{mg/l. Na}_3\text{PO}_3 = \frac{\text{mg/l Na}_3\text{PO}_3 \text{ (calentada) - muestra} - \text{mg/l Na}_3\text{PO}_3 \text{ (sin calentar) muestra}}{\text{ml muestra}} \times 100$$

#### 9.7 PRESICION Y EXACTITUD:.-

La exactitud del procedimiento fotométrico  
 es de más o menos 55% de la cantidad presente.

## 10. ESTRONCIO

El estroncio es un elemento típico alcalino de la tierra, el cuál se asemeja químicamente al calcio y produce errores positivos en las determinaciones gravimétricas y volumétricas del calcio. La proporción estroncio-calcio es algunas veces una útil característica de identificación, esta proporción es de 0.002 para muchas aguas.

La Bureau of Mines ha reportado un método de flama para estroncio el cuál es recomendado para laboratorios equipados con espectrofotómetro de flama, puede ser determinado por procedimientos gravimétricos.

Los óxidos de la determinación de calcio ( consistentes de óxidos de calcio y estroncio ) son convertidos a nitratos por disolución en ácido nítrico y evaporando. Los residuos son calentados a 100°C por dos horas, enfriar y extraer con una mezcla de partes iguales de alcohol absoluto y éter ( para disolver el nitrato de calcio ). La evaporación, el calentamiento y la extracción se repiten en los residuos de nitrato de estroncio, hasta que la extracción del nitrato de calcio sea sustancialmente completa ( ya sea pequeña o haya residuos cuando el extracto sea evaporado ) .

El estroncio es convertido a sulfato, incinerar y pesar.

## 11. SULFUROS

El ácido sulfhídrico y otros sulfuros están presentes en algunas aguas de inyección, y ocurre donde los compuestos han sido descompuestos bajo condiciones aerobias. El ácido sulfhídrico puede ser detectado por el olor característico a huevos podridos.

La exactitud en la determinación de pequeñas cantidades de sulfuros es difícil y no han sido publicados métodos que sean aplicables a todos los tipos de muestras de agua. La determinación es complicada por que los sulfuros son oxidados a azufre en presencia de aire u oxígeno.

La detección positiva de sulfuros es comparativamente fácil y puede ser hecha colocando una muestra en 100 ml, acidificando y suspendiendo una pieza de papel de acetato de plomo, húmedo entre el tapón y el cuello. Una cantidad pequeña como 0.01 mg/l de ácido sulfhídrico puede ser detectada en una muestra de 50 ml por este método. Una coloración café en el papel indica la presencia de sulfuros.

Existen tres métodos generalmente usados para la determinación de sulfuros.

- a.- Titulación iodométrica
- b.- Colorimétrica con azul de metileno
- c.- Titulación electrométrica

Los tres métodos miden el sulfuro total, cada uno puede usarse para la determinación de sulfuros en solución, removiendo el sulfuro de fierro y otros precipitados de sulfuro antes de que se corra la prueba.

Cada procedimiento tiene sus ventajas y desventajas y la selección de un método en particular dependerá de las condiciones encontradas y los resultados deseados.

#### 11.A Sulfuros ( método de titulación iodo métrica)

##### 11.A.1 PRINCIPIO:.-

El sulfuro es oxidado cuantitativamente por el yoduro a azufre elemental.

##### 11.A.2 INTERFERENCIAS:.-

Que algunos otros materiales puedan ser oxidados por el yoduro que será incluido con el sulfuro causando resultados altos. Estos materiales pueden ser apreciados en aguas con contenido de sulfuro menor a 20 mg/l causando serios errores en el valor del sulfuro.

##### 11.A.3 EQUIPO:.-

- Bureta de 25 ml
- Matraces Erlenmeyer de 250 ml
- Pipetas de 5 a 50ml

##### 11. A.4 REACTIVOS:.-

- Cristales de yoduro de potasio
- Solución de tiosulfato de sodio 0.1N y 0.01 N
- Indicador de almidón
- Acido clorhídrico 0.1 N

##### 11.A.5 PROCEDIMIENTO:.-

a).- Colectar la muestra de tal forma que no contenga aire, el análisis será hecho tan pronto como sea posible después del muestreo.

b).- Medir con una pipeta 5 ml de solución de yoduro 0.01 N ó 0.1N, dependiendo de la concentración esperada de sulfuro en un matraz Erlenmeyer. Puede ser ne

cesario usar un gran volúmen de solución de ioduro 0.1 N si el contenido de sulfuro en la muestra es alto.

c).- Adicionar aproximadamente 1 g de cristales de ioduro de potasio.

d).- Medir 50 ml de la muestra y poner en un matraz, agitar suavemente para mezclar.

e).- Adicionar 25 ml de ácido clorhídrico 0.1 N .

f).- Titular con solución valorada de tiosulfato de sodio con la misma normalidad que la solución de ioduro usada, adicionar 1 ml de indicador de almidón cerca del punto final de la titulación.

#### 11.A.6 CALCULOS:.-

$$\text{mg/l sulfuro} = \frac{\text{ml I}_2 \times \text{N I}_2 - \text{ml Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times \text{N Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 16 \times 1000}{\text{ml muestra}}$$

#### 11. A.7 PRESICION Y EXACTITUD:.-

Cuando el tiosulfato de sodio 0.1 N es usado y una muestra de 50 ml es utilizada para el análisis, la exactitud del método es alrededor de más o menos 1.5 mg/ l de sulfuro.

#### 11.B METODO DEL AZUL DE METILENO

La prueba del azul de metileno es recomendada por Standars Methodos y la ASTM, para aguas industriales y desperdicios de aguas industriales, que es aplicable en un contenido de 0.1 a 20 mg/l

Las interferencias en el desarrollo del color azul y la reacción del fosfato de amonio con calcio, aparentemente ocurre en algunas aguas saturadas de cloruro de sodio.



El método del azul de metileno es usado a menudo en aguas de mar.

## 11. C TITULACION ELECTROMETRICA

### 11. C.1 PRINCIPIO:.-

Este método ha sido usado satisfactoriamente por varios años. Esta es una titulación con una solución de nitrato de plata usando el potencial - entre el electrodo de vidrio y un electrodo de sulfuro de plata con un indicador del punto final.

### 11. C.2 INTERFERENCIAS:.-

El método parece estar libre de - interferencias, la principal desventaja de este método es que no es apropiado para el uso en el campo y es requerido un tiempo considerable para correr la prueba. - El tiempo establecido es alrededor de 30 minutos, después de este, un operador puede correr dos pruebas cada 10 minutos.

### 11. C.3 EQUIPO :.-

- Medidor de pH graduado en milivolt
- Agitador eléctrico (preferible, - agitador magnético)
- Electrodo de vidrio
- Electrodo de sulfuro de plata-sulfuro
- Bureta de 10 ml
- Matraz de 150 ml

### 11. C.4 REACTIVOS:.-

- Hidróxido de amonio concentrado
- Hidróxido de amonio al 2%

- Solución de ioduro de potasio 0.1 N
- Solución de nitrato de plata 0.1 N (para sulfuros altos)
- Solución de nitrato de plata 0.01 N - (para sulfuros bajos)
- Hidróxido de sodio al 4%
- Sulfuro de sodio al 1%



#### 11. C.5 PREPARACION DEL APARATO

a).- Electrodo de vidrio:.- Limpiar en frío con ácido crómico semanalmente, cuando no se use manténgase sumergido en agua.

b).- Electrodo de sulfuro de plata-sulfuro:.- Un alambre de plata ( de mínimo 2 mm de diámetro ) es montado en un soporte aislado. Todos los días preparar una chaqueta nueva de sulfuro de plata de la siguiente manera:

Pulir con paño esmerilado No. 00 hasta que la superficie de plata quede brillante; suspender el electrodo en un matraz pequeño conteniendo 100 ml de agua destilada más 8 ml de una solución de sulfuro de sodio al 1%, la cuál se agita electricamente, lentamente adicionar 10 ml de una solución de nitrato de plata 0.1 N después de 10 minutos; lavar fuera y secar suavemente con papel.

#### 11. C. 6 PROCEDIMIENTO:.-

a).- Medir 100 ml de hidróxido de sodio al 4% y 1 ml de hidróxido de sodio concentrado y ponerlo en un matraz de 150 ml. Encender el motor de agitación y sumergir los electrodos. ( PRECAUCION: El hidróxido debe ser adicionado antes de empezar la titulación ).

Agregar la muestra ( que no exceda de 25 ml ).

b).- Titular con una pequeña porción de solución - de nitrato de plata, después de cada adición esperar hasta que el potencial sea constante y entonces marcar la bureta y lea el medidor.

Al iniciar cuando el cambio de potencial - sea pequeño para cada incremento de la solución adicionada, agregar incrementos arriba de 0.50 ml . Cuando la proporción del cambio de potencial llegue a ser más gran de que 5 mv por 0.1 ml, usar 0.1 ml ó menor incremento de la solución de nitrato de plata, continuar la titula ción hasta que el cambio de potencial sea menor de 2 mv por 0.1 ml de la solución de nitrato de plata y la lectura del medidor sea aproximadamente + 200 mv

c).- Hacer la gráfica del volúmen de nitrato de - plata (como abscisa) y el potencial. El punto final es el valor más positivo de la pendiente ( cercano a verti cal ) de la curva. Este punto ocurre a aproximadamente + 50 mv.

#### 11. C. 7 CALCULOS :-

$$\text{mg/ l sulfuro} = \frac{\text{ml Ag HO}_3 \times \text{N Ag NO}_3 \times 16 \times 1000}{\text{ml muestra}}$$

El contenido de sulfuro puede ser calcula do como ácido sulfúrico, usando la siguiente relación.-

$$\text{mg/ l H}_2\text{S} = \frac{\text{ml Ag HO}_3 \times \text{N Ag NO}_3 \times 17 \times 1000}{\text{ml muestra}}$$

#### 11.C.8 PRESICION Y EXACTITUD : .-

La reproducibilidad es aproximadamente 0.1 mg/l arriba de 3 - 4 mg/l y alrededor de 0.5 mg/l - arriba de 10 - 15 mg/ l

#### 12 PRUEBA DEL FILTRO MILIPORO AL AGUA DE I N Y E C C I O N

La prueba del filtro de membrana, consistente en medir el tiempo de paso de cada 300 ml de agua tomada en un punto del sistema, a través de una membrana de 0.45 micrones a presión constante de 20 lb/pulg<sup>2</sup> hasta totalizar un volúmen de 3 000 ml.

Con los datos de la prueba se construye una gráfica de relación del tiempo de paso de cada 300 ml con volúmen acumulativo y se calcula la pendiente de la curva resultante, que es la expresión matemática de la velocidad con que el agua tapa la membrana.

La pendiente se debe considerar con relación al tipo de tratamiento químico, a la cantidad y naturalaleza de los sólidos, ya que tienen gran influencia los reactivos químicos despendables en el agua. El me - dio filtrante retiene los sólidos suspendidos y el exá - men químico y/o microscópico de éstos indica lo que es - tá sucediendo. Si se encuentran valores altos de la pen - diente se debe al taponamie**n**t de la membrana que indica un cambio de la calidad del agua en cuanto a inyectabi - lidad, debido al incremento en la cantidad de sólidos - suspendidos.

Algunos de los materiales identificados - en la membrana filtrante han sido: lino, arcilla lubricante, petróleo crudo, bacterias, hidróxido de fierro, sulfuro de fierro, calcio, magnesio y bario en forma de sulfatos, componentes insolubles en agua, impurezas ó - precipitados de reacciones de tratamientos químicos inadecuados.

### 13. AUMENTO DE LA CUENTA DE FIERRO

La prueba se basa en el desarrollo del color rojo producido por el tiocianato de amonio y de los iones férricos presentes; la coloración se compara con una escala de muestras que indican las ppm de fierro.

Es importante también considerar el pro - blema microbiológico por lo que se describe su forma típica, tratamiento químico y aplicación, para tener una visión más amplia de sus causas y efectos sobre las a - guas de inyección.

### EL PROBLEMA MICROBIOLOGICO

El crecimiento de organismos microbiológi - cos representa un grave inconveniente, ampliamente reco - nocido para la operación económica y eficiente de ciertas actividades de la industria petrolera. Estos orga - nismos incluyen las bacterias, las algas y hongos.

Las bacterias originan serios problemas en las operaciones de inyección de agua a los yacimientos, obturando las formaciones receptoras, produciendo ácido sulfhídrico gaseoso que corroe el equipo tanto superfi -

cial como internamente, tapando los filtro. En las plantas industriales también originan problemas similares.

El crecimiento de algas impide la aerea-ción eficiente del agua en las torres de enfriamiento y disminuye la eficiencia de la transmisión de calor en los cambiadores. Sus desechos llegan a obturar instalaciones completas.

Los hongos, a su vez, atacan la madera -acortando la vida útil de las torres de enfriamiento.

## OBSERVACIONES GENERALES SOBRE BACTERIAS

Las bacterias son organismos microscópicos que se pueden encontrar bajo una amplia variedad de condiciones de vida. Han sido localizadas en sistemas oxigenados (aerobias) y en sistemas carentes de oxígeno (anaerobias); pueden tolerar presiones superiores a -- 25,000 psi, temperaturas superiores a 82°C, salmueras con más de 30% de NaCl y variaciones de pH entre 1 y 10.

El factor común que caracteriza a todas las bacterias es su necesidad de agua para sobrevivir. El agua proporciona un medio para conducir alimento a las células bacterianas y también desalojar sus productos de excreción. El agua no necesariamente debe ser una corriente que fluya libremente; la cantidad de agua que existe en el aire ó en la tierra es suficiente para el desarrollo bacteriano sin embargo, su crecimiento óptimo se presenta cuando existe una corriente de agua que sea rica en el alimento necesario.

Las aguas de los campos petroleros suministran un medio ambiente muy apropiado para el crecimiento bacteriano: algunas bacterias requieren sustancias químicas inorgánicas (sulfatos, nitratos) mientras que otras requieren sustancias químicas orgánicas más complejas (derivados del petróleo). Esta diversidad de condiciones se encuentran fácilmente en las salmueras de los campos petroleros.

Las bacterias son oportunistas adaptables.

Cuando cambian las condiciones, se desarrollan especies diferentes; por ejemplo: en un sistema pobremente oxigenado donde hay sulfatos presentes, se empiezan a desarrollar rápidamente las bacterias sulfato-reductoras. Cada tipo de bacterias tienen necesidades ligeramente diferentes y algunas veces todos estos requerimientos se encuentran dentro del mismo sistema. Esto explica la amplia diversidad de bacterias que se encuentran en las aguas de los campos petroleros.

Las principales especies de bacterias, desde el punto de vista de las salmueras de los campos petroleros son:

- a).- Bacterias aerobias
- b).- Bacterias del fierro
- c).- Bacterias sulfato-reductoras

#### BACTERIAS AEROBIAS:.-

Las bacterias aerobias, son de importancia económica para los sistemas de inyección de agua de los yacimientos y los de deshecho de aguas producidas, debido a su habilidad para tapar los equipos de filtración y las formaciones productoras ó receptoras. Algunos tipos producen mohos cuyo material es adherente y favorece la acumulación de los sólidos en suspensión, complicando el problema de taponamiento.

El intenso problema bacteriano en sistemas de baja velocidad puede disminuir la corriente de oxígeno, creando un medio anaerobio que fa-



vorece el crecimiento de bacterias sulfato-reductoras.

Al diagnosticar los problemas por bacterias aerobias, su número es importante. Entre mayor es la cuenta bacteriana, son mayores las probabilidades de taponamiento. Las bacterias aerobias son capaces de crecer y multiplicarse muy rápidamente (doblan su población cada 15-20 minutos) por lo tanto, para que una prueba bacteriana aeróbica sea significativa, se debe realizar en el campo ó inmediatamente en el laboratorio (menos de 12 horas).

#### FORMAS TIPICAS:.-

Bacillus Cereus

Pseudomonas

Proteus

E. Colli

Aerobacter Aerogenes

#### BACTERIAS DEL FIERRO:.-

Estas son obligadamente aerobias (requieren de la presencia del oxígeno para su crecimiento). Se puede sospechar su presencia si se detectan pequeñas esferas redondas en el fondo de los recipientes en donde se toman muestras, pero su identificación positiva se debe hacer mediante un microscopio.

Estos organismos tienen la habilidad de convertir el fierro ferroso soluble, al estado férrico insoluble. El fierro férrico se deposita al rededor de la bacteria en una \*vaina\*, en forma de cinta. Se encuentran normalmente en agua dulce que tenga

acceso a un manantial cercano; estas fuentes incluyen aguas que drenan directamente de un río o de un lago. La bacteria del fierro se encuentra a menudo en pozos someros de agua dulce para su uso doméstico ó para sistemas de inyección a yacimientos.

Cuando se toman muestras de agua para examen microscópico, se debe recoger también algo del sedimento de fierro, pero preferiblemente de donde el óxido de fierro no se deposita normalmente (paredes del tanque en lugar del fondo). La muestra debe ser tan fresca como sea posible.

Si la prueba es positiva, se deben de instalar testigos de cristal en el sistema, para la evaluación del tratamiento.

La importancia de éstas bacterias reside en que son capaces de producir cantidades de sólidos en breves periodos de tiempo.

Consecuentemente se deben de identificar positivamente y ser exterminadas en forma adecuada. Afortunadamente, el crecimiento de estas bacterias se puede controlar mediante la cloración.

FORMA TIPICA : . -

Gallionella

Leptothrix

Crenothix

## BACTERIAS SULFATO-REDUCTORAS:.-

Las bacterias sulfato-reductoras son obligadamente anaerobias ( se reproducen en ausencia de oxígeno ). Estos organismos son, probablemente, los que más cuestan y originan problemas de todas las formas bacterianas a los productores de petróleo.

Tienen la habilidad de reducir el ion sulfato (  $SO_4^-$  ), a ácido sulfhídrico ( $H_2S$ ). La presencia de bacterias sulfato-reductoras se puede detectar usando botellas de cultivo que contengan un clavo.

Para la evaluación de un tratamiento se debe hacer una determinación progresiva de ácido sulfhídrico, información que se obtiene determinando el contenido de ácido sulfhídrico en diferentes puntos a lo largo del sistema. Un incremento de ácido sulfhídrico conforme el agua progresa a lo largo del sistema, indica la presencia y crecimiento de bacterias sulfato-reductoras. Inversamente, una disminución de ácido sulfhídrico indica una aplicación exitosa de biocidas.

## FORMAS TIPICAS: .-

Desulfovidrio desulfuricans- pequeños organismos móviles en forma de riñón.

## II.- PROBLEMAS BACTERIANOS ESPECIFICOS.

A.- Corrosión primaria: Las bacterias estan involucradas directamente en los procesos de corrosión.

B.- Corrosión secundaria: Las bacterias producen condiciones para el desarrollo de otras bacterias involucradas directamente en los procesos de corrosión.

C.- Obturación: Los productos secundarios del desarrollo bacteriano causan deposición de sólidos.

GRUPO BACTERIANO	EJEMPLO	PROCESO	PROBLEMA
Sulfato-reductoras	Desulfovibri- drio	Formación de sulfu- ros Depolarización cató- dica	Corrosión primaria
Productoras de sul- furos	Algunas anaerobias	Formación de sulfu- ros Depolarización ca- tódica	Corrosión primaria
Oxidantes de azu- fre	Thiobacillus	Producción de áci- dos Formación de sul- fatos Agotamiento de o- xígeno	Corrosión primaria Corrosión secundaria
Bacterias de fie- rro	Ferrobaci- llus Gallio- nella	Producción de áci- dos Formación de hi- dróxidos de fie- rro. Agotamiento de oxígeno.	Corrosión primaria Corrosión secundaria

GRUPO BACTERIANO	EJEMPLO	PROCESO	PROBLEMA
Depolarizantes catódicas	Desulfovidrio. E. Colli	Producción de hidrógeno co- rrosivo	Corrosión primaria
Bacterias aerobicas	La mayoría de los tipos	Formación de sedimentos. Agotamiento - de oxígeno.	Obturación corrosión secundaria
Bacterias anaerobicas	Muchos tipos	Formación de - ácidos Formación de - sedimentos	Corrosión primaria Obturación
Formadoras de - sedimento	Beggiatoa aerobias y anaerobias	Formación de - sedimentos.	Obturación

### III RECONOCIMIENTO DE PROBLEMAS BACTERIANOS

#### A).- Conteos bacterianos

1).- Los procedimientos para el conteo de bacterias aerobias, anaerobias, y sulfato-reductoras se describen posteriormente.

2.- El número de bacterias no indica necesariamente un problema. El incremento del número de bacterias ( un sistema con ó sin aumento en la cuenta de sulfhídrico) indica un problema potencial.

#### B).- Otros indicadores

1.- El aumento de sulfhídrico en un sistema indica desarrollo activo de sulfato-reductoras.

2.- La obturación de líneas de inyección y los índices bajos de filtración indican que los sedimentos van en aumento, debido probablemente a las bacterias.

3.- Corrosión (picaduras y grabados localizados); especialmente la corrosión que no responda a los inhibidores, se puede deber a la presencia de bacterias.

### IV TRATAMIENTO QUIMICO DE PROBLEMAS

#### BACTERIANOS

#### A).- Selección de productos químicos y sus propiedades:

1.- Aldehidos: productos químicos efectivos en la mayoría de las salmueras con un pH de 6 a 8 ; se inactivan con sulfitos y no tienen la propiedad de formar películas, las bacterias fácilmente se adaptan a los aldehidos cuando éstos se aplican continuamente.

- a).- Formaldehido : el menos efectivo
- b).- Acroleína: \*Aqualin\*; también secuestran a los sulfitos.
- c).- Gluteraldehido: No secuestran a los sulfitos y es un producto químico muy efectivo.

## 2.- Compuestos cuaternarios : . -

Efectivos en salmueras de menos de - 10, 000 ppm de cloruros y 30, 000 ppm de sólidos totales disueltos; su efectividad aumenta al subir el pH; su elevada actividad superficial ayuda a la limpieza del sistema; sus propiedades fílmicas protegen contra la corrosión.

- a).- Cuaternarios dobles; son los mejores representantes de las propiedades citadas .
- b).- Cuaternarios simples
- c).- Mezcla de cuaternarios; es un producto químico que ayuda en la penetración de las células bacterianas, es una mezcla con gluteraldehido.

## 3.- Diamino acetatos : .-

Efectivos en salmueras de alta concentración con propiedades fílmicas y actividad superficial su efectividad aumenta con el pH y disminuye en las salmueras extremadamente concentradas y originan problemas de taponamiento cuando se usan aldehidos.

Existen fórmulas líquidas y sólidas.

## 4.- Fenoles clorados: . -

Productos químicos muy efectivos ge-

neralmente mezclados con diamino acetatos; su uso es restringido a los sistemas de inyección y desecho de aguas. Originan problemas de obturación y algunos problemas de taponamiento cuando se usan con aldehídos.

Existen fórmulas líquidas y sólidas.

5.- Tiocianatos: . -

Muy efectivos contra bacterias aerobias y productoras de sedimentos, muy tóxicos, no se afectan por el pH ó las salmueras.

Existen mezcla con surfactantes siendo esta un producto experimental.

6.- Carbamatos: . -

Muy efectivos en salmueras con pH abajo de 7; no son surfactantes, no tienen propiedades fílmicas.

7.- Cloro : . -

Probablemente el bactericida más barato y más efectivo; requiere equipo especial para su uso; su efectividad baja en sistemas con alta concentración de cloruros ó de sólidos suspendidos.

B).- Métodos de Aplicación:

1.- Tipos de aplicación:

a).- Tratamiento de choque de 100 a 200 ppm: usado, para obtener mejor control bacteriano; las bacterias tienen menos oportunidad de adaptarse al producto químico; la inyección inicial puede desprender los sólidos y causar obturaciones; no da protección a largo plazo ni control de bacterias, sino solamente una rápida reducción en número.



b).- Tratamiento continuo de 20 a 50 ppm :

Usado cuando se requiere limpieza gradual del sistema para mantenimiento y protección del mismo; generalmente el control bacteriano es pobre, las bacterias pueden adaptarse al producto químico.

c).- Combinación:

Inyección continua de surfactante con inyecciones periódicas de bactericida; conserva limpio el sistema evitando la sedimentación de sólidos; las inyecciones del bactericida matan cualquier bacteria que pueda acumularse en el sistema.

2.- Punto de aplicación:.-

a).- Crecimiento bacteriano en pozos productores:

Tratamiento de choque periódico ó tratamiento de inyección forzada.

b).- Crecimiento bacteriano en equipo superficial de manejo de agua:

Tratamiento intermitente ó tratamiento combinado, arriba de la fuente del problema.

c).- Crecimiento bacteriano en filtros:

Tratamiento de choque en el agua de retrolavado.

d).- Crecimiento bacteriano en pozos de desecho:

Tratamiento continuo con bactericida surfactante.

e).- Crecimiento bacteriano en líneas y en pozos de inyección:

Tratamiento de choque ó combinado en -

la succión de las bombas.

f).- Crecimiento bacteriano en presas, pozas, fondos de tanques:

tratamiento de choque con fórmula sólida.

C).- Reconocimiento de la efectividad de los tratamientos químicos.

1.- Cuenta bacteriana: la reducción en el crecimiento bacteriano en una botella representa el 90% muertas; dos botellas representan 99% muertas.

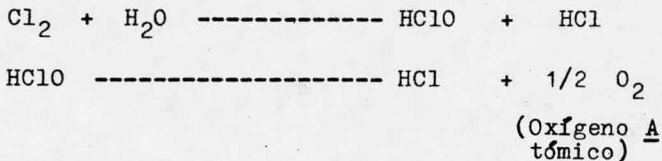
2.- Conteo de sulfuros.

3.- Índice de filtración ( milliporo, factor B).

4.- Índices de corrosión.

## C L O R A C I O N

En primer lugar, una palabra acerca de la acción del cloro sobre los microorganismos: es muy común, al referirse al cloro como microbicida pensar que es en sí un bactericida. Esto es falso. El cloro es un agente oxidante que simplemente oxida el material orgánico (células, inhibidores, madera, etc) y lo destruye por efecto de la siguiente reacción:



Esto es, el cloro mata a las bacterias por el oxígeno atómico que produce; no es el que realmente

te destruye ( oxida ) la materia orgánica de que están -  
formadas y a toda materia orgánica que quede a su alcan-  
ce.

También es muy común pensar que en cuan-  
to se detecta un residual de cloro, este ya ha liquidado  
a todas las bacterias presentes y esto también es falso.  
El cloro se seguirá disolviendo en el agua haya o no ma-  
teria orgánica, por efecto también de la reacción ante -  
rior puesto que, el oxígeno atómico producido se une en-  
tre sí para formar oxígeno molecular que se libera, ha -  
ciendo que la reacción (2) se desplace hacia la derecha,  
independientemente de que haya o no materia orgánica pre-  
sente.

El cloro es, realmente, el agente bacte-  
ricida más barato que existe en el mercado; pero el tra-  
tamiento con cloro solamente, no es completo. Se consi -  
gue un buen control biocida mediante la selección apro-  
piada de un microbicida y el uso adecuado de la clora -  
ción.

En las reacciones (1 y 2), se ve que al  
producir oxígeno atómico, el cloro también produce ácido  
clorhídrico; esto hace difícil su manejo y es lo que ha  
originado que haya caído en desuso. Se necesita un con -  
trol sumamente estricto en su dosificación, con el obje-  
to de evitar, que siendo un agente benéfico se convierta  
en un agente perjudicial ( corrosivo ) al resto del sis-  
tema.

En la mayoría de las instalaciones, en donde se ha usado, a pesar de hacer pasar el agua por deareados mecánicos después de la inyección de cloro se ha originado tantos problemas por descontrol en la dosificación, que se ha prescindido de su uso.

Análisis usados en la determinación de las bacterias más comunes.

POBLACION DE BACTERIAS (Pruebas microbiológicas)

PROCEDIMIENTO PARA LA DETECCION DE BACTERIAS SULFATO-REDUCTORAS MEDIANTE BOTELLAS DE CULTIVO

Equipo:.-

- 1 Botella de cultivo para muestreo, llena con  $N_2$  (estéril)
- 3 Botellas de cultivo (9 ml con clavo)
- 4 Jeringas estériles (2.5 ml de capacidad)

P R O C E D I M I E N T O

- a).- Recoger 5 ml de muestra usando una botella de muestreo, estéril, purgada de  $N_2$  (no deseche la jeringa).
- b).- Usando la misma jeringa, pasar 1 ml de muestra a la primera de las 3 botellas de cultivo. Desechar la jeringa y agitar la dilución de la botella vigorosamente para distribuir la muestra.
- c).- Pasar 1 ml de la primera botella a la segunda botella, descarte esta jeringa y agite la segunda botella.
- d).- Pasar 1 ml de la botella de la segunda dilución a la tercer botella.

e).- Numerar las botellas de cultivo No. 1, No. 2, No. 3 incubarlas, por lo menos una semana, a 35°C - 38°C ( en algunos casos pueden ser necesarias 3 semanas para obtener lecturas confiables). Los cultivos incubado pueden ser conservados al ambiente si no se tiene una incubadora.

CONCLUSIONES: .-

Las bacterias sulfato-reductoras están presentes si el caldo de cultivo se vuelve negro y tiene capas de escama de sulfuro de fierro en la punta del clavo y/o en las paredes interiores de la botella.

Botella No. 1	1 - 9	Proporción de -
Botella No. 2	10 - 99	dilución de las
Botella No. 3	100- 999	botellas.
		Colonias / ml

PROCEDIMIENTO PARA LA DETECCION DE LAS BACTERIAS

AEROBIAS:

Equipo:.-

- 6 Botellas de caldo aerobico (4.5ml)
- 1 Jeringa estéril (capacidad de 3 ml)

P R O C E D I M I E N T O

- a).- Recoger una muestra de 0.5 ml del agua del campo - en la jeringa estéril.
- b).- Inyectar una muestra de 0.5 ml dentro de la primera botella de caldo aerobico

- 1.- No desechar la jeringa
- 2.- Agitar la botella vigorosamente para que

se mezcle uniformemente.

3.- Lavar la jeringa succionando 2 ml de caldo y después expelerlo dentro de la misma botella. Repetir 2 ó 3 veces.

c).- Usando la misma jeringa, pasar 0.5 ml de la primera a la segunda botella. Agitar la botella y lavar la jeringa como antes.

d).- Pasar 0.5 ml de la segunda a la tercer botella. Agitar la botella y lavar la jeringa.

e).- Repetir los pasos hasta el (f) ó cuantas botellas se crean necesarias.

f).- Incubar a 35°C - 38°C durante 5 días.

#### CONCLUSIONES:.-

La presencia de bacterias aerobias es señalada por un enturbamiento del caldo y después por un precipitado. Si hubiera alguna duda sobre la nebulosidad comparar una botella no usada de caldo aeróbico con las usadas en la prueba.

Botella No. 1	2 - 9	Colonias/ ml
Botella No. 2	10 - 99	Colonias/ ml
Botella No. 3	100- 999	Colonias/ ml

#### PROCEDIMIENTO PARA LA DETECCION DE BACTERIAS ANAEROBIAS

##### Equipo:.-

- 1 Botella de cultivo para muestreo llena - con nitrógeno (estéril)
- 1 Jeringa estéril de 10 ml
- 6 Botellas de caldo anaeróbico
- 1 Jeringa estéril de 3 ml

## PROCEDIMIENTO

- a).- Como algunas bacterias anaerobias se mueren con muy pequeñas cantidades de oxígeno, es importante pasar el agua del campo de la jeringa de 10 ml a la botella llena con nitrógeno, tan pronto como sea posible.
- b).- Las botellas de caldo aeróbico contienen un indicador que se torna rosa en la presencia de oxígeno. No use botellas rosas para esta prueba.
- c).- Usando la jeringa de 3 ml pasar 1 ml de la muestra de agua dentro de la primera botella de caldo anaeróbico. El caldo puede tornarse rosa pero generalmente recupera su color amarillo original.
- 1.- No deseche la jeringa
  - 2.- Agitar la botella vigorosamente para mezclarla uniformemente.
  - 3.- Lavar la jeringa succionando 2 ml de caldo y después expelerlo dentro de la misma botella. Repita 2 ó 3 veces.
- d).- Usando la misma jeringa, pasar 1 ml de la primera a la segunda botella. Agitar la botella y lavar la jeringa como antes.
- e).- Pasar 1 ml de la segunda a la tercer botella. Agitarla y lavar la jeringa.
- f).- Repetir estos pasos hasta la sexta botella (ó cuantas botellas sean necesarias).
- g).- Incubar a 35°C - 38°C durante 5 días.

CONCLUSIONES : . -

La presencia de bacterias anaeróbicas es señalada por una nebulosidad en el caldo. En general, el enturbamiento es más pronunciado que en las botellas del caldo aeróbico y es más difícil de leer.

Botella No. 1	1 - 9	Colonias / ml
Botella No. 2	10 - 99	Colonias / ml
Botella No. 3	100- 999	Colonias / ml etc.

PROCEDIMIENTO PARA LA PRUEBA DE MUERTE BACTERIANA  
(Selección de bactericidas)

Este procedimiento se usa para determinar la concentración de productos químicos más efectivos para el control del crecimiento bacteriano en las aguas de los campos petroleros.

a).- Preparar una solución al 1% del biocida que va a ser probado, como sigue:

1.- Agregar 1 ml de biocida puro dentro de una botella de 9 ml de agua estéril.

2.- Mezclar perfectamente y pasar 1 ml dentro de una segunda botella de agua. Esta es la primera solución del biocida.

b).- Usando una jeringa estéril de 10 ml agregar 10 ml del agua del campo a cada una de las 4 botellas llenas con nitrógeno.

c).- Preparar las siguientes soluciones en las botellas arriba descritas.



- 1.- Primera botella: sin biocida ( control )
- 2.- Segunda botella: usando una jeringa de 100 microli-tros, agregar 50 ml de solución de biocida al 1% (A-2): 50 ppm.
- 3.- Tercera botella: usando la misma jeringa, agregar - 100 ml de solución de biocida al 1 % (A-2): 100 ppm
- 4.- Cuarta botella: usando la misma jeringa, agregar - 150 ml de solución de biocida al 1% (A-2): 150 ppm

d).- Después de 4 horas ( ó 6 horas, u 8 horas dependien-do de la aplicación particular) ejecutar los siguientes pasos:

- 1.- Usando una jeringa estéril de 1 ml pasar 1 ml de la botella de control a una botella SBR; preparar una serie de 5 soluciones dentro de las otras botellas SBR.
- 2.- Usando una jeringa diferente para cada botella, pasar 1 ml de la segunda, tercera y cuarta botella a botellas - de SBR.
- 3.- Incubar todas las botellas a  $32^{\circ}\text{C}$  -  $38^{\circ}\text{C}$  durante 2 - semanas antes de leer los resultados.

e).- Interpretación de los resultados:.-

- 1.- La serie de control de SBR indica el número de bacte-rias sulfo-reductoras en el agua del campo.
- 2.- El crecimiento en las botellas SBR (subcultivos de - las botellas conteniendo el biocida), indica falla del - producto químico para controlar el crecimiento.
- 3.- A partir de ésta información es posible escoger un - biocida, la concentración efectiva y el tiempo requerido para el tratamiento.

f).- Este mismo procedimiento puede ser aplicado a las pruebas de muerte contra bacterias aerobias y anaerobias. El único cambio sería hacer cultivos dentro de botellas de caldos aeróbicos ó anaeróbicos en lugar de las botellas de SBR.

g).- Materiales requeridos para probar un biocida en una sola vez.

- 2 Botellas llenas de agua estéril
- 4 Botellas estériles llenas de nitrógeno
- 5 Jeringas estériles de 3 ml
- 1 Jeringa estéril de 1 ml
- 9 Botellas de SBR
- 9 Botellas de caldo aeróbico
- 9 Botellas de caldo anaeróbico

IDENTIFICACION DE IODOS, INCLUYENDO LAS BACTERIAS DEL  
FIERRO , CON UN \*TESTIGO SUMERGIDO\* EN LAS LINEAS DE  
FLUJO

Las pruebas bacteriológicas en las aguas - de inyección no muestran directamente en donde están adheridas las bacterias del fierro ó las de otros tipos - formadores de lodos que se desarrollan en el interior de las paredes de las tuberías, en los medio filtrante ó en otras superficies. Se describe un método para identificar tales formaciones de lodo y su control por medio de dosificaciones mínimas de productos bactericidas.

El método es virtualmente idéntico a la -- instalación de los cupones usados normalmente para evaluar la corrosión. También se describen, las variaciones que se presentan, así como la explicación de su importancia.

1.- Cupones de vidrio:.-

Los portaobjetos de vidrio para microscopio tienen tamaño y forma similares a un cupón común - de acero. Además el vidrio es muy semejante en su superficie, fuerzas y composición a las rocas y arcillas a - los que se adhieren los microorganismos en las corrientes y en las capas subterráneas. Como resultado, cualquier tipo de agua que tienda a originar crecimiento de lodos mostrará rápida y consistentemente colonias sobre el portaobjetos. Estas colonias pueden observarse sobre la superficie de vidrio transparente por examen visual ó

bien mediante un estudio microscópico. Se requiere -  
transparencia en este caso, porque es imposible ver el  
crecimiento en una superficie opaca con los aumentos re-  
queridos ( 500 a 1 000 X ). En este caso NO es aconse-  
jable usar el plástico como substituto del vidrio. El -  
vidrio es frágil y por supuesto se debe evitar dañarlo  
porque puede quebrarse con facilidad.

## 2.- INSTALACION ; . -

Los porta-testigos y los cupones de de  
ben colocarse en las líneas de flujo ó en los lugares -  
necesarios, más o menos en las mismas circunstancias que  
para las evaluaciones de la corrosión. El crecimiento de  
lodos es mayor en donde la superficie queda directamen-  
te en la corriente del flujo.

## 3.- EXTRACCION : . -

Los testigos de cristal se deben de  
jar colocados durante una semana ó dos; si se está pre-  
sentando un desarrollo del lodo, estos será obvio al fi  
nal de tal período. Si se está usando un producto quími-  
co preventivo de lodos efectivo, pudiera ser deseable  
prolongar el período durante mayor tiempo. Cuando el -  
porta-testigo es removido del lugar en donde se ha colo-  
cado en la tubería, puede ser recargado con portaobje-  
tos ó no, según se desee. Los testigos recuperados de -  
ben manipularse solamente por los bordes. Deben enjua-  
garse con agua libre de sal, si el agua de inyección es  
salmuera. Deben secarse al aire (no limpiados ni colo-  
cados en una superficie con polvo o sucia) y cuando es

tén completamente libres de líquido, deben deslizarse - dentro de un tubo de plástico para remitirlos al laboratorio.

Cada porta objetos deberan identificarse ó colocarse en un envase para su remisión, en tal forma que no pueda haber duda al respecto; a cuál laminilla - estaba en cada lugar antes de llegar al laboratorio.

La identificación se debe de hacer lo - más rápidamente posible.

I V

RECOPILACION Y

EVALUACION DE DATOS

EXPERIMENTALES

C A M P O            C U N D U A C A N

P O Z O    A - 1

PROFUNDIDAD    TOTAL    :    125    m

DE

INYECCION

PEMEX DEPTO. PRODUCCIÓN, VILLAHERMOSA, TAB.

CAMPO CUNDUACAN - POZO A-1.

MUESTREO DINÁMICO - DESCARGA BOMBA 29-XI-78

V  
O  
L  
U  
M  
E

m<sup>3</sup>  
eg  
ml/sr

SEMILOGARÍTMICO  
DIV. 6  
ELE

$$\text{PENDIENTE} = \frac{0.25}{17.65} = 0.014$$

300 600 900 1200 1500 1800 2100 2400 2700 3000 3300  
VOLUMEN ACUMULADO EN ml. 108



ANALISIS MINERAL DEL AGUA

Compañía: PEMEX PRODUCCION Dirección: Villahermosa, Tab.

Fuente: Pozo A-1 Campo - Fecha de muestreo: 29-XI-78

Cunduacán

ANALISIS	mg/ l	meq/ l
1.- pH	8.2	
2.- H <sub>2</sub> S (cualitativo)	0.1 ppm	
3.- Gravedad específica	0.980 g/cm <sup>3</sup>	
4.- Sólidos disueltos	.976	
5.- Sólidos suspendidos	-	
6.- Alcalinidad a la fenolf talesna (CaCO <sub>3</sub> )	0	
7.- Alcalinidad al anaranja do de metilo	214	
8.- Bicarbonatos (HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> )	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> 261.08	:61 4.28 HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup>
9.- Cloruros (Cl <sup>-</sup> )	Cl <sup>-</sup> 406.58	:35.5 11.45 Cl <sup>-</sup>
10.- Sulfatos (SO <sub>4</sub> <sup>=</sup> )	SO <sub>4</sub> <sup>=</sup> 1.35	:48 0.028 SO <sub>4</sub> <sup>=</sup>
11.- Calcio (Ca <sup>++</sup> )	Ca <sup>++</sup> 31.2	:20 1.56 Ca <sup>++</sup>
12.- Magnesio (Mg <sup>++</sup> )	Mg <sup>++</sup> 8.29	:12.2 0.68 Mg <sup>++</sup>
13.- Dureza total (CaCO <sub>3</sub> )	112.0	:50 2.24
14.- Hierro total (Fe <sup>++</sup> )	0.16	
15.- Bario(cualitativo)	NEGATIVO	
16.- Oxígeno disuelto	0.0	

ANALISIS MINERAL DEL AGUA

COMPANIA:PEMEX DEPTO.PRODUCCION DIRECCION:VILLAHERMOSA,TAB

SECCION: RECUPERACION SECUNDARIA FECHA MUESTREO: 20-XI-78

FUENTE: CAMPO CUNDUACAN POZO A-1 FECHA ANALISIS: 29-XI-78

MUESTREO DINAMICO.DESCARGA BOM-

BA ANTES DEL DESARENADOR.

DENSIDAD: 0.980 TEMPERATURA: 30°C TURBIEDAD: 0.0

DETERMINACION	EXPRESADA COMO:	CONTENIDO
pH	pH	8.2
Conductividad	Microhms	
Sólidos totales	ppm	976.
Oxígeno disuelto	O <sub>2</sub>	0.
Bióxido de carbono	CO <sub>2</sub>	6.
Alcalinidad a la fenolf talesna	CaCO <sub>3</sub>	0.
Alcalinidad al anaranja do de metilo	CaCO <sub>3</sub>	214.
Dureza total	CaCO <sub>3</sub>	112.0
Dureza del calcio	CaCO <sub>3</sub>	78
Dureza del magnesio	CaCO <sub>3</sub>	34
Carbonatos	CaCO <sub>3</sub>	0
Bicarbonatos	CaCO <sub>3</sub>	261
Cloruros	NaCl	670
Sulfatos	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	2
Sflice	Si O <sub>2</sub>	30
Fierro	Fe <sup>++</sup>	0.16
Acido sulfhídrico	H <sub>2</sub> S	TRAZAS
Bario	Ba <sup>++</sup>	0

**CALCULO DEL INDICE DE LANGELIER**  
(INDICE DE SATURACION DEL CARBONATO DE CALCIO)

Solamente para aguas dulces, el contenido de sólidos totales debe de ser menor a 1000 ppm.

Muestra No. R.I.G.  
Fecha del Muestreo 29/XI/78

Compañía Petroleos Mexicanos Dirección Villahermosa, Tab. Fecha 9/XII/78  
Fuente Campo Cunduacan. Enviada por Tanada en Campo.  
Pozo Al. Muestreo Dinámico

$$\begin{aligned} \text{I.S.} = \text{pH} - \text{PHs} &= 8.2 - 7.6 = 0.6 \\ &= 8.2 - 6.9 = 1.3 \end{aligned}$$

en donde:

$\text{pH} = \text{pH}$  medido en la muestra fresca.

$$\text{PHs} = \text{pH de saturación} = (9.3 + A + B) - (C + D)$$

$$\text{A } (86^\circ\text{F}) = (9.3 + 0.2 + 1.9) - (1.5 + 2.3) = 7.6$$

$$\text{B } (180^\circ\text{F}) = (9.3 + 0.2 + 1.2) - (1.5 + 2.3) = 6.9$$

Sólidos Totales (ppm)	A	Dureza Calcio (ppm CaCO <sub>3</sub> ) Ca++ x 2.5	C	Alcalinidad A.M. (ppm CaCO <sub>3</sub> )	D
50-300	0.1	10- 11	0.6	10- 11	1.0
400-1000	0.2	12- 13	0.7	12- 13	1.1
		14- 17	0.8	14- 17	1.2
	B	18- 22	0.9	18- 22	1.3
		23- 27	1.0	23- 27	1.4
Temperatura (°F)	B	28- 34	1.1	28- 35	1.5
		35- 43	1.2	36- 44	1.6
32- 34	2.6	44- 55	1.3	45- 55	1.7
36- 42	2.5	56- 69	1.4	56- 69	1.8
44- 48	2.4	70- 87	1.5	70- 88	1.9
50- 56	2.3	88- 110	1.6	89- 110	2.0
58- 62	2.2	111- 138	1.7	111- 139	2.1
64- 70	2.1	139- 174	1.8	140- 176	2.2
72- 80	2.0	175- 220	1.9	177- 220	2.3
82- 88	1.9	230- 270	2.0	230- 270	2.4
90- 98	1.8	280- 340	2.1	280- 350	2.5
100- 110	1.7	350- 430	2.2	360- 440	2.6
112- 122	1.6	440- 550	2.3	450- 550	2.7
124- 132	1.5	560- 690	2.4	560- 690	2.8
134- 146	1.4	700- 870	2.5	700- 880	2.9
148- 160	1.3	880- 1000	2.6	890- 1000	3.0
162- 178	1.2				

Si: IS= 0, el agua está en balance químico.

IS= una cantidad positiva, hay tendencias incrustantes.

IS= una cantidad negativa, hay tendencias corrosivas.

Observaciones I.S. 86°F = 0.6 - Ligeramente incrustante.  
I.S. 180°F = 1.3 = Muy incrustante.

Compañía Pemex. Depto. Producción.

Dirección Villahermosa, Tab.

Sección Recuperación Secundaria.

Fuente Campo Cunduacán. Pozo A-1  
Muestreo Dinámico. Descarga Bomba  
Antes del Desarenador.

Fecha Muestreo 29/XI/78

Fecha Análisis 29/XI/78

Membrana Millipore 0.45 micras

Presión 21 psig.

Condiciones de la Prueba \_\_\_\_\_

Densidad 0.980 g/cm<sup>3</sup>

Temperatura 30° C

Turbiedad 0 FTU.

### SOLIDOS TOTALES FILTRADOS

Lectura No.	Volúmen Acumulado ml	Tiempo acumulado min:seg	Segundos Totales. seg	Lapso entre Lecturas seg	Desviación con respecto a la primera lectura seg	Velocidad de filtración ml/seg
1.-	300	0:18	18	18	-	16.66
2.-	600	0:37	37	19	1	15.78
3.-	900	0:55	55	18	0	16.66
4.-	1200	1:14	74	19	1	15.78
5.-	1500	1:32	92	18	0	16.66
6.-	1800	1:50	110	18	0	16.66
7.-	2100	2:09	129	19	1	15.78
8.-	2400	2:28	148	19	1	15.78
9.-	2700	2:47	167	19	1	15.78
10.-	3000	3:06	186	19	1	15.78
11.-	3300	3:25	205	19	1	15.78
12.-						

ANALISIS BACTERIOLOGICO DE AGUAS

FECHA: 13-XII-78

COMPANIA: PEMEX PRODUCCION DIRECCION: VILLAHERMOSA, TAB  
FUENTE: CUNDUACAN POZO A-1 FECHA DE MUESTREO: 29-XI-78

Cuenta total bacterias aerobias (Retzloff)	1 000	Col/ml
Cuenta total bacteria aerobias (Millipore)	-	Col/ml
Cuenta bacterias sulfato-reduc- toras (Retzloff)	0	Col/ml
Cuenta levaduras y hongos	NO HAY	

OBSERVACIONES: . -

Agua dentro de especificaciones bacte-  
riologicamente.

C A M P O            S A M A R I A

P O Z O        A - 2

PROFUNDIDAD TOTAL        :        102 m

DE

INYECCION

Compañía Pemex, Depto. Producción  
Recuperación Secundaria.  
Sección \_\_\_\_\_

Dirección Villahermosa, Tab.

Fuente Campo samaria Pozo A-2  
Muestreo dinámico, Descarga bomba.  
Antes de desarenador.

Fecha Muestreo 29/XI/73

Fecha Análisis 29/XI/73

Membrana Millipore 0.45 micras

Presión 20 psig.

Condiciones de la Prueba \_\_\_\_\_

Densidad 0.985 gr/cm<sup>3</sup> Temperatura 26°C Turbiedad 0,0

SOLIDOS TOTALES FILTRADOS

Lectura No.	Volúmen Acumulado ml	Tiempo Acumulado min:seg	Segundos Totales. seg	Lapso entre lecturas seg	Desviación con respecto a la primera lectura seg	Velocidad de Filtración ml/seg
1.-	300	:17	17	17	0	17.64
2.-	600	:37	37	20	3	15.00
3.-	900	:58	53	21	4	14.28
4.-	1200	1:22	82	24	7	12.50
5.-	1500	1:50	110	28	11	10.71
6.-	1800	2:25	145	35	18	8.57
7.-	2100	3:03	183	43	25	6.97
8.-	2400	4:01	241	53	36	5.66
9.-	2700	5:04	304	63	46	4.76
10.-	3000	6:12	372	68	51	4.41
11.-	3300	7:32	452	80	63	3.75
12.-						

PEMEX DEPTO. DE PRODUCCIÓN VILLAHERMOSA (7)

CAMPO SAMARIA POZO A-2

MUESTREO DINAMICO DESCARGA BOMBA.

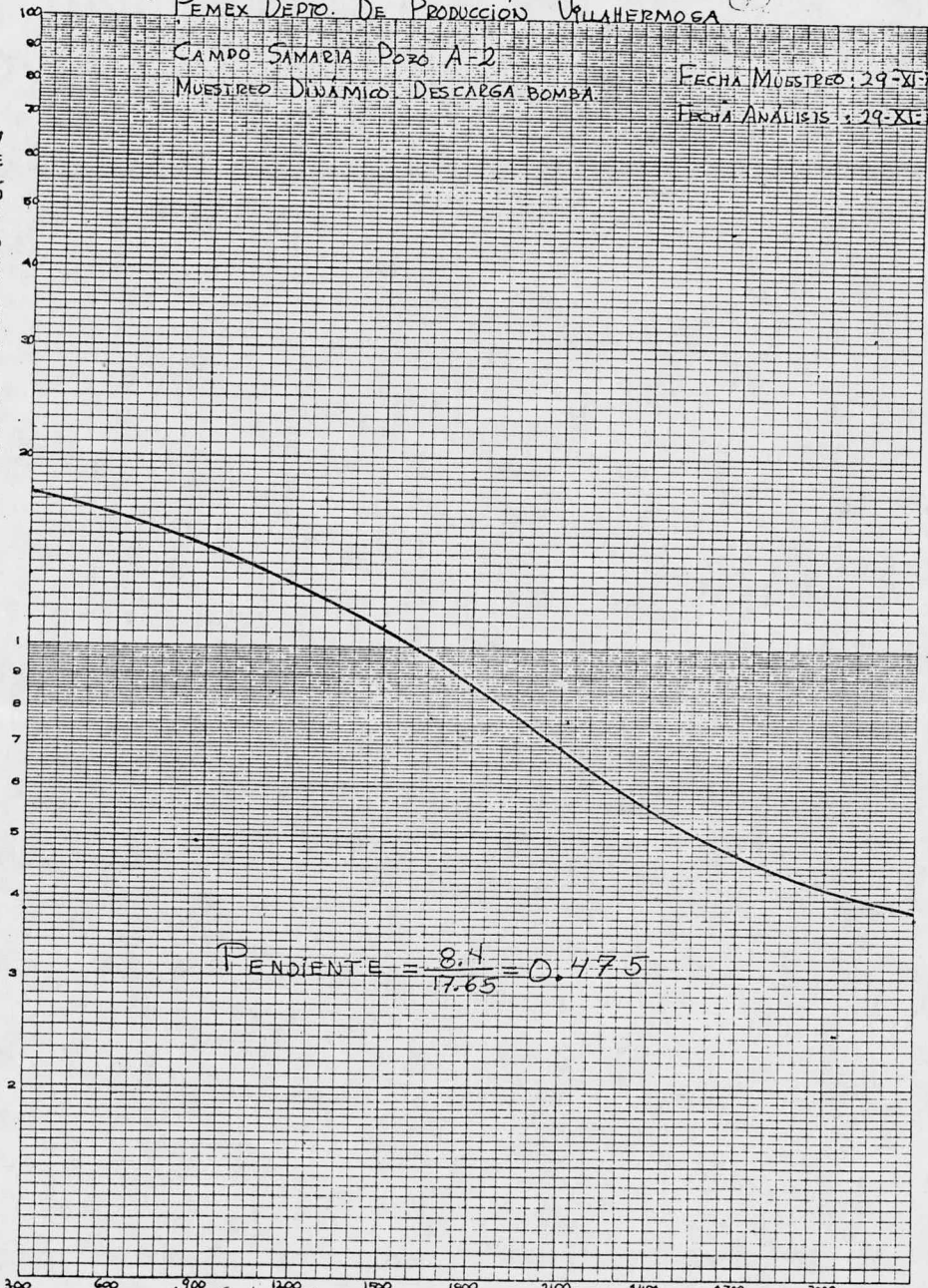
FECHA MUESTREO: 29-XI-78

FECHA ANALISIS: 29-XI-78

VELOCIDAD DE FILTRACION

m./seg

VELOCIDAD DE FILTRACION



$$\text{PENDIENTE} = \frac{8.4}{17.65} = 0.475$$

VOLUMEN ACUMULADO EN ml.



ANALISIS MINERAL DEL AGUA

Compañía: PEMEX PRODUCCION Direccion: Villahermosa, Tab

Fuente: CAMPO SAMARIA POZO A-2 Fecha de muestreo: 29-XI-78

ANALISIS	mg/ l	meq/ l	
1.- pH	8.4		
2.- H <sub>2</sub> S (cualitativo)	0.0		
3.- Gravedad específica	0.985 g/cm <sup>3</sup>		
4.- Sólidos disueltos	365.0		
5.- Sólidos suspendidos	-	-	-
6.- Alcalinidad a la fenolf talesna (CaCO <sub>3</sub> )	0.0	-	-
7.- Alcalinidad al anaranja do de metilo	250.0	:50	5.0
8.- Bicarbonatos (HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> )	305.0	:61	5.0 HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup>
9.- Cloruros (Cl <sup>-</sup> )	61.3	:35.5	1.72 Cl <sup>-</sup>
10.- Sulfatos (SO <sub>4</sub> <sup>=</sup> )	2.7	:48	0.056 SO <sub>4</sub> <sup>=</sup>
11.- Calcio (Ca <sup>++</sup> )	20.8	:20	1.04 Ca <sup>++</sup>
12.- Magnesio (Mg <sup>++</sup> )	7.8	:12.2	0.64 Mg <sup>++</sup>
13.- Dureza total (CaCO <sub>3</sub> )	84.0	:50	1.68
14.- Hierro total (Fe <sup>++</sup> )	0.18		
15.- Bario (cualitativo)	NEGATIVO		
16.- Oxígeno disuelto	30.0	:8.0	3.75

CALCULO DEL INDICE DE LANGELIER

$$I. S = pH - pH_s$$

$$pH_s = (9.3 + A + 8) - (C + D)$$

$$pH_s = (9.3 + 0.20 + 2.0) - (0.9 + 2.4) = 11.5 - 3.3 = 8.2$$

$$pH = 8.4$$

$$I. S @ 26^{\circ}C = 0.20 \text{ Ligeramente incrustante}$$

C A M P O      C U N D U A C A N

P O Z O      A - 1 1

PROFUNDIDAD TOTAL :      250 m

DE

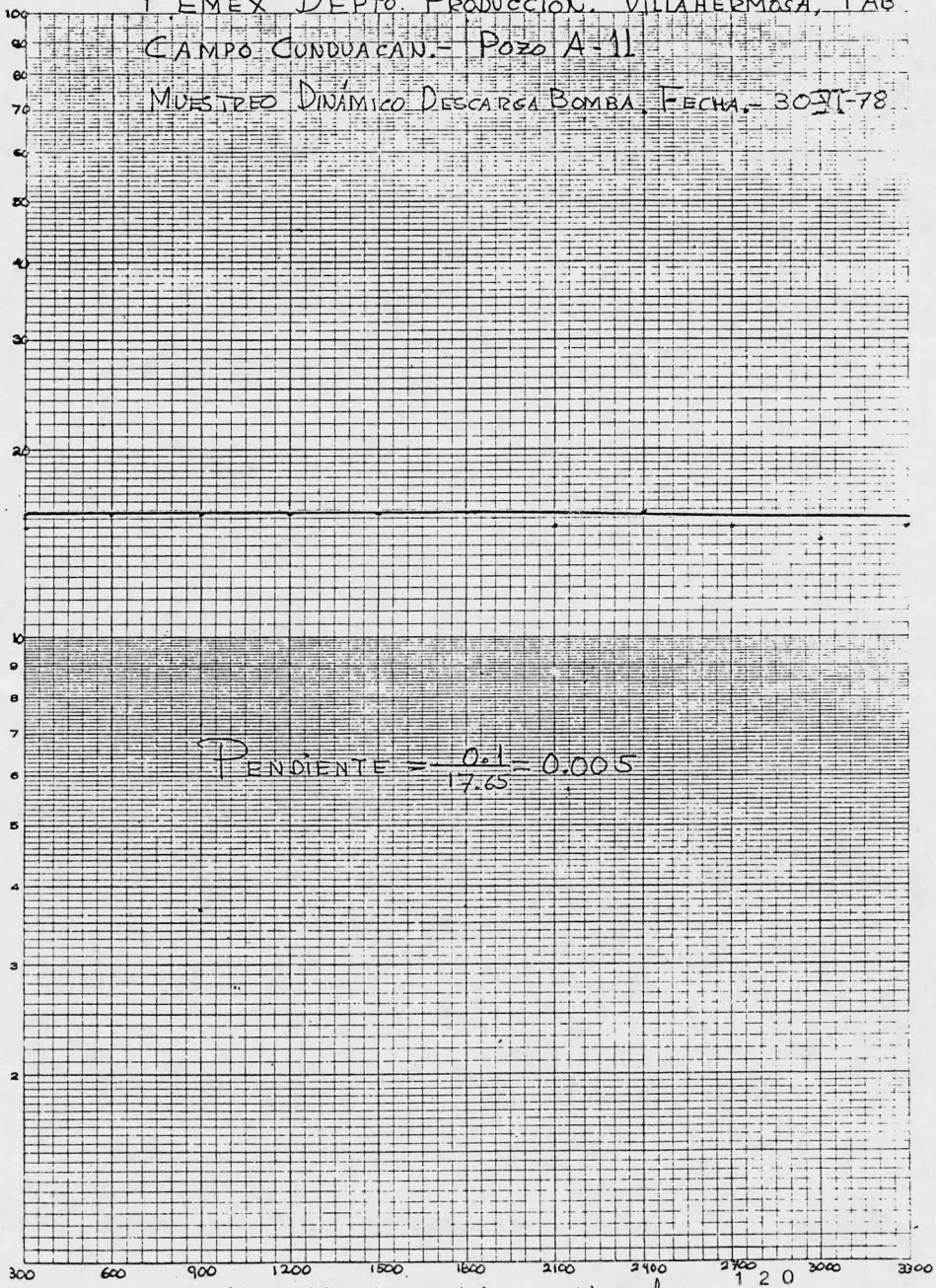
INYECCION

PEMEX DEPTO. PRODUCCION. VILLAHERMOSA, TAB.  
 CAMPO CUNDUACAN. - POZO A-11  
 MUESTREO DINAMICO DESCARGA BOMBA. FECHA. - 30/II-78.

VELOCIDAD DE FILTRACION

ml/seg.

SEMI-LOGARITMICO  
 DIVIS. 100



VOLUMEN ACUMULADO EN ml.

## ANALISIS MINERAL DEL AGUA

Compañía: PEMEX PRODUCCION      Direccion: Villahermosa, Tab

Fuente: Campo Cunduacan A-11      Fecha de muestreo: 30-XI-78

ANALISIS	mg/ l	meq/ l	
1.- pH	8.3		
2.- H <sub>2</sub> S (cualitativo)	0.0		
3.- Gravedad específica	0.960 g/cm <sup>3</sup>		
4.- Sólidos disueltos	268.0		
5.- Sólidos suspendidos	-		-
6.- Alcalinidad a la fenolf <sub>2</sub> talefna (CaCO <sub>3</sub> )	.0		
7.- Alcalinidad al anaranjado de metilo (CaCO <sub>3</sub> )	168.0	:50	3.36
8.- Bicarbonatos (HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> )	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> 204.96	:61	3.36 HCO <sub>3</sub>
9.- Cloruros (Cl <sup>-</sup> )	Cl <sup>-</sup> 1298.63	:35.5	36.58 Cl <sup>-</sup>
10.- Sulfatos (SO <sub>4</sub> <sup>=</sup> )	SO <sub>4</sub> <sup>=</sup> 2.70	:48	0.056 SO <sub>4</sub> <sup>=</sup>
11.- Calcio (Ca <sup>++</sup> )	Ca <sup>++</sup> 68.80	:20	3.44 Ca <sup>++</sup>
12.- Magnesio (Mg <sup>++</sup> )	Mg <sup>++</sup> 43.92	:12.2	3.60 Mg <sup>++</sup>
13.- Dureza total (CaCO <sub>3</sub> )	352.0	:50	7.04
14.- Fierro total (Fe <sup>++</sup> )	0.22		
15.- Bario (cualitativo)	NEGATIVO		
16.- Oxígeno disuelto	0.0		

ANALISIS MINERAL DEL AGUA

COMPANIA: PEMEX DEPTO. PRODUCCION DIRECCION: VILLAHERMOSA, TAB  
 FUENTE: CAMPO CUNDUACAN POZO A 11 FECHA DE MUESTREO: 30-XI-78  
 MUESTREO DINAMICO. DESCAR- FECHA DE ANALISIS: 30-XI-78  
 GA BOMBA. ANTES DESARENA-  
 DOR.

DETERMINACION	EXPRESADA COMO	CONTENIDO
pH	pH	8.3
TEMPERATURA	°C	31.0
CONDUCTIVIDAD	MICROOHMS	
SOLIDOS TOTALES D	ppm	2680 ppm
OXIGENO DI SUELTO	O <sub>2</sub>	0.0 ppb
BIOXIDO DE CARBONO	CO <sub>2</sub>	4.0 ppm
ALCALINIDAD A LA FENOLF- TALEINA	CaCO <sub>3</sub>	0.0 ppm
ALCALINIDAD AL ANARANJADO DE METILO	CaCO <sub>3</sub>	168 ppm
DUREZA TOTAL	CaCO <sub>3</sub>	352 ppm
DUREZA CALCIO	CaCO <sub>3</sub>	172 ppm
DUREZA MAGNESIO	CaCO <sub>3</sub>	180 ppm
CARBONATOS	CaCO <sub>3</sub>	0 ppm
BICARBONATOS	CaCO <sub>3</sub>	204 ppm
CLORUROS	NaCl	2114 ppm
SULFATOS	NaSO <sub>4</sub>	4 ppm
SILICE	SiO <sub>2</sub>	29.75 ppm
FIERRO	Fe <sup>++</sup>	0.22 ppm
ACIDO SULFHIDRICO	H <sub>2</sub> S	
BARIO	Ba <sup>++</sup>	
TURBIEDAD	FTU	4.0

ANALISIS BACTERIOLOGICO DE

A G U A S

COMPANIA: PEMEX PRODUCCION DIRECCION: VILLAHERMOSA, TAB  
FUENTE: CUNDUACAN POZO A-11 FECHA DE MUESTREO: 30-XI-78

CUENTA TOTAL BACTERIAS ANAEROBIAS 10 Col/ml  
(Retzloff)

CUENTA TOTAL BACTERIAS AEROBIAS 0 Col/ml  
(Millipore)

CUENTA TOTAL BACTERIAS SULFATO-REDUC\_ 0 Col/ml  
TORAS (Retzloff)

CUENTA BACTERIAS ANAEROBIAS, otras 10 Col/ml  
(Retzloff)

C A M P O      S A M A R I A

P O Z O      A - 12

PROFUNDIDAD TOTAL :    300 m

DE

INYECCION



Compañía Pemex, Depto. Producción.

Dirección Villahermosa, Tab.

Sección Recuperación Secundaria.

Fuente Campo Samaria.  
Pozo de Agua A-12

Fecha Muestreo 24/XI/78

Fecha Análisis 24/XI/78

Membrana Millipore 0.45 micras.

Presión Con  $H_2$  a 20 psiz.

Condiciones de la Prueba Muestreo durante aforo con Lenta de pozo profundo, RFM-1760.  
Al terminar el período de Aforo de 24 horas.

Densidad \_\_\_\_\_ Temperatura 27° C Turbiedad 5 F.T.U.

#### SOLIDOS TOTALES FILTRADOS

Lectura No.	Volúmen Acumulado ml	Tiempo Acumulado min:seg	Segundos Totales. seg	Lapso entre lecturas seg	Desviación con respecto a la primera lectura seg	Velocidad de filtración ml/seg
1.-	300	0:20	20	20	0	15.00
2.-	600	0:48	48	28	8	10.71
3.-	900	1:26	86	38	18	7.89
4.-	1200	2:15	135	49	29	6.12
5.-	1500	3:10	190	55	35	5.45
6.-	1800	4:12	252	62	42	4.83
7.-	2100	5:00	320	68	48	4.41
8.-	2400	6:31	391	71	51	4.22
9.-	2700	7:49	469	78	58	3.84
10.-	3000	9:09	549	80	60	3.75
11.-	3300	10:34	634	85	65	3.52
12.-						

PEMEX D. PTO. PRODUCCIÓN VILLAHERMOSA.

CAMPO SAMARIA - POZO A-12

MUESTREO DINÁMICO DESCARGA BOMBA.

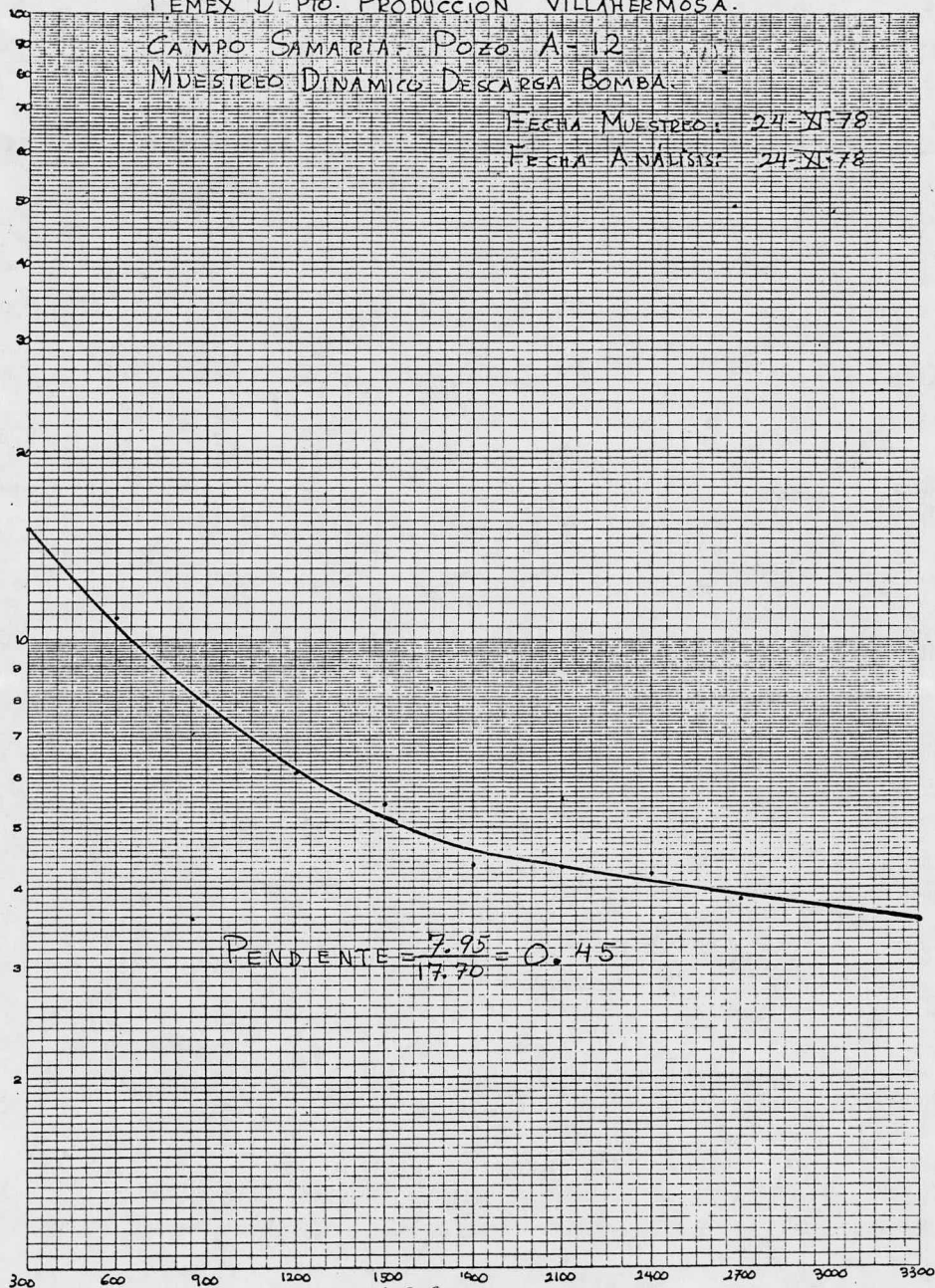
FECHA MUESTREO: 24-XI-78

FECHA ANÁLISIS: 24-XI-78

V  
E  
L  
O  
C  
I  
D  
A  
D  
E  
N

m/seg

EMULITHM  
CYCLE X 60 DIVISIONS (6 DIV. PER UNIT).



ANALISIS MINERAL DEL AGUA

Compañía: PEMEX PRODUCCION Dirección: Villahermosa, Tab  
 Fuente: Pozo A-12 Cunduacán Fecha de muestreo: 24-XI-78

ANALISIS	mg/ l	meq/ l
1.- pH	8.19	
2.- H <sub>2</sub> S	trazas menor de 0.1 ppm	
3.- Gravedad específica	-	-
4.- Sólidos disueltos	314.0	
5.- Sólidos suspendidos	-	-
6.- Alcalinidad a la fenolf talefna (CaCO <sub>3</sub> )	0.0	-
7.- Alcalinidad al anaranja do de metilo	218.0	
8.- Bicarbonatos (HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> )	266.0	: 61 4.36
9.- Cloruros (Cl <sup>-</sup> )	48.5	: 35.5 1.36
10.- Sulfatos (SO <sub>4</sub> <sup>=</sup> )	2.04	: 48 0.04
11.- Calcio (Ca <sup>++</sup> )	27.2	: 20 1.36
12.- Magnesio (Mg <sup>++</sup> )	9.76	: 12.2 0.80
13.- Dureza total (CaCO <sub>3</sub> )	108.0	: 50 2.16
14.- Hierro total (Fe <sup>++</sup> )	0.15	
15.- Bario (cualitativo)	NEGATIVO	
16.- Oxígeno disuelto	8.0 ppb	

Muestra No. \_\_\_\_\_

Fecha del Muestreo 24/11/78

**Sección Recuperación Secundaria.**

Compañía Penam Producción Dirección Villaherreros, Tab. Fecha  
 Fuente Pozo A-12 Enviada por \_\_\_\_\_

$I.S. = pH - PHS = 8.19 - 7.3 = + 1.89$

en donde:

$pH = pH$  medido en la muestra fresca.

$11.4 - 4.1 = 7.3$

$PHS = pH$  de saturación

$= (9.3 + A + B) - (C + D) = (11.4 - 5.8) = 5.6$

$= (9.3 + 0.2 + 1.9) - (3.5 + 2.3) = (1.8 + 2.3) =$

Sólidos Totales (ppm)			Dureza Calcio (ppm CaCO <sub>3</sub> ) Ca <sup>++</sup> x 2.5			Alcalinidad A.M. (ppm CaCO <sub>3</sub> )		
A			C			D		
50-300	0.1		10- 11	0.6		10- 11	1.0	
400-1000	0.2		12- 13	0.7		12- 13	1.1	
			14- 17	0.8		14- 17	1.2	
			18- 22	0.9		18- 22	1.3	
			23- 27	1.0		23- 27	1.4	
			28- 34	1.1		28- 35	1.5	
			35- 43	1.2		36- 44	1.6	
			44- 55	1.3		45- 55	1.7	
			56- 69	1.4		56- 69	1.8	
			70- 87	1.5		70- 88	1.9	
			88- 110	1.6		89- 110	2.0	
			111- 138	1.7		111- 139	2.1	
			139- 174	1.8		140- 176	2.2	
			175- 220	1.9		177- 220	2.3	
			230- 270	2.0		230- 270	2.4	
			280- 340	2.1		280- 350	2.5	
			350- 430	2.2		360- 440	2.6	
			440- 550	2.3		450- 550	2.7	
			560- 690	2.4		560- 690	2.8	
			700- 870	2.5		700- 880	2.9	
			880- 1000	2.6		890- 1000	3.0	

Temperatura (*F)			B		
32-	34	2.6			
36-	42	2.5			
44-	48	2.4			
50-	56	2.3			
58-	62	2.2			
64-	70	2.1			
72-	80	2.0			
82-	88	1.9			
90-	98	1.8			
100-	110	1.7			
112-	122	1.6			
124-	132	1.5			
134-	146	1.4			
148-	160	1.3			
162-	178	1.2			

Si: IS= 0, el agua está en balance químico.

IS= una cantidad positiva, hay tendencias incrustantes.

IS= una cantidad negativa, hay tendencias corrosivas.

Observaciones **IS = + 1.89 Tendencia incrustante**

ANALISIS BACTERIOLOGICO DE AGUAS

COMPANIA: PEMEX PRODUCCION DIRECCION: VILLAHERMOSA, TAB

FUENTE: CAMPO CUNDUACAN FECHA MUESTREO: 24-XI-78

P O Z O A - 12

CUENTA TOTAL BACTERIAS AEROBIAS (Retzloff) 1 000 Col/ml

CUENTA BACTERIAS SULFATO REDUCTORAS(Retzloff) 100 Col/ml

CUENTA BACTERIAS ANAEROBIAS,OTRAS(Retzloff) 100 Col/ml

CUENTA LEVADURAS Y HONGOS NEGATIVO

C A M P O

S A M A R I A

P O Z O

A - 81

ZONAS PERFORADAS

DE

A

1

280 m

310 m

2

325 m

365 m

3

390 m

430 m

Compañía Penex Depto. Producción

Dirección Villahermosa, Tab.

Sección Recuperación Secundaria.

Fuente Campo Samaria.  
Pozo de Agua A-81

Fecha Muestreo 28/XI/78

Fecha Análisis 28/XI/78

Membrana Millipore 0.45 micras

Presión Con N<sub>2</sub> a 20 psig.

Condiciones de la Prueba Muestreo Dinámico. Durante Aforo del Pozo con bomba Pozo Pro-  
fundo Cia. Perfesa. RPM=950 Gasto= 48.09 lps. Nivel Estático 1.7m. Abatimiento 31.64 m.

Densidad 0.980 g/cm<sup>3</sup> Temperatura 37 ° C Turbiedad 3 FTU.

SOLIDOS TOTALES FILTRADOS

Lectura No.	Volúmen acumulado ml	Tiempo acumulado min:seg	Segundos totales. seg	Lapso entre lecturas seg	Desviación con respecto a la primera lectura seg	Velocidad de filtración ml/seg
1.-	300	0:18	18	18	0	16.66
2.-	600	0:37	37	19	1	15.78
3.-	900	0:57	57	20	2	15.00
4.-	1200	1:21	81	24	6	12.50
5.-	1500	1:48	108	27	9	11.11
6.-	1800	2:18	138	30	12	10.00
7.-	2100	2:50	170	32	14	9.37
8.-	2400	3:24	204	34	16	8.82
9.-	2700	4:03	243	39	21	7.69
10.-	3000	4:42	282	39	21	7.69
11.-	3300	5:29	329	47	29	6.33
12.-	3600	6:16	376			

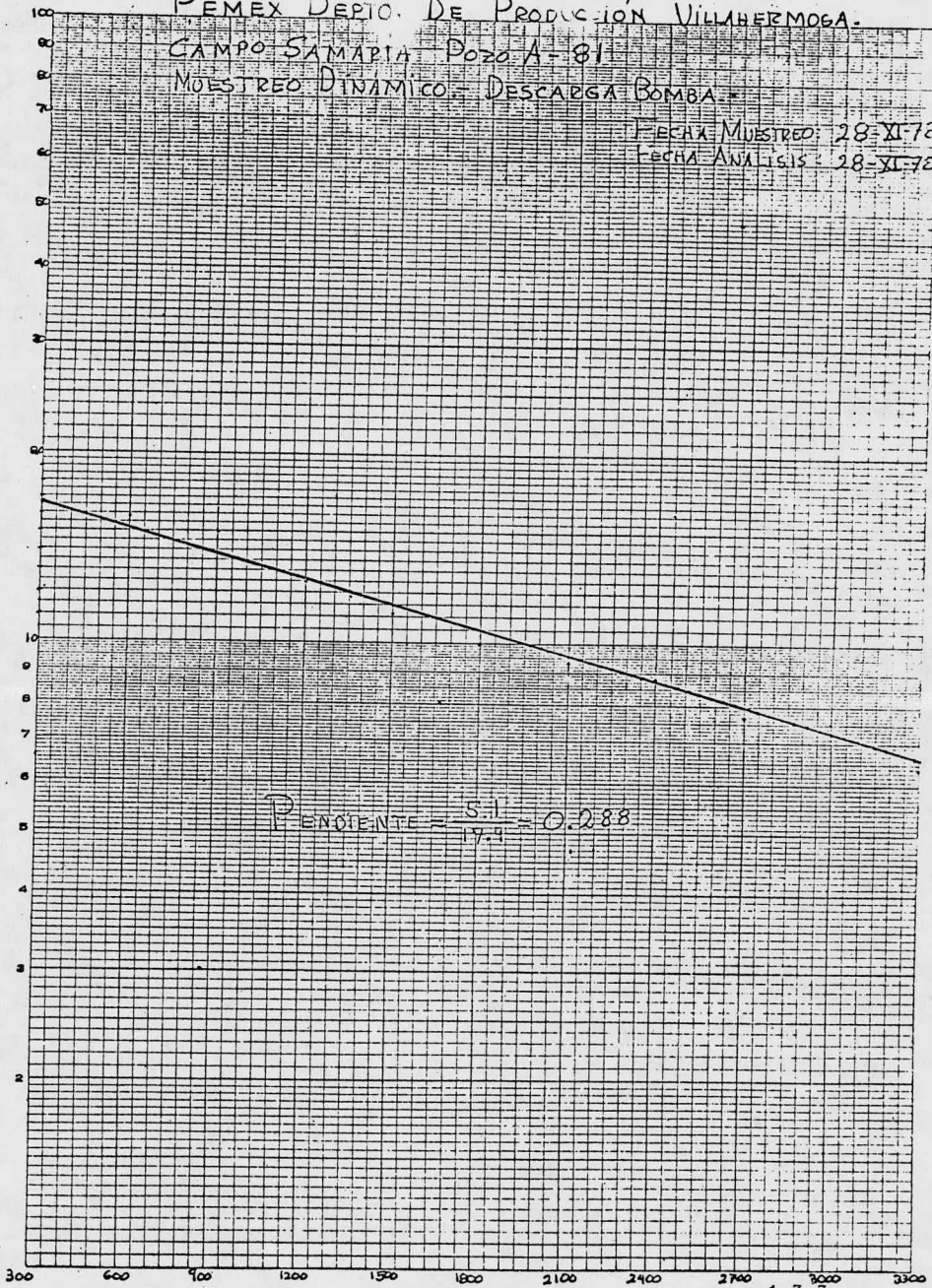
PEMEX DEPTO. DE PRODUCCIÓN VILLAHERMOSA.

CAMPO SAMAPIA DOZO A-81

MOESTREO DINAMICO - DESCARGA BOMBA

FECHA MUESTREO: 28-XI-72

FECHA ANALISIS: 28-XI-72



VOLUMEN ACUMULADO EN ml.

133

SEMEL. DE VILLAHERMOSA  
DIV. 516  
SER.  
C  
A  
D  
B  
CLE



ANALISIS MINERAL DEL AGUA

Compañía: PEMEX PRODUCCION Dirección: Villahermosa, Tab

Fuente: Campo Samaria Pozo A-81 Fecha de muestreo: 18-XI-78

ANALISIS	mg/ l	meq/ l	
1.- pH	8.0		
2.- H <sub>2</sub> S (cualitativo)	0.0		
3.- Gravedad específica	-	-	
4.- Sólidos disueltos	2680.0	-	
5.- Sólidos suspendidos	-	-	
6.- Alcalinidad a la fenolf taleína	0.0	-	
7.- Alcalinidad al anaranja do de metilo	70.0		
8.- Bicarbonatos (HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> )	85.4	:61	1.4
9.- Cloruros (Cl <sup>-</sup> )	1264.64	:35.5	35.62
10.- Sulfatos (SO <sub>4</sub> <sup>=</sup> )	0.0	:48	0.0
11.- Calcio (Ca <sup>++</sup> )	54.4	:20	2.72
12.- Magnesio (Mg <sup>++</sup> )	10.73	:12.2	0.88
13.- Dureza total (CaCO <sub>3</sub> )	180.0	:50	3.60
14.- Fierro total (Fe <sup>++</sup> )	-		
15.- Bario (cualitativo)	NEGATIVO		
16.- Oxígeno disuelto	60 @	80	ppb

ANALISIS BACTERIOLOGICO DE AGUAS

COMPANIA: PEMEX PRODUCCION DIRECCION: VILLAHERMOSA, TAB.  
FUENTE: SAMARIA POZO A 81 FECHA MUESTREO: 28-XI-78  
MUESTREO DINAMICO ENVIADA: TOMADA EN CAMPO  
BOMBEO 24 horas FECHA: 13-XII-78

CUENTA TOTAL BACTERIAS AEROBIAS 0 Col/ml

CUENTA BACTERIAS SULFATO REDUCTORAS 100 Col/ml

CUENTA BACTERIAS ANAEROBIAS, OTRAS 1 000 Col/ml

CUENTA LEVADURAS Y HONGOS NEGATIVA

V            C O N C L U S I O N E S

## V . - C O N C L U S I O N E S

Para tener una idea clara de la calidad del agua empleada para inyección, se anexa una tabla de calificación para todas las pruebas mencionadas; en ella se omite la prueba del oxígeno, el cual se puede controlar continuamente y en forma directa por medio de un aparato medidor de oxígeno, o bien, indirectamente, determinando la cantidad de sulfito de sodio en el agua, ya que al existir un residual de este agente, no puede permanecer el oxígeno en el agua.

La filosofía básica que sustenta la tabla de calificaciones se resume en la tabla 1.

En esta tabla las tres calificaciones de aceptable, regular ó excesivo, están ponderadas por medio de números. Esto se hace para subrayar la necesidad que hay de una acción correctiva en un sistema que presente una o más variables con estas calificaciones.

Al aplicar esta tabla de calificación, debe considerarse la naturaleza del tratamiento químico que esté dando al sistema. Algunas influencias son:

1.- Productos químicos que se dispersan en el agua.-

Estos pueden aumentar las pendientes de la membrana del filtro, y aumentar las cantidades

dades de sólidos filtrados solamente por la presencia -  
del producto químico.

2.- Los agentes formadores de película.-

Estos pueden originar depósitos de sul  
furo ferroso en las paredes del sistema. Esto evita la  
medición real de las cuentas de los incrementos en sul-  
furo y en fierro.

3.- Los agentes solubles en agua que no forman película.-

Que pueden causar aumentos temporales  
en la pendiente de la membrana de filtro, en los sólí -  
dos filtrados, en los sulfuros totales, en la cuenta de  
fierro, en las cuentas de las bacterias totales y de -  
las reductoras de sulfatos, debido a la erosión de los  
depósitos creados por tratamientos anteriores ó por un  
período en el que no hubo tratamiento.

TABLA DE CALIFICACION PARA LAS AGUAS DE INYECCION

	1	2	3	5	10	20
Calificación. Prueba de filtro de membrana (Filtro de 0.45), pendiente	0-0.09 excelente	0.10-0.20 muy bueno	0.30-0.49 bueno	0.50-0.99 aceptable	1.00-1.79 regular	más de 1.20 excesiva
Sólidos filtrados mg/1	0-0.4 despreciable	0.5-0.9 baja	1.0-2.4 baja	2.5-4.9 moderada	5.0-9.9 grande	más de 10.0 excesiva
Aumentos totales de sulfuro libras/día/1000 pies cuadrados	0 ninguno	0.001 bajo	0.002-4 bajo	0.005-9 moderado	0.01-0.019 grande	más de 0.02 excesivo
Aumentos en la cuenta de hierro libras/día	0 ninguno	0.001-0.011 bajo	0.12-0.11 bajo	0.12-0.59 moderado	0.60-1.1 grande	más de 1.2 excesivo
Colonias de bacterias reductoras de sulfatos/ml.	0 ninguna	1.5 baja	6-9 baja	10-20 moderada	30-90 grande	más de 100 excesiva
Cuenta total de colonias bacterianas/ml.	0 ninguna	1-99 baja	100-999 baja	1000-9999 moderada	10000-99999 grande	más de 100,000 excesiva
Relación de corrosión (30 días) (Muestra-aislada milímetros año.	0 ninguna	0.01-0.99 baja	0.10-4.9 baja	1.00-4.9 moderada	5.0-9.9 alta	más de 10.0 excesiva
Profundidad del ataque (30 días) (Muestra-aislada) milímetros.	0 ninguna	1 ninguna	2-3 menor	4-5 moderada	6-10 profunda	más de 10 excesiva
Frecuencia de las picaduras (30 días) (Muestra aislada) picaduras/pulgada cuadrada.	0 ninguna	1 baja	2 baja	3 moderada	4 alta	más de 5 excesiva

TABLA 1. FACTORES USADOS PARA LA PREPARACION DE LA  
TABLA DE CALIFICACIONES

Número de calificación.	Calificación	Explicación
1	Excelente, despreciable o ninguno.	El sistema está en las mejores condiciones posibles con respecto a esta variable - ideal.
2	Muy buena, muy baja o poco profunda.	El sistema está en muy buenas condiciones con respecto a esta variable - no ideal, pero substancialmente mejor que un sistema en operación normal y sin problemas.
3	Buena, baja o menor.	El sistema está en buenas condiciones - condiciones normales para una operación sin problemas.
5	Aceptable o moderada.	El sistema está en condiciones aceptables. Sin embargo la condición no es tan buena como la normal para una operación sin problemas. Es posible que el sistema vaya a presentar alguna dificultad, de aquí el incremento entra el número de calificación.
10	Regular, grande, alta o profunda	El sistema está en regulares condiciones. Pueden sobrevenir problemas serios si las condiciones actuales prevalecen. De aquí el fuerte incremento al número de calificación.
20	Excesiva.	El sistema tiene problemas. Estas condiciones causarán una pérdida grave en la inyectabilidad, o una corrosión seria, o ambas cosas si prevalecen. De aquí el número intencionalmente alto de calificación.

BIBLIOGRAFIA:.-

- 1.- Betz, L.D. and W.H. Betz Handbook of Industrial Water Conditioning. W.H. and L.D. Betz. Chemical Engineers-Ed. Limusa, Wiley. (1973)
- 2.- Handbook of API for Recovery Secondary,(1978)
- 3.- Uhling,H.H. \* The Corrosion Handbook \* John W. Sons - Inc. N.Y. (1973)
- 4.- API, Recommended Practice for Analysis of Oil- Field-Waters. API RP 45, first edition, Nov. (1965).



La forma de utilizar la tabla I y II es de la siguiente manera:

Con los valores de la pendiente de la gráfica de velocidad de filtración contra mililitros acumulados ver en que límites cae, en la parte superior se encuentra un número que es el que se usa en la tabla II, donde se explican las condiciones del sistema.

Lo anteriormente mencionado se hace con las demás características como son:

- Aumento total de sulfuro
- Aumento en la cuenta de fierro
- Colonias de bacterias reductoras de sulfatos/ml
- Cuenta total de colonias bacterianas/ ml

En vista de que la inyección de estos pozos para la recuperación secundaria es relativamente reciente, los tres últimos puntos de la tabla I no son tomados en cuenta.



**Impresiones Lupita**

MEDICINA No. 25  
FRACC. COPILCO UNIVERSIDAD  
CIUDAD UNIVERSITARIA, D. F.  
TEL. 548-49-79