

ESTANDARIZACIÓN DEL TRATAMIENTO IMPLEMENTADO PARA LA  
RECUPERACIÓN DE CRUDO A PARTIR DE FLUIDO FUERA DE  
ESPECIFICACIONES EN LA ESTACIÓN “A” DE UN CAMPO SITUADO EN EL  
MUNICIPIO DE PUERTO GAITÁN

NATALIA PAOLA PARRA REYES

ANDERSSON SNEYDER STERLING TORRES

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA  
FACULTAD DE INGENIERÍAS  
PROGRAMA DE INGENIERÍA DE PETRÓLEOS  
BOGOTÁ, D.C  
2020

ESTANDARIZACIÓN DEL TRATAMIENTO IMPLEMENTADO PARA LA  
RECUPERACIÓN DE CRUDO A PARTIR DE FLUIDO FUERA DE  
ESPECIFICACIONES EN LA ESTACIÓN “A” DE UN CAMPO SITUADO EN EL  
MUNICIPIO DE PUERTO GAITÁN

NATALIA PAOLA PARRA REYES

ANDERSSON SNEYDER STERLING TORRES

Proyecto integral de grado para optar el título de:

INGENIERO DE PETRÓLEOS

Director:

SERGIO ANDRES BONILLA VELANDIA

Ingeniero Químico

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA  
FACULTAD DE INGENIERÍAS  
PROGRAMA DE INGENIERÍA DE PETRÓLEOS  
BOGOTÁ, D.C  
2020

Nota de aceptación

---

---

---

---

---

---

---

Ing. Johana Romero  
Jurado 1

---

Ing. Oscar Méndez  
Jurado 2

Bogotá D. C. Enero de 2020.

## **DIRECTIVAS DE LA UNIVERSIDAD**

Presidente de la Universidad y Rector del Claustro:

**Dr. MARIO POSADA GARCIA-PEÑA.**

Vicerrector de Desarrollo y Recursos Humanos:

**Dr. LUIS JAIME POSADA GARCIA-PEÑA.**

Vicerrectora Académica y de Posgrados (e):

**Dra. ALEXANDRA MEJÍA GUZMAN.**

Decano Facultad de Ingeniería:

**Dr. JULIO CESAR FUENTES ARISMENDI.**

Director Programa de Ingeniería de Petróleos:

**Ing. JUAN CARLOS RODRIGUEZ ESPARZA.**

Las directivas de la Universidad de América, los jurados calificadores y el cuerpo docente no son responsables por los criterios e ideas expuestas en el presente documento. Estos corresponden únicamente a los autores.

## **DEDICATORIA**

*A mis padres que siempre han hecho todo por darme lo mejor y con su amor, esfuerzo, dedicación, sus consejos y apoyo incondicional han logrado hacer de mí lo que soy hoy en día.*

*A mi hermano, quien es mi motivación para ser un buen ejemplo y buscar ser siempre mejor.*

*A toda mi familia y personas especiales en mi vida, por hacer parte de ella, por su apoyo y por impulsarme a tomar las decisiones que hasta hoy me tienen acá.*

*A mi compañero de trabajo Andersson Sterling por su dedicación y apoyo a lo largo de la construcción de este proyecto de grado. Gracias.*

**NATALIA PAOLA PARRA REYES**

## **DEDICATORIA**

*A Dios, por brindarme sabiduría y fortaleza para lograr cada una de los propósitos trazados a lo largo del desarrollo de mi carrera profesional.*

*A mis padres, Carlos Reider Sterling Torres y mi madre Ruby Esperanza Torres Vargas, que con su amor, apoyo y esfuerzo en los distintos momentos de esta etapa, permitieron cumplir este gran sueño de ser Ingeniero de Petróleos.*

*A mi hermano Reider Sebastián Sterling Torres, por su apoyo y motivación en las diferentes instancias de este camino.*

*A mi compañera Natalia Paola Parra Reyes, por su constancia y determinación en la realización del presente proyecto de grado. Gracias.*

**ANDERSSON SNEYDER STERLING TORRES**

## **AGRADECIMIENTOS**

*A la empresa CEPESA Colombia S.A. por permitirnos desarrollar este trabajo de grado y brindarnos el apoyo y la asesoría necesaria para lograr la culminación del proyecto.*

*A nuestro Director, el Ingeniero Sergio Andrés Bonilla por brindarnos la oportunidad de realizar este trabajo de grado, por el tiempo dedicado, por su amabilidad y disposición, por su orientación y guía, por ofrecernos su conocimiento y experiencia a fin de cumplir los objetivos propuestos.*

*A los Ingenieros Andrés Carvajal, Juan Carlos Soler y demás personal de la compañía por su asesoría a lo largo de la construcción de este proyecto.*

*A las directivas, cuerpo docente y personal administrativo de la Fundación Universidad de América por el apoyo y capacitación recibida durante toda la carrera.*



## CONTENIDO

	pág.
<b>INTRODUCCIÓN</b>	27
<b>1. MARCO TEÓRICO</b>	30
1.1 FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA DEL TRATAMIENTO DE EMULSIONES	30
1.1.1 Emulsión	30
1.1.2 Tipos de emulsiones	30
1.1.2.1 Según su naturaleza	30
1.1.2.2 Según su estabilidad	31
1.1.3 Estabilidad de las emulsiones	31
1.1.3.1 Sedimentación inversa (Creaming)	31
1.1.3.2 Acumulación	31
1.1.3.3 Coalescencia	32
1.1.4 Técnicas para el tratamiento de emulsiones	32
1.1.4.1 Desestabilización (Coagulación)	32
1.1.4.2 Coalescencia (Floculación)	32
1.1.4.3 Separación Gravitacional (Sedimentación inversa)	32
1.1.5 Métodos para el tratamiento de emulsiones	32
1.1.5.1 Calentamiento	33
1.1.5.2 Tratamiento Químico	33
1.1.5.3 Tiempo de retención	34
1.2 ESTANDARIZACIÓN DE PROCESOS	34
1.2.1 Definición de estandarización de procesos	34
1.2.2 Gestión por procesos para la estandarización	35
1.2.2.1 Modelo de gestión para la estandarización	35
1.2.2.2 Procesos y sus elementos	36
1.2.3 Sistematización y mejora de procesos	38
1.2.3.1 Herramientas para la documentación y representación de proceso	38
1.2.4 Puesta en operación del proceso y su validación	39
1.2.4.1 Implementación	40
1.2.4.2 Validación	40
<b>2. METODOLOGÍA Y DATOS</b>	41
2.1 DISEÑO DEL MANUAL DE OPERACIONES PARA EL TRATAMIENTO DE CRUDO A PARTIR DE FFE EN LA ESTACIÓN “A”	41
2.1.1 Procesos para el tratamiento de FFE	42
2.1.2 Componentes del sistema	42
2.1.2.1 Técnicas de muestreo	46
2.1.2.2 Caracterización de las muestras	47
2.1.2.3 Pruebas de botella	47
2.1.3 Personal responsable de la operación	48
2.1.4 Puesta en operación	48

2.2 CARACTERIZACIÓN DE MUESTRAS DE FFE MEDIANTE PRUEBAS DE LABORATORIO	53
2.2.1 Selección de las muestras	53
2.2.2 Pruebas de laboratorio	54
2.2.2.1 Densidad relativa y gravedad API	54
2.2.2.2 Corrección de gravedad API por tablas	57
2.2.2.3 Corrección de gravedad API por ecuación Sonny V. Keaves	57
2.2.2.4 Contenido de agua y sedimentos (%BS&W)	59
2.2.2.5 Contenido de Agua por destilació	60
2.2.3 Pruebas de botella	63
2.2.3.1 Mediciones THIEF	64
2.3 VALIDACIÓN DE LA ESTANDARIZACIÓN	65
2.4 CUANTIFICACIÓN DE VOLUMEN DE FFE ALMACENADO EN LA ESTACIÓN “A”	65
2.5 EVALUACIÓN FINANCIERA	70
<b>3. RESULTADOS Y ANÁLISIS</b>	<b>73</b>
3.1 PRUEBAS DE LABORATORIO	73
3.1.1 Determinación de gravedad API	73
3.1.1.1 Resultados corrección de gravedad API por tablas	75
3.1.1.2 Resultados corrección de gravedad API por ecuación Sonny V. Keaves	78
3.1.2 Determinación %BS&W	81
3.1.3 Contenido de agua por destilación	83
3.1.4 Pruebas de botella	83
3.3 RESULTADOS CRUDO RECUPERADO A TRAVÉS DE LA PRUEBA PILOTO	91
3.4 PROYECCIÓN DEL VOLUMEN TOTAL DE CRUDO RECUPERABLE	96
3.5 ANÁLISIS FINANCIERO	98
3.5.1 Costos	98
3.5.1.1 Costos escenario 1	98
3.5.1.2 Costos escenario 2	100
3.5.1.3 Costos escenario 3	102
3.5.2 Beneficio	102
3.5.2.1 Beneficios escenario 1	102
3.5.2.2 Beneficios escenario 2	103
3.5.3 Tasa interna de oportunidad (TIO)	104
3.5.4 Indicador relación beneficio costo (B/C)	104
3.5.4.1 Indicador relación beneficio costo, escenario 1	104
3.5.4.2 Indicador relación beneficio costo, escenario 2	106
3.5.5 Indicador de Valor Presente Neto (VPN)	108
3.5.5.1 Valor presente neto, escenario 1, planeación a 5 años	108
3.5.5.2 Valor presente neto, escenario 2, planeación a 5 años	109
<b>4. CONCLUSIONES</b>	<b>112</b>

<b>5. RECOMENDACIONES</b>	114
<b>BIBLIOGRAFÍA</b>	115
<b>ANEXOS</b>	119

## LISTA DE CUADROS

	pág.
<b>Cuadro 1.</b> Símbolos básicos para la elaboración de diagramas de flujo	39
<b>Cuadro 2.</b> Recomendaciones para la elaboración de diagramas de flujo	39
<b>Cuadro 3.</b> Aspectos técnicos para Frac Tanks	44
<b>Cuadro 4.</b> Aspectos técnicos para tanques de almacenamiento	44
<b>Cuadro 5.</b> Aspectos técnicos para skimming tanks	45
<b>Cuadro 6.</b> Aspectos técnicos Intercambiador de calor 1102A	45
<b>Cuadro 7.</b> Aspectos técnicos bombas centrifugas	46
<b>Cuadro 8.</b> Niveles para la toma de muestras puntuales en tanques	53
<b>Cuadro 9.</b> Variables empleadas para el cálculo de porcentaje de error	58
<b>Cuadro 10.</b> Convenciones para la corrección de gravedad API por tablas	75

## LISTA DE DIAGRAMAS

	pág.
<b>Diagrama 1.</b> Representación esquemática de un proceso	37
<b>Diagrama 2.</b> Diagrama de flujo para el tratamiento químico y térmico de FFE	49
<b>Diagrama 3.</b> Diagrama de flujo para la determinación de gravedad API, técnica con picnómetro.	55
<b>Diagrama 4.</b> Diagrama de flujo para la determinación de gravedad API, técnica con hidrómetro.	56
<b>Diagrama 5.</b> Diagrama de flujo para la determinación de %BS&W.	60
<b>Diagrama 6.</b> Diagrama de flujo para la determinación de contenido de agua por destilación.	62
<b>Diagrama 7.</b> Diagrama de flujo para la realización de pruebas de botella.	64

## LISTA DE ECUACIONES

	pág.
<b>Ecuación 1.</b> Determinación densidad relativa	56
<b>Ecuación 2.</b> Determinación gravedad API	56
<b>Ecuación 3.</b> Ecuación Sonny V. Keaves	58
<b>Ecuación 4.</b> Estimación gravedad API	58
<b>Ecuación 5.</b> Determinación %BS&W	60
<b>Ecuación 6.</b> Determinación del contenido de agua	63
<b>Ecuación 7.</b> Razón convencional de la Relación Beneficio/Costo	70
<b>Ecuación 8.</b> Valor presente neto	71
<b>Ecuación 9.</b> Tasa interna de oportunidad	72
<b>Ecuación 10.</b> Cálculo tasa interna de oportunidad	104
<b>Ecuación 11.</b> Cálculo relación beneficio costo, escenario 1, según prueba piloto	105
<b>Ecuación 12.</b> Calculo relación beneficio costo, escenario 1, planeación a 5 años	106
<b>Ecuación 13.</b> Cálculo relación beneficio costo, escenario 2, según prueba piloto	107
<b>Ecuación 14.</b> Calculo relación beneficio costo, escenario 2, planeación a 5 años	108
<b>Ecuación 15.</b> Cálculo VPN, escenario 1, planeación a 5 años	109
<b>Ecuación 16.</b> Cálculo VPN, escenario 2, planeación a 5 años	110
<b>Ecuación 17.</b> Determinación de volumen de demulsificante	189

## LISTA DE FIGURAS

	pág.
<b>Figura 1.</b> Layout Estación "A"	43
<b>Figura 2.</b> Representación esquemática del proceso para el tratamiento químico y térmico de FFE (Diagrama General)	50
<b>Figura 3.</b> Puntos para la toma de muestras en tanques	54
<b>Figura 4.</b> Flujo de caja, escenario 1	106
<b>Figura 5.</b> Flujo de caja, escenario 2	108

## LISTA DE GRÁFICAS

	pág.
<b>Gráfica 1.</b> Volumen de FFE Adicionado, Tratado, Recuperado y Almacenado en el 2017	68
<b>Gráfica 2.</b> Volumen de FFE Adicionado, Tratado, Recuperado y Almacenado en el 2018	69
<b>Gráfica 3.</b> Volumen de FFE Adicionado, Tratado, Recuperado y Almacenado en el 2019	69
<b>Gráfica 4.</b> Agua separada (ml) Vs Tiempo (hr), TK-11-02A	85
<b>Gráfica 5.</b> Agua separada (ml) Vs Tiempo (hr), TK-11-02B	86
<b>Gráfica 6.</b> Agua separada (ml) Vs Tiempo (hr), TK-11-02D	87
<b>Gráfica 7.</b> Agua separada (ml) Vs Tiempo (hr), TK-11-03A	88
<b>Gráfica 8.</b> Balance de masa TK-11-02A	93
<b>Gráfica 9.</b> Balance de masa TK-11-02B	93
<b>Gráfica 10.</b> Balance de masa TK-11-02D	94
<b>Gráfica 11.</b> Balance de masa TK-11-03A	94
<b>Gráfica 12.</b> Panorama de recuperación de crudo actual Vs validación	96



## LISTA DE TABLAS

	pág.
<b>Tabla 1.</b> Métodos para lograr la desestabilización, coalescencia y separación gravitacional	33
<b>Tabla 2.</b> Volumen de FFE acumulado en la Estación "A"	66
<b>Tabla 3.</b> Histórico de Fluidos Fuera de Especificaciones en la Estación "A"	67
<b>Tabla 4.</b> Resultados procedimiento picnómetro	73
<b>Tabla 5.</b> Resultados densidad relativa, procedimiento picnómetro	74
<b>Tabla 6.</b> Resultados gravedad API, procedimiento picnómetro	74
<b>Tabla 7.</b> Resultados gravedad API, procedimiento hidrómetro	74
<b>Tabla 8.</b> Corrección gravedad API @ 68 °F por tablas TK-11-02A/B/D y TK-11-03A, procedimiento picnómetro	75
<b>Tabla 9.</b> Corrección gravedad API @ 68, 86, 104, 122 °F por tablas TK-11-02A, procedimiento hidrómetro	76
<b>Tabla 10.</b> Corrección gravedad API @ 68, 86, 104, 122 °F por tablas TK-11-02B, procedimiento hidrómetro	77
<b>Tabla 11.</b> Corrección gravedad API @ 68, 86, 104, 122 °F por tablas TK-11-02D, procedimiento hidrómetro	77
<b>Tabla 12.</b> Corrección gravedad API @ 68, 86, 104, 122 °F por tablas TK-11-03A, procedimiento hidrómetro	78
<b>Tabla 13.</b> Corrección gravedad API, por temperatura mediante Ecuación Sonny V Keaves, para cada una de las muestras de FFE, procedimiento picnómetro	78
<b>Tabla 14.</b> Corrección gravedad API, por temperatura mediante Ecuación Sonny V Keaves, para cada una de las muestras de FFE, procedimiento hidrómetro	79
<b>Tabla 15.</b> Gravedad API estimada, procedimiento picnómetro	79
<b>Tabla 16.</b> Gravedad API estimada, procedimiento hidrómetro	80
<b>Tabla 17.</b> Resultados prueba con centrifuga	81
<b>Tabla 18.</b> Resultados contenidos de agua por destilación	83
<b>Tabla 19.</b> Caracterización tanques TK-11-02A/B/D y TK-11-03A	83
<b>Tabla 20.</b> Resultados Pruebas de Botella	84
<b>Tabla 21.</b> Productos Seleccionados para el tratamiento químico	89

<b>Tabla 22.</b> Resultados mediciones THIEF	89
<b>Tabla 23.</b> Resultados validación a través de la implementación del manual de operaciones	91
<b>Tabla 24.</b> Balance de masa según prueba piloto	92
<b>Tabla 25.</b> Factor de recuperación actual y de validación	95
<b>Tabla 26.</b> Proyección de tratamiento ideal para evacuar volumen de FFE almacenado en la Estación “A”	97
<b>Tabla 27.</b> Costos asociados al tratamiento químico escenario 1	99
<b>Tabla 28.</b> Costos de mano de obra escenario 1	99
<b>Tabla 29.</b> Costos de operación escenario 1	99
<b>Tabla 30.</b> Costos de mantenimiento y operación CMO, escenario 1	100
<b>Tabla 31.</b> Costos de inversión, escenario 2	100
<b>Tabla 32.</b> Costos asociados al tratamiento químico escenario 2	101
<b>Tabla 33.</b> Costos de mano de obra escenario 2	101
<b>Tabla 34.</b> Costos de operación escenario 2	101
<b>Tabla 35.</b> Costos de mantenimiento y operación CMO, escenario 2	102
<b>Tabla 36.</b> Costo de tratamiento de FFE, con empresa externa	102
<b>Tabla 37.</b> Beneficios positivos (B+), escenario 1	102
<b>Tabla 38.</b> Beneficios negativos (B-), escenario 1	103
<b>Tabla 39.</b> Beneficios positivos, Escenario 2	103
<b>Tabla 40.</b> Beneficios negativos (B-), escenario 2	104
<b>Tabla 41.</b> Beneficios y costos, escenario 1, según prueba piloto	105
<b>Tabla 42.</b> Beneficios y costos, escenario 1, planeación a 5 años	105
<b>Tabla 43.</b> Beneficios y costos, escenario 1, según prueba piloto	107
<b>Tabla 44.</b> Beneficios y costos, escenario 2, planeación a 5 años	107
<b>Tabla 45.</b> Datos para el cálculo de VPN, escenario 1, planeación a 5 años	109
<b>Tabla 46.</b> Datos para el cálculo de VPN, escenario 2, planeación a 5 años	109
<b>Tabla 47.</b> Resultados indicador financiero B/C, escenarios 1 y 2, según prueba piloto	110

<b>Tabla 48.</b> Resultados indicadores financieros B/C y VPN, escenarios 1 y 2, planeación a 5 años	111
<b>Tabla 49.</b> Formato de registro para el desarrollo de pruebas de botella	190

## LISTA DE ANEXOS

	pág.
<b>Anexo A.</b> Manual de operaciones para la recuperación de crudo a partir de FFE	120
<b>Anexo B.</b> Norma D4057-06. Práctica estándar para la toma de muestras manuales de petróleo y productos derivados del petróleo	129
<b>Anexo C.</b> Procedimiento y norma ASTM D70-18a, Método de prueba estándar para densidad relativa método de picnómetro	147
<b>Anexo D.</b> Procedimiento y norma ASTM D1298-12b, Método de prueba estándar para densidad, densidad relativa o gravedad API del petróleo y productos de petróleo líquidos por hidrómetro	153
<b>Anexo E.</b> Procedimiento y norma ASTM D4007-11, Método de prueba estándar para agua y sedimentos en petróleo por el método de centrifugación	162
<b>Anexo F.</b> Procedimiento y norma ASTM D4006-16, Método de prueba estándar para agua en petróleo crudo por destilación	176
<b>Anexo G.</b> Procedimiento empleado para la realización de Pruebas de Botella	189

## ABREVIATURAS

°: grados.

%: porcentaje.

$\gamma$ : densidad relativa o gravedad específica.

$\mu\text{L}$ : micro litros.

°API: gravedad API (American Petroleum Institute).

°API<sub>est</sub>: gravedad API estimada.

°API<sub>CEC</sub>: gravedad API corregida por ecuación.

°API<sub>tablas</sub>: gravedad API corregida por tablas.

°API<sub>obs</sub>: gravedad API observada.

**ASTM**: sociedad americana para pruebas y materiales (American Society for Testing and Materials).

**ATM**: atmosférico.

**Bbls**: barriles.

%**BS&W**: contenido de agua y sedimentos (Basic Sediment and Water).

**B/C**: relación beneficio costo.

**B<sup>+</sup>**: beneficios positivos.

**B<sup>-</sup>**: beneficios negativos.

**DTF**: depósito a término fijo.

°**C**: grados centígrados.

**CMO**: costos de mantenimiento y operación.

**FFE**: fluido fuera de especificaciones.

**FR**: factor de recuperación.

**°F:** grados Fahrenheit.

**$F_t$**  : ingresos.

**gal:** galones.

**Gpm:** galones por minuto.

**hr:** horas.

**$i$**  : tasa interna de oportunidad (TIO).

**$i_f$** : interés financiero.

**I:** inversión.

**ISO:** organización internacional de normalización (International Organization for Standardization).

**L:** litros.

**$m_{\text{pic+crudo}}$** : masa picnómetros más muestra de crudo.

**$m_{\text{pic vacio}}$** : masa picnómetro vacío.

**$m_{\text{pic+H}_2\text{O}}$** : masa picnómetros más agua.

**OD:** diámetro externo.

**Ppm:** partes por millón.

**Psig:** libra por pulgada cuadrada manométrica (Pound per square inch gauge).

**$t$**  : número de periodos.

**$T_{\text{°F obs}}$** : temperatura observada.

**TIO:** tasa interna de oportunidad.

**$V_{\text{H}_2\text{O}}$**  : volumen de agua.

**$V_{\text{muestra}}$** : volumen de muestra.

**VPN:** valor presente neto.

## GLOSARIO

**BIORREMEDIACIÓN:** es el proceso natural por el cual los microorganismos degradan o alteran moléculas orgánicas transformándolas en moléculas más pequeñas y no tóxicas.

**BORRA:** residuo que se genera en el almacenamiento y tratamiento de productos derivados del petróleo en tanques de almacenamiento. Se caracterizan por ser un lodo aceitoso, de compleja remoción de los tanques y por ser difícilmente aprovechable, debido a su composición que causa taponamiento e inadecuada operación de oleoductos.

**CÁNULA:** son tubos de acero inoxidable o de teflón acabados en punta de aguja por los dos lados y que se usan para trasvasar líquidos entre recipientes que están en atmósfera inerte. La longitud y el diámetro de la cánula dependerá del volumen del líquido a transferir.

**CRUDO:** término general para describir el petróleo sin refinar o petróleo líquido.

**DEMULSIFICANTE:** producto químico a base de solventes y resinas el cual es soluble en crudo y ataca la emulsión presente en fluidos.

**DESTILACIÓN:** es una técnica que permite separar mezclas, comúnmente líquidas, de sustancias que tienen distintos puntos de ebullición.

**ESCOTILLA:** son accesorios diseñados para proveer acceso al interior de tanques de almacenamiento para tomar muestras de producto, medición de nivel y temperatura.

**FFE:** es denominado por la compañía como Fluido Fuera de Especificaciones, a todo fluido que no alcanza parámetros de calidad establecidos por la operadora, los cuales son generados a partir del proceso diario llevado en las facilidades para el tratamiento del fluido de producción, es decir, fluidos que sobrepasan límites establecidos de contenido de sólidos y/o agua, además de fluidos externos de procesos que se incorporan al pasivo tales como estimulaciones de pozos, fluidos de procesos Workover y Well Service, etc.

**HIDRÓMETRO:** instrumento utilizado para la medición de la densidad de líquidos y sólidos. Utiliza el principio de flotación de Arquímedes en la medición.

**MICROPIPETA:** es un instrumento de laboratorio empleado para absorber y transferir pequeños volúmenes de líquidos y permitir su manejo en las distintas técnicas científicas.

**PICNÓMETRO:** instrumento hecho de vidrio el cual tiene un tapón de vidrio de ajuste junto con un tubo capilar que permite que el aire pase a través del aparato. Su característica principal es la de mantener un volumen fijo al colocar diferentes líquidos en su interior, esto permite comparar las densidades de dos líquidos pesando el picnómetro con cada líquido por separado y comparando sus masas.

**THIEF:** muestra tomada a determinada altura de la interfase agua crudo que sirve para conocer el porcentaje de agua en el crudo y así determinar el secado del demulsificante.

**WELL SERVICE:** los procedimientos de mantenimiento realizados en un pozo de petróleo o gas después de que el pozo se haya completado y la producción del yacimiento haya comenzado. Las actividades de servicio de pozos generalmente se realizan para mantener o mejorar la productividad del pozo. Aplicaciones con tubería flexible se realizan para evaluar o monitorear el desempeño del pozo.

**WORKOVER:** la reparación o estimulación de un pozo de producción existente con el propósito de restaurar, prolongar o mejorar la producción de hidrocarburos.



## RESUMEN

La presencia de emulsiones en el crudo trae como consecuencia la necesidad de recurrir a diversos procesos para su tratamiento, lo cual implica en muchas ocasiones, grandes inversiones de capital por parte de las compañías operadoras. Con base en esta premisa y a raíz de la acumulación en la Estación "A" de fluidos altamente emulsionados cuyo parámetro de %BS&W supera el 0,5% permisible para el transporte en oleoductos, denominados fluidos fuera de especificaciones (FFE), se plantea a través del presente proyecto de grado, la estandarización del tratamiento químico y térmico aplicado a dichos fluidos, a partir de la realización de un manual de procesos base en función de las facilidades, equipos y química disponible en la Estación "A". La validación del proyecto se llevó a cabo a partir de la caracterización de muestras de FFE correspondientes a los tanques TK 1102A/B/D y 1103 A, las cuales se ejecutaron en laboratorio bajo las normas ASTM D70-18a, ASTM D1298-12b, ASTM D4007-11, ASTM D4006-16; Adicionalmente, se realizaron pruebas de botella y la posterior aplicación en campo (Estación "A") del *Manual de Operaciones para la Recuperación de Crudo a partir de FFE* propuesto en el presente proyecto, a partir del cual se realizó el tratamiento de 4.139,56 Bbls de FFE almacenado, obteniendo como resultado un incremento en el factor de recuperación de crudo del 11% respecto al tratamiento previo a la estandarización, representando para la compañía 26.205,3 USD ingresos adicionales. Finalmente, de acuerdo al análisis financiero del proyecto, la estandarización del proceso planteada representará 216.212,4 USD adicionales de valor presente neto y una rentabilidad del 297% extra para la compañía, respecto al tratamiento no estandarizado en un escenario de planeación a 5 años.

**Palabras claves:** Tratamiento, Recuperación Crudo, Fluido Fuera Especificaciones, Estandarización, Puerto Gaitán.

## ABSTRACT

The presence of emulsions in crude oil brings as a consequence the need to resort to various processes for their treatment, which in many cases implies large capital investments by the operating companies. Based on this premise and because of the accumulation in Station "A" of highly emulsified fluids whose %BS&W parameter exceeds the 0,5% allowable for transport in pipelines, called fluids outside specifications (FFE), it is raised through the present degree project, the standardization of chemical and thermal treatment applied to those kind of fluids, from the realization of a manual of basic processes based on the facilities, equipment and chemistry available in Station "A". The validation of the project was carried out based on the characterization of FFE samples corresponding to the TK 1102A/B/D and 1103 A tanks, which were executed in the laboratory under the standards ASTM D70-18a, ASTM D1298-12b, ASTM D4007-11, ASTM D4006-16; Additionally, bottle tests and subsequent field application (Station "A") of the *Operations Manual for the Recovery of Crude from FFE* proposed in this project were carried out, with the treatment of 4.139,56 Bbls, obtaining as a result an increase in the crude recovery factor of 11% compared to the treatment prior to standardization, representing additional income for the company 26.205,3 USD. Finally, according to the financial analysis of the project, the standardization of the proposed process will represent an additional 216.212,4 USD of net present value and an extra 297% return for the company, compared to the non-standardized treatment in a 5-years planning scenario.

**Keywords:** Treatment, Crude Recovery, Fluid Out Specifications, Standardization, Puerto Gaitán.

## INTRODUCCIÓN

El mantenimiento regular de decantadores y tanques usados para almacenamiento y bombeo de crudo, así como el proceso de tratamiento del agua producida en la estación, trabajos Workover, Well Service, limpieza de contrapozos, entre otras actividades, requieren de la extracción y posterior procesamiento de cantidades importantes de fluidos fuera de especificaciones (FFE). Teniendo en cuenta los problemas operativos que genera dicho almacenamiento, además de la peligrosidad de estos residuos, eventualmente las compañías se ven obligadas a realizar una importante inversión para el transporte y disposición final de estos.

Como alternativa a la disposición final de los fluidos fuera de especificaciones generados en las facilidades de Cepsa Colombia, a finales del año 2016, por iniciativa de los ingenieros del área ambiental se realizan las primeras pruebas para tratar dichos fluidos almacenados en la estación, con el fin de reducir pasivos y aprovechar crudo recuperable. Desde febrero de 2017 hasta la fecha se inicia el tratamiento de FFE de manera constante centrados en el área de los tanques 1.500 y skimming tanks de la Estación "A", realizando el tratamiento basado en la aplicación de productos químicos, tiempo de residencia y temperatura, sin embargo, factores técnicos como la salida a mantenimiento de equipos esenciales para el tratamiento como el intercambiador de calor, además del daño estructural de la piscina de biorremediación influyeron en conjunto para que se redujera la capacidad de manejo del fluido fuera de especificaciones y por tanto se tuviera que realizar una pausa en el proyecto de tratamiento, todo esto, sumado a factores de gestión como la adición de fluidos externos al proceso (estimulaciones de pozos, workover, entre otros), además de la falta de un procedimiento base que permita realizar el tratamiento de manera estándar, han resultado en una condición donde, por 650 Bbls de FFE generados mensualmente, únicamente 437 Bbls son tratados, por tanto, con una tasa de tratamiento de FFE menor a la de generación, se adiciona mensualmente mayor cantidad de fluidos al pasivo que a septiembre del 2018 supera los 13.700 Bbls.

Teniendo en cuenta que la acumulación de fluidos fuera de especificaciones en la estación trae como consecuencia un stock alto de fluidos y por tanto una disminución de la capacidad operativa de la estación, se plantea la estandarización del tratamiento de fluidos fuera de especificaciones (FFE) en la Estación "A", con base en los equipos, procesos, normativas, personal y elementos que hacen parte del desarrollo del tratamiento de estos fluidos.

Para establecer la estandarización del tratamiento a FFE en la Estación "A", la metodología planteada abarca el desarrollo y diseño de un manual de operaciones en el que se incluye cada uno de los elementos involucrados en el tratamiento, desde componentes, procesos para el tratamiento de FFE, técnicas de muestreo, caracterización de muestras, pruebas de botella, personal responsable, hasta la puesta en operación del procedimiento. Así como, del uso de herramientas visuales

tales como diagramas de flujo y esquemas de proceso, en los que se ilustra de manera práctica cada una de las actividades requeridas. Adicionalmente, se propone la validación del procedimiento establecido mediante su implementación en campo a través de una prueba piloto en la que se haga uso de los resultados obtenidos en pruebas de laboratorio para la caracterización de muestras de crudo de acuerdo con las siguientes designaciones de normatividad: ASTM D70-18a (Método de prueba estándar para densidad relativa método de picnómetro), ASTM D1298-12b (Método de prueba estándar para densidad, densidad relativa o gravedad API del petróleo y productos de petróleo líquidos por hidrómetro), ASTM D4007-11 (Método de prueba estándar para agua y sedimentos en petróleo por el método de centrifugación), ASTM D4006-16 (Método de prueba estándar para agua en petróleo crudo por destilación) y pruebas de botella para la identificación del agente demulsificante más apropiado para ser utilizado en el tratamiento de los FFE.

Finalmente, de acuerdo con los datos generados en la validación, reconocer el volumen y factor de crudo recuperado, proyección total de fluido recuperable en la estación y beneficio económico según análisis financiero de la relación costo/beneficio.

El objetivo general de este proyecto de grado es estandarizar el tratamiento implementado para la recuperación de crudo a partir de fluido fuera de especificaciones en la Estación "A" de un campo situado en el municipio de Puerto Gaitán. Los objetivos específicos son:

1. Describir las generalidades del tratamiento de los fluidos fuera de especificaciones, haciendo énfasis en el funcionamiento de cada uno de los equipos y facilidades dispuestos en la Estación "A".
2. Describir los fundamentos teóricos para la estandarización de procesos operacionales.
3. Estandarizar los procesos operacionales para el manejo de fluidos fuera de especificaciones en la Estación "A", estableciendo un manual de operaciones para su tratamiento.
4. Caracterizar los fluidos fuera de especificaciones almacenados en la Estación "A" mediante análisis de muestreo puntual y pruebas de laboratorio.
5. Validar la estandarización aplicada a partir de una implementación en campo del procedimiento base propuesto, proyectando el volumen total de crudo recuperable en la estación.

6. Evaluar financieramente la estandarización del tratamiento de fluidos fuera de especificaciones realizado en el presente proyecto mediante el indicador financiero de relación Costo/Beneficio.

La estandarización del tratamiento de Fluidos Fuera de Especificaciones (FFE) en la Estación "A", permitirá a la compañía CEPESA Colombia contar con un modelo de tratamiento continuo que contribuya a la reducción progresiva de FFE acumulado hasta la fecha. Adicionalmente, la recuperación de crudo dada a partir de este tratamiento, generará un aumento diario en el volumen de crudo fiscalizado y mejorará el desarrollo de las operaciones de tratamiento en la estación, mediante la optimización de los procesos. Lo cual, se verá reflejando en menores pérdidas de producción, equilibrio en la relación de fluidos generados y tratados en sitio e ingresos adicionales para la compañía.

## 1. MARCO TEÓRICO

En el siguiente capítulo se dará a conocer principios teóricos que fundamentan el presente proyecto, abarcando temas relacionados en cuanto a la formación, estabilidad y tratamientos de emulsiones. Seguido, de la exposición de aspectos a considerar para el óptimo desarrollo de la estandarización de procesos operativos.

### 1.1 FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA DEL TRATAMIENTO DE EMULSIONES

En la medida en la que los fluidos fuera de especificaciones son fundamentalmente emulsiones agua/aceite, es necesario conocer los conceptos básicos y métodos para el tratamiento de este tipo de fluidos, pues facilitarán la comprensión de las secciones contenidas en este proyecto.

**1.1.1 Emulsión.** Según Abdurahmanab et al<sup>1</sup>, una emulsión es un sistema coloidal constituido por una mezcla de dos fluidos inmiscibles, que en condiciones normales no se mezclan, uno de los cuales se encuentra disperso como gotas en el otro, y su estabilizador es un agente emulsionante.

**1.1.2 Tipos de emulsiones.** Las emulsiones pueden ser clasificadas de acuerdo a su naturaleza, estabilidad o tiempo de formación como se expresa a continuación:

**1.1.2.1 Según su naturaleza.** De acuerdo con Ortiz y Zabala<sup>2</sup>, es posible reconocer tres tipos de emulsiones según la fase continua y dispersa de la emulsión, así:

- Normales o directas (W/O). Corresponde a aquella en la cual la fase continua es el aceite y la fase dispersa es el agua (90% de los casos).
- Inversas (O/W). Se caracteriza por tener como fase continua el agua y la fase dispersa el aceite, en la mayoría de los casos, consiste en gotas finas de aceite crudo rodeadas por una ligera película de agua.

---

<sup>1</sup> ABDURAHMANAB, HN; KHOLIJAHA, AMS y NURAINIA, M. Effect of chemical breaking agents on water-in-crude oil emulsion system, Citado por PEREIRA, Juan C y VELAZQUEZ, Ingrid. *Emulsiones de agua en crudo. Aspectos generales*. [En línea]. Carabobo: Revista INGENIERÍA UC, 2014. Vol. 21. p. 2. ISSN 1316-6832. [Consultado 8 de agosto de 2019]. Disponible en: <https://www.redalyc.org/pdf/707/70732643007.pdf>

<sup>2</sup> ORTIZ RAMOS, Sandra Viviana y ZABALA GARCÉS, Wilson Andrés. Diseño de las principales facilidades de superficie para la deshidratación del crudo proveniente de la formación San Fernando a escala piloto. [En línea]. Trabajo de grado Ingeniero de Petróleos. Bucaramanga.: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas, 2009. p. 7. [Consultado 8 de agosto de 2019]. Disponible en: <https://docplayer.es/42644674-Diseno-de-las-principales-facilidades-de-superficie-para-la-deshidratacion-del-crudo-proveniente-de-la-formacion-san-fernando-a-escala-piloto.html>

- Triples o complejas (O/W/O o W/O/W). Suelen ser poco usuales, sin embargo, se pueden presentar en crudos muy pesados y viscosos acompañados de agua fresca y blanda.

**1.1.2.2 Según su estabilidad.** Según Pérez Melo<sup>3</sup>, termodinámicamente las emulsiones se caracterizan por ser inestables, a razón de su tendencia natural de separación en los sistemas líquido-líquido, por lo que eventualmente deben separarse en sus dos fases. A partir de ello, se pueden clasificar los tipos de emulsiones según su estabilidad como:

- Estables o Fuertes. Emulsión que tarda en separarse horas, días o incluso pueden no separarse por completo por segregación gravitacional.
- Medias. Una emulsión media se separa en 10 minutos o más por efecto de la gravedad.
- Débiles. Una emulsión débil es aquella que se separa en pocos minutos por acción de la gravedad al dejarla en reposo.

**1.1.3 Estabilidad de las emulsiones.** Según Schramm<sup>4</sup>, la estabilidad de una emulsión se rige por tres procesos y, además, depende de factores como la diferencia de densidades entre el agua y el aceite, el tamaño de las partículas de agua, la viscosidad, la tensión interfacial, la presencia y concentración de los agentes emulsionantes, salinidad del agua, edad de la emulsión y agitación entre otros.

**1.1.3.1 Sedimentación inversa (Creaming).** Las gotas de la emulsión suben o se asientan sin una coalescencia significativa (gota de menor densidad que la fase externa).

**1.1.3.2 Acumulación.** Los componentes retienen su identidad, pero pierden su independencia cinética, debido a que se mueve como una sola unidad.

---

<sup>3</sup> PÉREZ MELO, Isaac. Diseño y principios de operación de tratadores de emulsiones. [En línea]. Tesis Ingeniero Petrolero. Ciudad de México.: Universidad Nacional Autónoma de México. Facultad de ingeniería, 2016. p. 4. [Consultado 12 de agosto de 2019]. Disponible en: file:///E:/PROYECTO%20DE%20GRADO/TESIS/Dise%C3%B1o%20y%20principios%20de%20operaci%C3%B3n%20de%20Tratadores%20de%20Emulsiones.pdf

<sup>4</sup> SCHRAMM, Laurier L. *Emulsion Fundamentals and Applications in the Petroleum Industry*. [En línea]. Washington D.C: American Chemical Society, 1992. Vol. 231. p. 6. ISBN 9780841220065. [Consultado 15 de agosto de 2019]. Disponible en: <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/ba-1992-0231.ch001>

**1.1.3.3 Coalescencia.** Dos o más gotas se fusionan entre sí para formar una unidad más grande. Por otra parte, los componentes originales pierden su identidad y se convierten en uno nuevo.

**1.1.4 Técnicas para el tratamiento de emulsiones.** De acuerdo con Warren<sup>5</sup>, la separación de una emulsión formada por aceite y agua requiere por lo general de tres etapas básicas: Desestabilización (coagulación), coalescencia (floculación), y separación gravitacional (sedimentación inversa). Por lo cual, la selección de parámetros de operación y diseño, tasa de inyección de químicos apropiados, temperatura y presión de tratamiento, viscosidad de la fase continua, tamaño y diseño de equipos, así como los niveles de fluido; son factores que pueden incidir en la separación, por lo tanto, deben ser ajustados para la optimización de las etapas mencionadas.

**1.1.4.1 Desestabilización (Coagulación).** Hace referencia a contrarrestar el efecto de estabilización de los emulsionantes para desestabilizar la emulsión. Por lo general, es logrado por medio de calor o mediante la selección adecuada de un compuesto químico interfacialmente activo.

**1.1.4.2 Coalescencia (Floculación).** Tan pronto como las películas que cubrían las gotas de la fase dispersa han sido rotas o se han debilitado lo suficiente, las gotas deben agruparse para formar otras lo suficientemente grandes para salir de la fase continua. Esto se obtiene por colisiones mecánicas que son inducidas entre gotas o por sometimiento de la emulsión desestabilizada a un campo electrostático.

**1.1.4.3 Separación Gravitacional (Sedimentación inversa).** Finalmente, es importante contar con un periodo de asentamiento para permitir que las gotas se separen del aceite por gravedad. Para lo cual, es importante contar con suficiente tiempo de residencia y un patrón de flujo favorable en el tanque o equipo.

**1.1.5 Métodos para el tratamiento de emulsiones.** Aunque existen diversos métodos para la separación de emulsiones como se menciona en la **Tabla 1**. Se hará énfasis en los principales tres mecanismos para el tratamiento del crudo como son la temperatura, el tratamiento químico y el tiempo de residencia en los equipos.

---

<sup>5</sup> WARREN, Kenneth W. *Emulsion Treating*. En: ARNOLD, K.E. y LAKE, L.W. Petroleum Engineering Handbook, Facilities and Construction Engineering. Richardson, Texas: Society of Petroleum Engineering, 2007. Vol III. p. 65. ISBN 978-1-55563-116-1.



**Tabla 1.** Métodos para lograr la desestabilización, coalescencia y separación gravitacional.

<u>Desestabilización</u>	<u>Coalescencia</u>	<u>Separación Gravitacional</u>
Calentamiento	Calentamiento	Calentamiento
Químico	Agitación	Asentamiento Gravitacional
Destilación	Placas de coalescencia	Centrifugación
	Campo Electrostático	
	Lavado con Agua	
	Filtrado	
	Tiempo de residencia	
	Centrifugación	

**Fuente:** elaboración propia, con base en: PÉREZ MELO, Isaac. Diseño y principios de operación de tratadores de emulsiones. [En línea]. Tesis Ingeniero Petrolero. Ciudad de México.: Universidad Nacional Autónoma de México. Facultad de ingeniería, 2016. p. 19. [Consultado 12 de agosto de 2019]. Disponible en: file:///E:/PROYECTO%20DE%20GRADO/TESIS/Dise%C3%B1o%20y%20principios%20de%20operaci%C3%B3n%20de%20Tratadores%20de%20Emulsiones.pdf

**1.1.5.1 Calentamiento.** Según Warren<sup>6</sup>, el tratamiento de los fluidos a partir de la temperatura para las emulsiones de aceite crudo tiene como beneficio:

- Reducir la viscosidad del aceite, lo cual produce que las gotas de agua choquen con mayor fuerza y se asienten de manera más rápida.
- Incrementar el movimiento molecular de las gotas, lo cual promueve la coalescencia, ya que causa que las gotas de la fase dispersa choquen con mayor frecuencia.
- El calor puede reducir las propiedades del agente emulsionante, o mejorar la acción de los tratadores químicos, causando que el químico actúe de manera más rápida y eficiente para romper la película que rodea las gotas de la fase dispersa de la emulsión.
- Aumentar la diferencia de densidades entre el aceite y el agua, acelerando el asentamiento.

**1.1.5.2 Tratamiento Químico.** Los demulsificantes son compuestos químicos inyectados a las emulsiones de aceite crudo, con la finalidad de desestabilizar y aumentar la coalescencia de este tipo de fluidos. “El químico contrarresta el agente

<sup>6</sup> Ibid., p. 66.

emulsionante, permitiendo que las gotas de la emulsión coalescan en gotas más grandes, las cuales posteriormente se asentaran fuera de la matriz. Para separar el agua y el aceite debe haber un periodo de agitación continua y moderada de la emulsión para producir contacto entre las gotas de la fase dispersa y de esta manera lograr la coalescencia”<sup>7</sup>.

**1.1.5.3 Tiempo de retención.** Directamente relacionado con el asentamiento gravitacional. “Es el método más antiguo, simple y utilizado para el tratamiento de emulsiones de aceite crudo. La diferencia de densidades en el aceite y el agua es la que causa que el agua se asiente fuera del aceite por efectos de gravedad. En este caso la fuerza gravitacional es contrarrestada por una fuerza de arrastre ocasionada por el movimiento descendente de las gotas a través del aceite”<sup>8</sup>.

## 1.2 ESTANDARIZACIÓN DE PROCESOS

Es importante para el óptimo desarrollo de los procesos de una empresa, adecuar un sistema de gestión de la calidad por medio de la optimización de procesos, que permita establecer una adecuada y sincronizada red de actividades a ejecutar, en donde se incluyan: insumos, equipos y recurso humano involucrado; que permita lograr un mayor desempeño en la ejecución de actividades, reflejado en la consecución de resultados apropiados.

**1.2.1 Definición de estandarización de procesos.** “La estandarización de procesos es una forma sistémica de identificar, comprender y aumentar el valor agregado de los procesos de la empresa para cumplir con la estrategia del negocio y elevar el nivel de aceptación del resultado final. La gestión de procesos con base en la visión sistémica apoya el aumento de la productividad y el control de gestión para mejorar en variables claves, por ejemplo, tiempo, calidad y costo”<sup>9</sup>. Igualmente, según Ferón<sup>10</sup>, para la adecuada normalización de procesos, es conveniente para las empresas, planificar el modo en el que se establecen y difunden los procesos, para posteriormente, velar por su aplicación.

Con la identificación de procesos a intervenir para su posterior optimización, Carrasco Bravo<sup>11</sup> indica que, se favorece la identificación, medición, descripción y relación de los procesos, que genera la posibilidad de realizar intervenciones sobre ellos, tales como: describir, mejorar, comparar o rediseñar, entre otras. Por su parte, se considera vital la validación e implementación del proceso normalizado a través

---

<sup>7</sup> PÉREZ MELO. Op. cit., p. 24.

<sup>8</sup> Ibid., p. 36.

<sup>9</sup> CARRASCO BRAVO, Juan. Gestión de procesos. Santiago de Chile: Editorial Evolución S.A, 2009. p. 21. ISBN 956-7604-08-8.

<sup>10</sup> FERÓN, Robert. Enciclopedia de la empresa moderna. Bilbao: Ediciones Deusto, 1974. Vol 3. p. 226. ISBN 84-234-0158-8.

<sup>11</sup> CARRASCO BRAVO. Op. cit., p. 22.

de la adecuada administración para la gestión del cambio, el análisis de riesgos y un direccionamiento integrado entre estrategia, personal, procesos, estructura, insumos y tecnología.

Una vez estandarizado el proceso, es de especial importancia, suministrar y poner a disposición de la organización el nuevo diseño del proceso, mediante el uso de herramientas de descripción documental, tales como: manuales, diagramas de flujo, esquemas o formatos, en donde se dé a conocer por completo la forma correcta en la que cada una de las instancias del proceso deben ser realizadas.

**1.2.2 Gestión por procesos para la estandarización.** La norma ISO 9000<sup>12</sup>, define que, un resultado deseado se obtiene de manera eficiente cuando las actividades y recursos se gestionan como un proceso, de lo cual, López Carrizosa<sup>13</sup> infiere que la gestión de procesos es el conjunto de actividades para dirigir y controlar los procesos de una empresa. Además, según Fontalvo Herrera<sup>14</sup>, se considera como un elemento clave para el funcionamiento de las organizaciones, puesto que implica su planificación, control y mejoramiento. Para finalmente, presentar un marco conceptual, en el que se muestre la forma de estructurar los procesos considerando estándares de calidad o parámetros de calidad específicos.

**1.2.2.1 Modelo de gestión para la estandarización.** Por medio de un modelo de gestión es como se reconocen, administran y relacionan los recursos de un proceso, con el propósito de cumplir las políticas, objetivos y regulaciones. Un modelo de gestión es, por lo tanto, un esquema o marco de referencia que se dispone para la adecuada administración de un activo.

De acuerdo con la norma ISO 9001 (2015)<sup>15</sup>, con un enfoque basado en procesos, se busca aumentar la eficacia de los sistemas de gestión de la calidad. A través, de la comprensión y gestión de los procesos interrelacionados como un sistema que contribuye a la consecución y logro de los resultados previstos. Este modelo permite a la organización controlar las interrelaciones e independencias entre los procesos del sistema, de manera que se pueda mejorar el desempeño integral de la organización.

---

<sup>12</sup> ISO/TC 179/SC 2/N 544 R. Orientación acerca del enfoque basado en procesos para los sistemas de gestión de calidad. [En línea]. Ginebra, Suiza: ISO, 2001. p.10. [Consultado 13 de agosto de 2019].

Disponibles en:  
[http://www.ucongreso.edu.ar/grado/carreras/lsi/2006/ele\\_calsof/AnexoISO\\_4\\_OrientacionEnfoqueProcesos.pdf](http://www.ucongreso.edu.ar/grado/carreras/lsi/2006/ele_calsof/AnexoISO_4_OrientacionEnfoqueProcesos.pdf)

<sup>13</sup> LOPEZ CARRIZOSA, Francisco José. Guía para la planificación de la calidad con orientación en la gestión de procesos. Bogotá D.C: ICONTEC, 2004. p.31. ISBN 958-9383-41-6.

<sup>14</sup> FONTALVO HERRERA, Tomás José. La gestión avanzada de la calidad. Bogotá D.C: Asesores del 2000, 2006. p.100. ISBN 958-33-8953-6.

<sup>15</sup> INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. Sistemas de gestión de la calidad. Requisitos. ISO 9001. Ginebra, Suiza: ISO, 2015. p. 8.

La aplicación del enfoque por procesos, permite:

- Comprender y dar pleno cumplimiento de los requisitos de manera coherente.
- Lograr un desempeño del proceso de forma eficaz, reflejado en términos de valor agregado.
- Mejorar los procesos con base en la verificación de los datos y la información.

**1.2.2.2 Procesos y sus elementos.** A continuación, se expone la terminología empleada en la optimización de procesos.

- **Proceso.** Según ISO 9000 (2015)<sup>16</sup>, es un conjunto de actividades mutuamente relacionadas en las que intervienen personas, materiales, energía y equipamientos, que organizados de forma lógica proporcionan un resultado previsto.

Igualmente, se comprende la necesidad de reconocer ciertos aspectos pertenecientes al proceso que pueden llegar a significar la variación o constancia del resultado final, tales como:

- Variabilidad: “debido a que la secuencia de actividades no se realiza exactamente de la misma forma es imposible garantizar que los resultados vayan a ser idénticos”<sup>17</sup>.
- Repetitividad: “la repetibilidad o reproductibilidad es la forma de realizar las actividades y tareas del proceso, para que sus resultados sean idénticos”<sup>18</sup>.

En el **Diagrama 1**. Se esquematiza de forma general cada una de las etapas que rigen un proceso, así como de las interacciones de sus elementos.

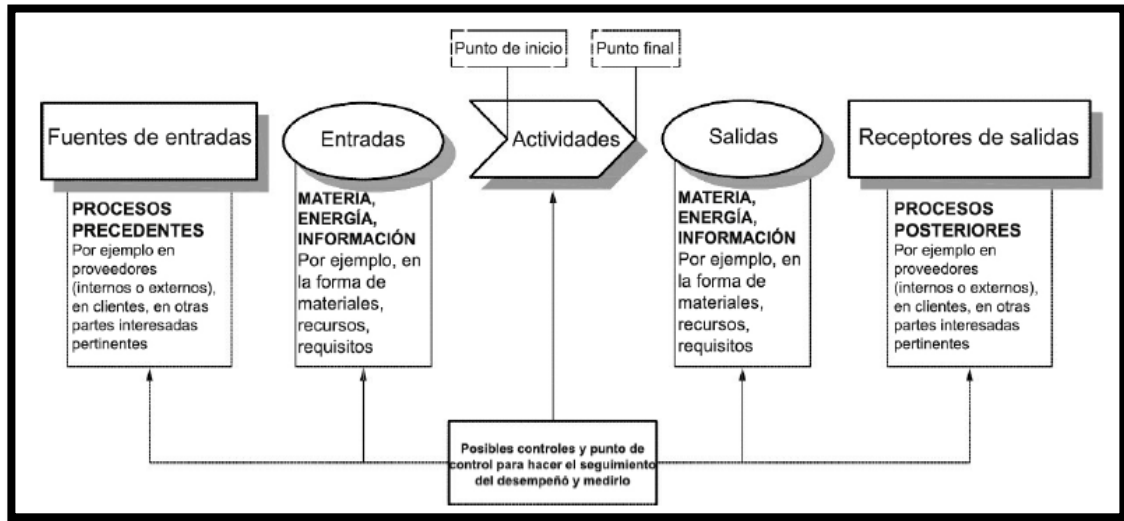
---

<sup>16</sup> INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. Sistemas de gestión de la calidad. Fundamentos y vocabulario. ISO 9000. Ginebra, Suiza: ISO, 2015. p. 19.

<sup>17</sup> OSAKIDETZA. Gestión por procesos y gestión de procesos, Citado por ZAVALA AIZPÚRUA, Elena, *et al.* Calidad asistencial. [En línea]. 1999. p. 38. [Consultado 3 de agosto de 2019]. Disponible en: <http://www.calidadasistencial.es/images/gestion/biblioteca/302.pdf#page=32>

<sup>18</sup> LOPEZ CARRIZOSA. Op. cit., p. 88.

**Diagrama 1.** Representación esquemática de un proceso.



**Fuente:** INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. Sistemas de gestión de la calidad. Requisitos. ISO 9001. Geneve, Suiza: ISO, 2015. p. 9.

- **Factores de un proceso.** Según López Carrizosa<sup>19</sup>, corresponde a cinco aspectos claves que influyen en los resultados de un proceso, tales como:
  - Maquinaria y equipos: corresponde a la tecnología involucrada en el proceso, al igual que de maquinarias utilizadas en procesos de transformación, equipos de cómputo, comunicación y de medición que intervienen en una etapa de dado proceso.
  - Método: indica la forma en la que se lleva a cabo cada actividad, incluye las tareas, y las secuencias que se desarrollan. Si se asegura la repetibilidad y reproductibilidad en la ejecución de las actividades, se asegura la obtención de resultados similares.
  - Personal: miembros del equipo que ejecutan el proceso, aquellos con los conocimientos, habilidades y actitudes (competencias) idóneas. Las personas aportan a la variación, ya que intervienen en el método.
  - Materiales: insumos que pueden ser objeto de la transformación (como materias primas) o elementos que se requieren para el proceso. Así mismo, estos materiales pueden mantener variaciones debido a su procedencia de otros procesos.

<sup>19</sup> Ibid., p. 84-85.

- Condiciones ambientales: variables tales como temperatura, humedad, iluminación o presión, que afectan el proceso global.

**1.2.3 Sistematización y mejora de procesos.** Según Zavala Aizpúrua<sup>20</sup>, con la sistematización de procesos se generan unos flujos de salida que son apreciados por la organización, a través, de la transformación de entradas en salidas con valor para el destinatario. La realizan grupos, personas o áreas relacionadas con el proceso, denominados como elementos procesadores, que realizan actividades diferentes, que coordinadas de forma lógica consiguen su objetivo. Esta secuencia de actividades se puede presentar mediante el clásico diagrama de flujo.

**1.2.3.1 Herramientas para la documentación y representación de proceso.** “Los procesos y sus etapas se pueden describir mediante el uso de cuadros o tablas, diagramas de flujo, texto, dibujos, fotos o cualquier forma de documentación que presente la manera correcta de desarrollar la actividad y que se encuentre al alcance de los usuarios de esta documentación”<sup>21</sup>. Se destaca en este aspecto, el uso de herramientas que sean de fácil acceso a los usuarios en su sitio de trabajo. Por lo cual, se hará especial énfasis en el diagrama de flujo.

- Diagramas de flujo: “representación gráfica de un proceso, que ilustra la secuencia o sucesión de tareas mediante el uso de símbolos gráficos”<sup>22</sup>.

La importancia del uso de este tipo de herramientas es describir procesos operacionales; los cuales son definidos por Fontalvo Herrera<sup>23</sup>, como los procesos relacionados con la planificación, diseño o elaboración de un producto; que, según López Carrizosa<sup>24</sup>, incluyen diferentes etapas las cuales involucran actividades como transformación, verificación y almacenamiento, entre otras.

Para la realización de diagramas de flujo, la norma ISO 9004-4 (1994), presenta los símbolos básicos y algunas recomendaciones para su elaboración, evidenciados en el **Cuadro 1** y **Cuadro 2**, respectivamente.

---

<sup>20</sup> ZAVALA AIZPÚRUA. Op. cit., p. 38.



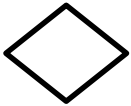
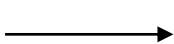

<sup>21</sup> LOPEZ CARRIZOSA. Op. cit., p. 47.

<sup>22</sup> GALLOWAY, Dianne. Mejora continua de procesos; Cómo rediseñar los procesos con diagramas de flujo y análisis de tareas. Barcelona: Gestión 2000, 2002. p. 14. ISBN 84-8088-733-8.

<sup>23</sup> FONTALVO HERRERA. Op. cit., p. 109.

<sup>24</sup> LOPEZ CARRIZOSA. Op. cit., p. 78.

**Cuadro 1.** Símbolos básicos para la elaboración de diagramas de flujo.

Símbolo	Descripción	Uso
	Inicio y final de las actividades.	Se usa para marcar las entradas o inicio de los procesos y también el final o salidas.
	Actividades.	Se identifican operaciones del proceso en las que ocurren transformaciones.
	Caja de decisiones.	Se usa para identificar actividades de inspección, verificación o controles que implican decisión.
	Dirección del proceso.	Indica el flujo de la secuencia del proceso.
	Referencia.	Conecta actividades del proceso.

**Fuente:** elaboración propia, con base en: ISO 9004-4 (1994). Citado por LÓPEZ CARRIZOSA, Francisco José. Guía para la planificación de la calidad con orientación en la gestión de procesos. Bogotá D.C. ICONTEC, 2004. p. 78. ISBN 958-9383-41-6.

**Cuadro 2.** Recomendaciones para la elaboración de diagramas de flujo.

Procedimiento para describir un proceso existente	Procedimiento para diseño de un nuevo proceso
Identificación del comienzo y final.	Identificación del comienzo y final.
Observación del proceso.	Visualización de pasos por cumplir.
Definición de los pasos del proceso.	Definición de los pasos del proceso.
Elaboración del diagrama de flujo preliminar.	Elaboración del diagrama de flujo preliminar.
Revisión del diagrama con las partes involucradas.	Revisión del diagrama con las partes involucradas.
Mejoramiento del diagrama de flujo.	Mejoramiento del diagrama de flujo.
Implementación.	Implementación.
Validación de resultados.	Validación de resultados.

**Fuente:** elaboración propia, con base en: ISO 9004-4 (1994). Citado por LÓPEZ CARRIZOSA, Francisco José. Guía para la planificación de la calidad con orientación en la gestión de procesos. Bogotá D.C. ICONTEC. 2004. p. 78. ISBN 958-9383-41-6.

**1.2.4 Puesta en operación del proceso y su validación.** La implementación de un proceso estandarizado consiste en la realización de todas las actividades según lo planificado e ilustrado a través de herramientas de documentación, además de su validación en un contexto real de operación.

**1.2.4.1 Implementación.** Etapa en la cual, se procede a la ejecución del proceso normalizado, para esto, López Carrizosa<sup>25</sup>, propone las siguientes actividades a considerar en la implementación de procesos, que incluyen:

- Capacitación del personal en los métodos de realización y control del proceso y en las características y especificaciones del producto.
- Accesibilidad del responsable de la actividad a la información relevante revisada y aprobada, para la operación del proceso.
- Contar con los equipos para la realización del proceso, los cuales deben estar en condiciones óptimas para la operación (mantenimiento y calibración).
- Garantía de que las condiciones medioambientales son favorables y adecuadas para la realización de la actividad.
- Contar con los recursos y materiales necesarios para la operación.
- Establecer los registros en donde se consignará el resultado del seguimiento del producto y proceso.

**1.2.4.2 Validación.** Se define como la “confirmación mediante el suministro de evidencia objetiva de que se han cumplido los requisitos para una utilización o aplicación específica prevista”<sup>26</sup>. Es decir, es la etapa en la cual se evalúa la capacidad de un proceso estandarizado para lograr los objetivos o estándares propuestos.

Así mismo, López Carrizosa<sup>27</sup>, propone cuatro elementos claves para calificar un proceso, según los resultados obtenidos, así:

- Los resultados del proceso están de acuerdo con las especificaciones establecidas (eficacia).
- Se han identificado y eliminado las causas que provocaban la variación.
- El proceso se mantiene dentro de los límites admisibles.
- Se han logrado los objetivos propuestos del proceso en términos de eficiencia y eficacia.

---

<sup>25</sup> Ibid., p. 91.

<sup>26</sup> ISO. Sistemas de gestión de la calidad. Fundamentos y vocabulario. ISO 9000, Op. cit., p. 28.

<sup>27</sup> LOPEZ CARRIZOSA. Op. cit., p. 93.



## 2. METODOLOGÍA Y DATOS

El desarrollo metodológico del presente proyecto, comprende el diseño y descripción a nivel técnico del manual de operaciones para el tratamiento térmico y químico realizado al fluido fuera de especificaciones en la Estación “A” para la recuperación de crudo, a partir de las diversas facilidades de producción que intervienen en el proceso y demás elementos.

Posteriormente, se precisa la técnica de muestreo empleada en campo para la obtención de muestras puntuales representativas de FFE, provenientes de los tanques de almacenamiento. Consecutivamente, para la caracterización de muestras de FFE, se describe el procedimiento experimental llevado a cabo para la realización de pruebas de laboratorio bajo designación de normas ASTM y Guías Prácticas de Laboratorio de Crudos y Aguas, que incluye, la exposición de equipos, reactivos y condiciones propias de cada uno de los métodos, para la determinación de parámetros de calidad de crudo. A su vez, se presenta la metodología utilizada en la ejecución de pruebas de botella, para el reconocimiento del producto demulsificante más efectivo para ser aplicado como validación del tratamiento de FFE en la Estación “A”, así como de la cuantificación del volumen almacenado en sitio, que permita definir una tasa de recuperación de crudo respecto al volumen total almacenado en tanques.

### 2.1 DISEÑO DEL MANUAL DE OPERACIONES PARA EL TRATAMIENTO DE CRUDO A PARTIR DE FFE EN LA ESTACIÓN “A”

El diseño *del Manual de Operaciones para la Recuperación de Crudo a partir de FFE en la Estación “A”*, busca poner a disposición del área de producción de la compañía CEPESA S.A, la estandarización del proceso para el tratamiento químico y térmico de FFE, basado fundamentalmente en la experiencia de campo respecto al proceso empírico realizado por la compañía durante los últimos 4 años adicional a las facilidades, equipos y química disponible en la estación para dicho tratamiento; con el presente manual de operaciones se pretende dar cumplimiento de los siguientes objetivos:

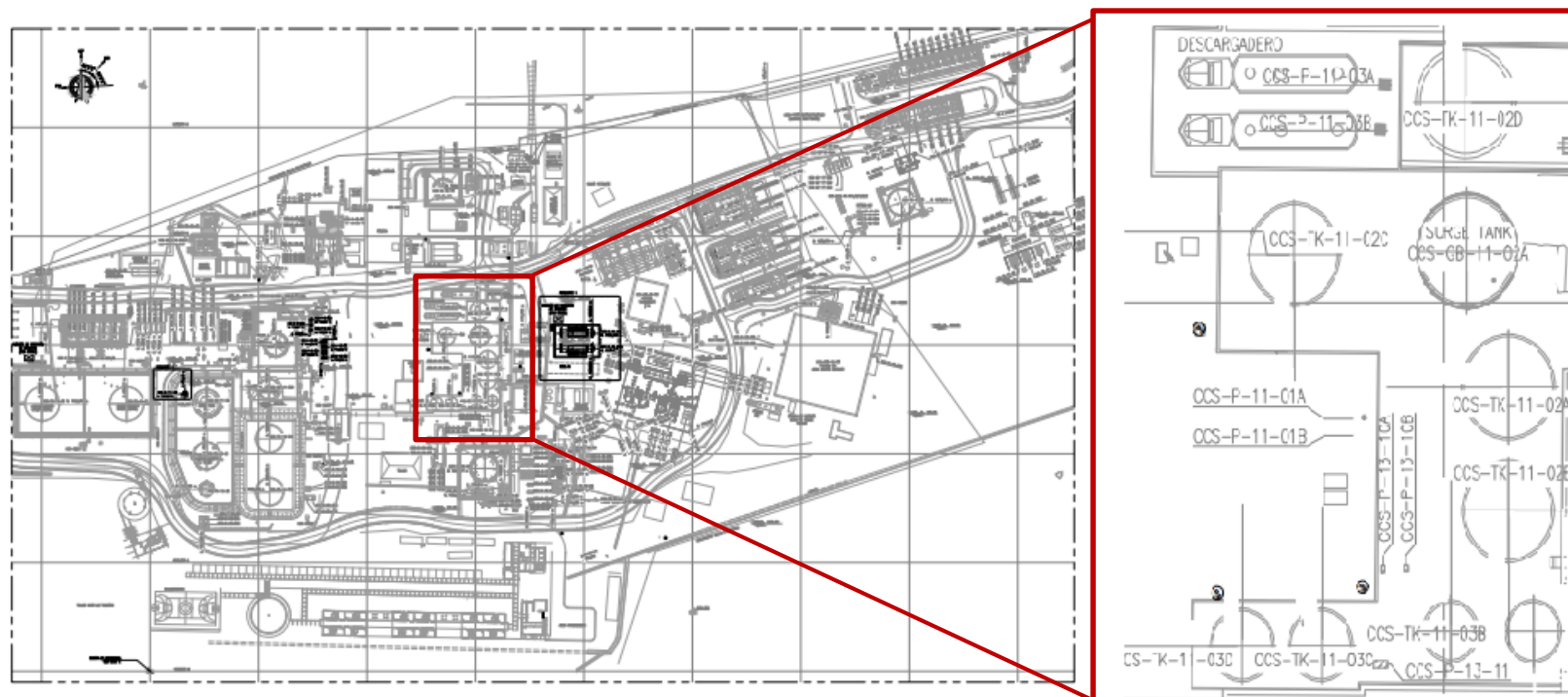
1. Reconocer de forma sistemática, las actividades involucradas en el desarrollo del proceso para el tratamiento de FFE.
2. Minimizar la variabilidad de parámetros de calidad del crudo durante el proceso.
3. Implementar normatividad requerida para la toma de muestras, caracterización de fluidos y pruebas de botella.

**2.1.1 Procesos para el tratamiento de FFE.** El tratamiento aplicado a los Fluidos Fuera de Especificaciones en la Estación “A” se centra en el uso de productos químicos que permitan desestabilizar la mezcla o emulsión generada, por tanto, en primera instancia se deben tomar muestras representativas del fluido a tratar las cuales se caracterizaran y someterán a pruebas de laboratorio (pruebas de botella) en búsqueda de determinar el/los productos químicos óptimos para el tratamiento.

En la medida en que se aplica el demulsificante al FFE a tratar, debe existir un periodo de agitación continuo y moderado de la emulsión para lograr crear un contacto entre las gotas de la fase dispersa y de esta manera lograr la coalescencia deseada, este periodo de agitación se logra en la estación a partir de una recirculación entre los tanques que contienen el fluido fuera de especificaciones; es importante destacar que la aplicación de calor incrementa la efectividad química del producto en la medida en que reduce la viscosidad permitiendo que la reacción química de la interfase agua/aceite ocurra más rápido, es por esto que durante el periodo de agitación en la Estación “A”, el fluido pasa a través de un intercambiador de calor incrementando la eficiencia del tratamiento. Finalmente, debe existir un periodo de asentamiento que permita que el crudo tratado ascienda por efecto gravitacional.

**2.1.2 Componentes del sistema.** Diferentes sistemas o equipos pueden ser empleados para tratar una emulsión satisfactoriamente. En esencia, se deben usar una combinación de métodos para el tratamiento de emulsiones que logren proporcionar un menor uso de químicos, menores temperaturas de tratamiento, menor pérdida de componentes ligeros, y sobre todo la reducción directa de costos de tratamiento con un rendimiento superior. En la Estación “A” se cuenta con 4 tanques de almacenamiento con capacidad de 1.500 Bbls, y 4 Skimming Tanks con capacidad de 650 Bbls, empleados tanto para almacenar el fluido como para su tratamiento, se cuenta además con 4 Frac Tanks utilizados para el almacenamiento de FFE, un intercambiador de calor para el tratamiento térmico del proceso y dos bombas centrifugas que proporcionan la energía hidráulica necesaria para el transporte de fluidos; La ubicación en la Estación “A” de los equipos previamente mencionados se ilustra en la **Figura 1**.

**Figura 1.** Layout Estación "A".



**Fuente:** elaboración propia, con base en: Layout Estación "A". CEPESA COLOMBIA S.A. Plano de ubicación de equipos 2019.

Los aspectos técnicos de los equipos empleados para el tratamiento de fluido fuera de especificaciones en la Estación “A” serán descritos a continuación:

- **Frac Tanks.** “Tanque de almacenamiento de fluidos también conocido como tanque desnatador, el cual se encarga de remover rápida y efectivamente todos los tipos de aceite residual flotantes, de la superficie del agua”<sup>28</sup>.

**Cuadro 3.** Aspectos técnicos para Frac Tanks.

ITEM	Frac Tanks
SERVICIO	ALMACENAMIENTO
CAPACIDAD	500 Bbls
DIMENSIONES (L*A*H)	14m x 2,6m x 2,9m
PRESION DE OPERACIÓN	ATM
TEMPERATURA DE DISEÑO	180°F

**Fuente:** elaboración propia, con base en: P&ID Estación “A”. Cepsa Colombia S.A. Ingeniería para la Integración de planos Estación “A”. Diagramas de tubería e instrumentación Tanques de Almacenamiento. Bogotá D.C. 2019.

- **Tanques de almacenamiento.** “Se usan como depósitos para contener una reserva suficiente de algún producto para su uso posterior y/o comercialización”<sup>29</sup>.

**Cuadro 4.** Aspectos técnicos para tanques de almacenamiento.

ITEM	Tanques 1500
SERVICIO	ALMACENAMIENTO/TRATAMIENTO
TAG	TK-11-02 A/B/C/D
CAPACIDAD	1500 Bbls
DIAMETRO/ALTURA	22.5' OD X 21'H
PRESIÓN DE OPERACIÓN	ATM
TEMPERATURA DE DISEÑO	180°F

**Fuente:** elaboración propia, con base en: P&ID Estación “A”. Cepsa Colombia S.A. Ingeniería para la Integración de planos Estación “A”. Diagramas de tubería e instrumentación Tanques de Almacenamiento. Bogotá D.C. 2019.

<sup>28</sup> GOMEZ SANTIAGO, Laura. Análisis del comportamiento histórico del manejo de las aguas provenientes de la extracción del crudo y formulación de alternativas de aprovechamiento de aguas en actividades de explotación de hidrocarburos en el municipio de san Luis de palenque. [En línea] Pasantía Ingeniera Ambiental y Sanitaria. Bogotá D.C.: Universidad de la Salle. Facultad de Ingeniería, 2014. p.20. [Consultado 15 de agosto de 2019]. Disponible en: [http://repository.lasalle.edu.co/bitstream/handle/10185/22182/41091131\\_2014.pdf?sequence=3](http://repository.lasalle.edu.co/bitstream/handle/10185/22182/41091131_2014.pdf?sequence=3)

<sup>29</sup> INGLESA. Diseño y Cálculo de Tanques de Almacenamiento. [En línea]. S.d. S.f. [Consultado 16 de agosto de 2019]. p. 5. Disponible en: <http://www.fnmt.es/documents/10179/10666378/Dise%C3%B1o+y+c%C3%A1culo+de+tanques+d e+almacenamiento.pdf/cf73a420-13f2-248f-034a-d413cb8a3924>

- **Skimming Tanks.** “Tanques desnatadores, tienen como función remover el petróleo crudo presente y emulsionado en el agua de producción, su principio de funcionamiento es aprovechar la diferencia de densidad entre el agua y el aceite, en el cual el aceite formará una nata superior y el agua se asentará”<sup>30</sup>.

**Cuadro 5.** Aspectos técnicos para skimming tanks.

ITEM	Skimming Tanks
SERVICIO	ALMACENAMIENTO/TRATAMIENTO
TAG	TK-11-03 A/B/C/D
CAPACIDAD	650 Bbls
DIÁMETRO/ALTURA	16' OD X 18'H
PRESIÓN DE OPERACIÓN	ATM
TEMPERATURA DE DISEÑO	180°F

**Fuente:** elaboración propia, con base en: P&ID Estación “A”. Cepsa Colombia S.A. Ingeniería para la Integración de planos Estación “A”. Diagramas de tubería e instrumentación Tanques Skimming. Bogotá D.C. 2019.

- **Intercambiador de Calor (Tipo Carcasa y Tubo).** “Equipo en el cual se ponen en contacto, de manera indirecta, dos corrientes a distinta temperatura creándose así un flujo de calor desde la corriente más caliente hacia la corriente más fría. Dichos fluidos circulan a través de dos compartimentos totalmente diferenciados, para evitar la mezcla de ellos”<sup>31</sup>. En la Estación “A”, se usa el sistema de intercambio de calor para adecuar térmicamente corrientes de proceso, y de esta manera mejorar el rendimiento del tratamiento.

**Cuadro 6.** Aspectos técnicos Intercambiador de calor 1102A.

ITEM	Heat Exchanger
SERVICIO	CALENTADOR VAPOR/FLUIDO
LONGITUD	20'
DIAMETRO EXTERNO	35"
NUMERO DE PASOS TUBO	2
NÚMERO DE PASOS CARCASA	1
TUBOS	476 DE ¾ SCH 40
P/T DISEÑO	150 PSIG/350°F

<sup>30</sup> GOMEZ SANTIAGO. Op. cit., p. 24.

<sup>31</sup> McCABE, L Warren; SMITH, Juan C y HARRIOT, Peter. Operaciones Unitarias en Ingeniería Química, Citado por CARRASCO SAAVEDRA, Andrés Roberto. Simulación del proceso de facilidades de producción de petróleo del campo villano, bloque 10. [En línea]. Trabajo de grado Ingeniero Químico. Quito.: Universidad Central de Ecuador. Facultad de Ingeniería Química, 2012. p. 15. [Consultado 18 de agosto de 2019]. Disponible en: <http://www.dspace.uce.edu.ec/bitstream/25000/414/1/T-UCE-0017-7.pdf>

**Cuadro 6.** (Continuación).

DEFLECTORES	8 AL 25%
CAPACIDAD	10.500 BFPD
P/T OPERACIÓN	50 PSIG/ 170°F

**Fuente:** elaboración propia, con base en: P&ID Estación “A”. Cepsa Colombia S.A. Ingeniería para la Integración de planos Estación “A”. Diagramas de tubería e instrumentación Trampas de Recibo (Receptora). Bogotá D.C. 2019.

- **Bombas centrífugas.** “Es una maquina hidráulica compuesta en esencia por un impulsor con alabes, que accionado desde el exterior transmite al líquido la energía necesaria para obtener una presión determinada”<sup>32</sup>.

**Cuadro 7.** Aspectos técnicos bombas centrífugas.

ITEM	CCS-P-1301 A/B
SERVICIO	Crudo
CAPACIDAD	3360 BPD-98 GPM C/U
PRESION DESCARGA	90 PSIG

**Fuente:** elaboración propia, con base en: P&ID Estación “A”. Cepsa Colombia S.A. Ingeniería para la Integración de planos Estación “A”. Diagramas de tubería e instrumentación Facilidad de Producción Sistema de Bombas. Bogotá D.C. 2019.

**2.1.2.1 Técnicas de muestreo.** Con la correcta aplicación de la norma ASTM D4057-06 Práctica estándar para la toma de muestras manuales de petróleo y productos derivados del petróleo, se garantizarán los procedimientos para la toma de muestras representativas de los tanques de almacenamiento de capacidad 1.500 y 650 Bbls de la Estación “A”, por medio del uso de técnicas de muestreo, como:

- Muestreo puntual: “Muestra recolectada en un tiempo y lugar determinado, para su análisis individual”<sup>33</sup>.
- Muestreo compuesto: “Se refiere a una mezcla de varias alícuotas de muestras instantáneas o puntuales”<sup>34</sup>.

---

<sup>32</sup> BOMBAS IDEAL. Datos técnicos de hidráulica de bombas. Valencia. [En línea]. S.d. S.f. [Consultado 25 de agosto de 2019]. p. 5. Disponible en: <http://umsa.online/WEB%20ETM%201/Libros/MECANICA%20DE%20FLUIDOS%20Y%20TURBO MAQUINAS/HIDRAULICA%20BOMBAS%20IDEAL.pdf>

<sup>33</sup> INSTITUTO DE TOXICOLOGÍA DE LA DEFENSA. Protocolo de toma de muestras de agua residual. [En línea]. [Consultado 11 de agosto de 2019]. Disponible en: [http://www.defensa.gob.es/itoxdef/Galerias/documentacion/protocolos/ficheros/PROTOCOLO\\_DE\\_TOMA\\_DE\\_MUESTRAS\\_DE\\_AGUA\\_RESIDUAL\\_ver\\_2.pdf](http://www.defensa.gob.es/itoxdef/Galerias/documentacion/protocolos/ficheros/PROTOCOLO_DE_TOMA_DE_MUESTRAS_DE_AGUA_RESIDUAL_ver_2.pdf)

<sup>34</sup> CORPORACIÓN AUTONOMA REGIONAL DE LOS VALLES DEL SINÚ Y DEL SAN JORGE. Laboratorio de calidad de aguas. [En línea]. 2012. [Consultado 11 de agosto de 2019]. Disponible en: [https://www.cvs.gov.co/jupgrade/images/stories/docs/varios/MT-LAB-CVS\\_04\\_Toma\\_de\\_muestras\\_V4.pdf](https://www.cvs.gov.co/jupgrade/images/stories/docs/varios/MT-LAB-CVS_04_Toma_de_muestras_V4.pdf)

El **Anexo B**. Describe a detalle la técnica de muestreo empleada en campo para la recolección de FFE según la norma ASTM D4057-06 Práctica estándar para la toma de muestras manuales de petróleo y productos derivados del petróleo.

**2.1.2.2 Caracterización de las muestras.** A razón de la gran variedad de fluidos fuera de especificaciones que se encuentran dispuestos en la Estación “A”, se requiere de una caracterización inicial que permita reconocer parámetros de calidad del crudo mediante la ejecución de pruebas de laboratorio. Para lo cual, se especifica en los **Anexos C, D, E, y F**, el procedimiento, materiales y reactivos, necesarios para la realización de cada una de las pruebas; según normatividad.

Es importante indicar, que para el desarrollo de las pruebas de laboratorio de muestras de FFE se planteó Inicialmente, el uso de las normas ASTM D-96, ASTM D-287/1298, ASTM D-95/4006 y ASTM D-70. Sin embargo, para mayor precisión en cuanto a la metodología empleada para la caracterización de FFE y designaciones de normatividad ASTM actualizadas, se hará uso de las siguientes normas para la determinación de parámetros tales como:

- Densidad relativa y gravedad API. Determinación de gravedad API y densidad relativa de la muestra seleccionada, por medio de la aplicación de la técnica del picnómetro e hidrómetro, propuestas en las normas ASTM D70-18a y ASTM D1298-12b, respectivamente.
- Contenido de agua y sedimentos (%BS&W), y agua por destilación. Determinación del contenido de agua y sedimentos por el método de centrifuga ASTM D4007-11 y agua por destilación según la norma ASTM D4006-16, con la finalidad de reconocer a precisión los volúmenes netos de petróleo y agua presentes en las muestras.

**2.1.2.3 Pruebas de botella.** En búsqueda de obtener la mayor cantidad de crudo recuperado a partir de fluido fuera de especificaciones, es preciso optimizar el tratamiento químico aplicado a la muestra, esto a partir de pruebas de botellas que permitan determinar la compatibilidad y mejor combinación de demulsificantes, surfactantes y/o humectantes de sólidos, fundamentalmente, una muestra representativa del fluido es tomada y transferida dentro de botellas de prueba, y posteriormente varios agentes demulsificantes son agregados a éstas en distintas proporciones para determinar cuál formulación será la que rompa de la mejor manera la emulsión, la combinación optima será aquella que provea la más clara y limpia separación del agua con el aceite a la menor temperatura, en el menor tiempo posible y al menor costo por barril tratado, dicha formulación se aplicara posteriormente en las facilidades para el tratamiento químico del FFE. El procedimiento paso a paso para la realización de estas pruebas, así como reactivos y materiales necesarios se encuentran especificados en el **Anexo G**, del presente documento.

**2.1.3 Personal responsable de la operación.** Esta operación deberá ser coordinada por:

- Ingeniero de operaciones y tratamiento químico (jefe de equipo).
- Ingeniero de producción y coordinador de estaciones en campo (supervisores), quienes a su vez coordinarán con los integrantes del personal de la operación (operadores).
- Ingeniero de aplicación de la empresa prestadora de servicios para el tratamiento químico, quien se encargará de la elaboración y análisis de todas las pruebas de laboratorio, así como el suministro y aplicación de química requeridas en el proceso.

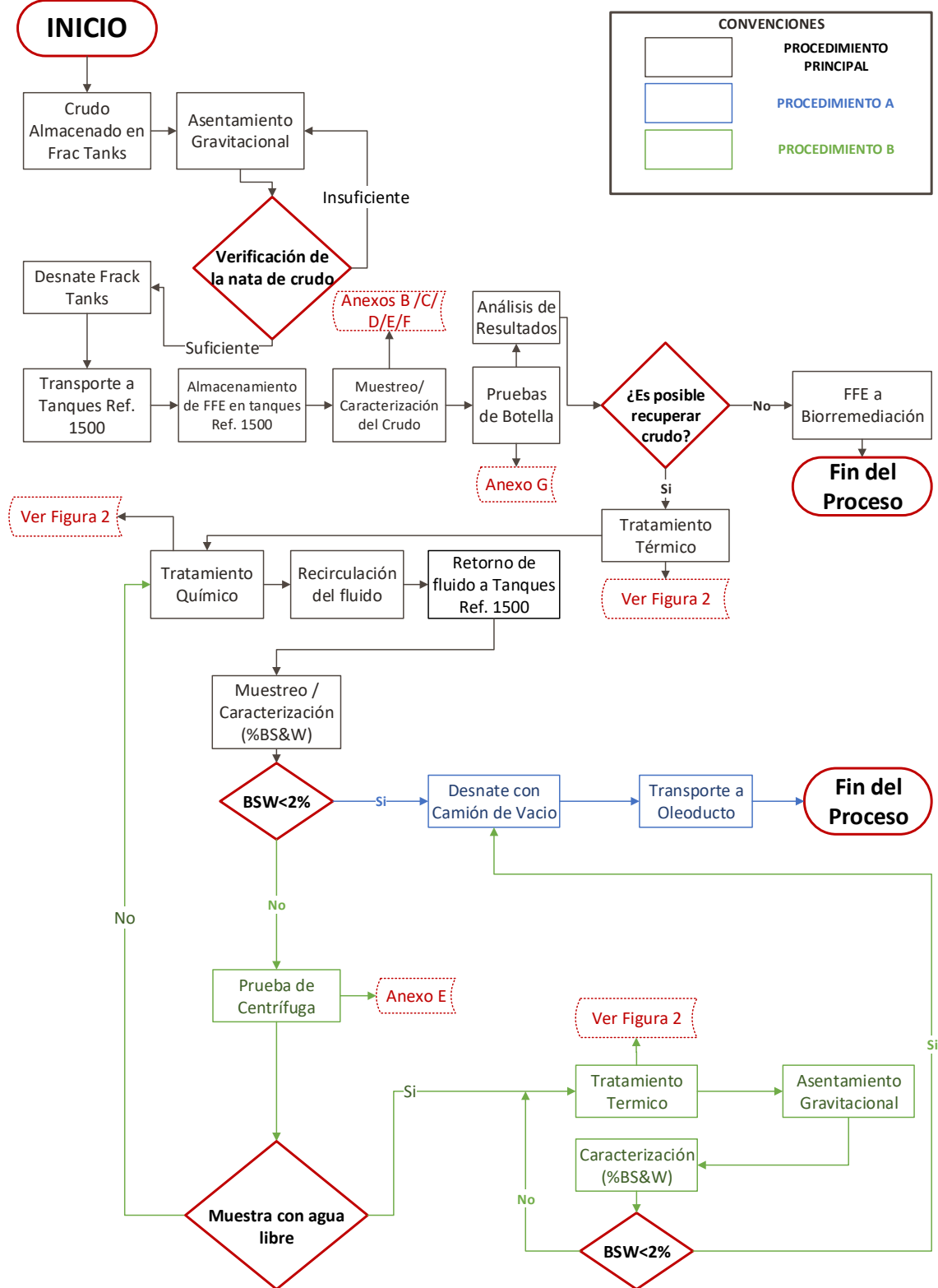
Todas las personas involucradas en la operación deberán conocer sobre el procedimiento, el jefe de equipo y el/los supervisores(es) son los directos responsables de difundir las normas de seguridad y recomendaciones suministradas en el documento.

**2.1.4 Puesta en operación.** Se expone a continuación el diagrama de flujo establecido en el presente proyecto como instructivo base para realizar el tratamiento químico y térmico del FFE en la Estación “A” (**Diagrama 2**). El diagrama de flujo comprende un procedimiento principal en el que se especifican las acciones a seguir para tratar un bache de FFE; los procedimientos A y B son derivaciones del procedimiento principal en caso de obtener en la caracterización final del fluido un %BS&W mayor o menor al parámetro de calidad definido por la compañía. Si se desea una explicación más detallada del proceso, posterior a los diagramas se podrá encontrar un procedimiento donde se describirá de manera textual el instructivo paso a paso para realizar el tratamiento químico y térmico al fluido fuera de especificaciones en la Estación “A”

Se presenta adicionalmente una representación esquemática del proceso para el tratamiento químico y térmico de FFE (**Figura 2**) como complemento del diagrama de flujo principal con el fin de visualizar las líneas de proceso de las facilidades correspondientes a este; en el diagrama se podrá identificar fundamentalmente las líneas existentes para movimientos entre tanques, recirculación por el intercambiador de calor y el punto de inyección de química.



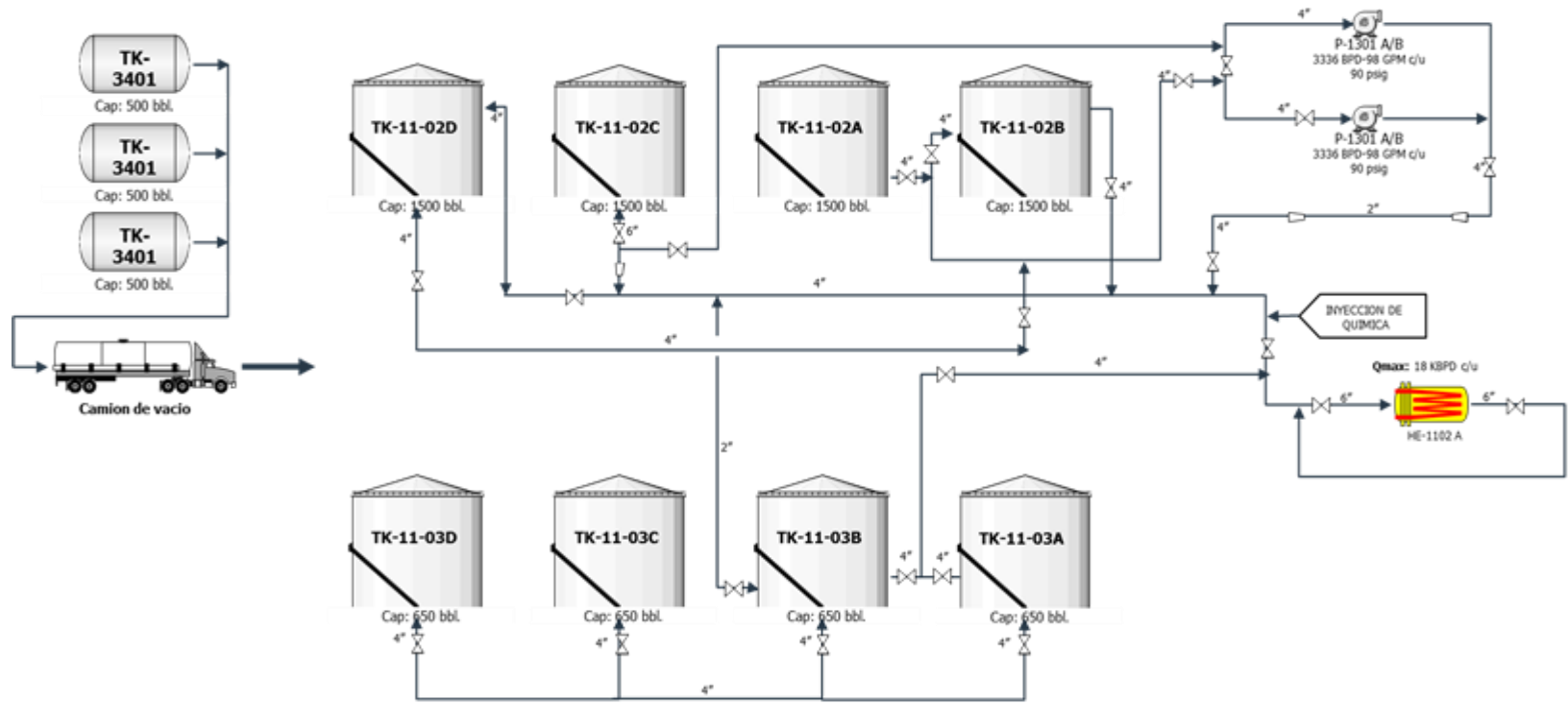
**Diagrama 2.** Diagrama de flujo para el tratamiento químico y térmico de FFE.



Fuente: elaboración Propia.

**Figura 2.** Representación esquemática del proceso para el tratamiento químico y térmico de FFE (Diagrama General).

**TRATAMIENTO QUIMICO Y TERMICO PARA LA RECUPERACION DE CRUDO A PARTIR DE FFE, ESTACIÓN "A"**  
 Diagrama General



Cepsa | Facilidades para el Tratamiento de FFE estación "A" | Agosto 2019

**Fuente:** elaboración Propia, con base en: P&ID Estación "A". Cepsa Colombia S.A. Ingeniería para la Integración de planos Estación "A".

Se describirá a continuación el procedimiento paso a paso para realizar el tratamiento químico y térmico al fluido fuera de especificaciones en la Estación "A".

- **PROCEDIMIENTO PRINCIPAL.**

1. Almacenar fluido fuera de especificaciones en Frac Tanks Ref. (TAG)
2. Permitir el asentamiento gravitacional del fluido hasta verificar un volumen de nata en el crudo suficiente para su tratamiento.

**Nota:** La verificación del volumen de nata de crudo se deberá corroborar mediante muestreo puntual con ladrón en el Frac Tank hasta una altura tal de FFE suficiente para el tratamiento. En caso de tener suficiente fluido para el tratamiento proceder al numeral 3, de lo contrario regresar al numeral 2.

3. Realizar operación de desnate de Frac Tanks con camión de vacío y transportar hacia tanques de almacenamiento (TK-11-02A/B/C/D o TK-11-03A/B/C/D según disponibilidad).
4. Muestreo del fluido según **Anexo B**.

**Nota:** Para la toma de la muestra el fluido debe encontrarse en equilibrio hidrostático (fluido estable).

5. Caracterización del fluido según **Anexos C/D/E/F**.
6. Realizar pruebas de Botella según **Anexo G**.
7. Análisis de resultados según pruebas de Botella, en caso de no ser posible la recuperación de crudo, remitir FFE al área de Biorremediación, de lo contrario, proceder al numeral 8.
8. Recirculación del fluido almacenado en el tanque a través del Intercambiador de calor (HE-1102A) hasta alcanzar 200°F. Ver **Figura 2**.
9. Aplicar formulación química a la salida del intercambiador de calor (Ver **Figura 2**) de acuerdo a los resultados obtenidos en las pruebas de botella.
10. Recirculación del fluido a través del Intercambiador de calor (HE-1102A) de tal forma que se mantenga la condición de temperatura (200°F) y se obtenga una mezcla homogénea del demulsificante junto con el fluido a tratar.
11. Retorno del fluido a tanques de almacenamiento (TK-11-02A/B/C/D o TK-11-03A/B/C/D según disponibilidad).
12. Muestreo del fluido según **Anexo B**.

13. Realizar prueba de %BS&W según **Anexo E**.

**Nota:** Dirigirse al procedimiento A en caso de obtener %BS&W<2%\*, procedimiento B en caso de obtener %BS&W>2%.

- **PROCEDIMIENTO A.**

1. Realizar operación de desnate de tanque de almacenamiento con camión de vacío.
2. Camión a descargadero para envío del fluido a oleoducto.
3. Fin del proceso.

- **PROCEDIMIENTO B.**

1. Realizar prueba de centrifuga según **Anexo E**.
2. Análisis de resultados según prueba de centrifuga.
3. En caso de tener como resultado una muestra emulsionada remitirse a los numerales 9-13 del Procedimiento principal. De lo contrario remitirse al numeral 4 del presente procedimiento.
4. En caso de tener como resultado una muestra con agua libre recircular el fluido almacenado en el tanque a través del Intercambiador de calor (HE-1102A) hasta alcanzar 200°F.
5. Permitir el asentamiento gravitacional del fluido.
6. Realizar prueba de %BS&W según **Anexo E**.
7. En caso de tener como resultado una muestra con %BS&W>2% remitirse a los numerales 4-6 del actual procedimiento, de lo contrario (%BS&W<2%) dirigirse al procedimiento A.

---

\* Criterio de la compañía basado en la tasa de crudo recuperado vs el volumen de crudo total transportado por oleoducto diariamente, de tal forma que el %BS&W final del crudo sea menor al 0.5%.

## 2.2 CARACTERIZACIÓN DE MUESTRAS DE FFE MEDIANTE PRUEBAS DE LABORATORIO

A continuación, se desarrolla cada una de las etapas empleadas para adecuada caracterización de FFE, a partir de muestras de fluido. Indicando en primera instancia, el origen y técnica utilizada para la obtención de muestras puntuales representativas de tanques de almacenamiento dispuestos en la Estación “A”, seguido de las distintas pruebas de laboratorio para la determinación de parámetros de calidad de las muestras, y desarrollo de pruebas de botella para la selección del agente demulsificante.

**2.2.1 Selección de las muestras.** Para la obtención de muestras representativas de FFE, se procede a la toma de muestras puntuales de los tanques TK-11-02A, TK-11-02B, TK-11-02D de capacidad 1.500 Bbls, a nivel superior, medio e inferior, y tanque TK-11-03A de capacidad 650 Bbls a nivel medio, teniendo como referencia la normatividad ASTM D4057-06 para la toma de muestras manuales de petróleo y productos derivados del petróleo.

El **Cuadro 8**, es usado como parámetro de referencia para la toma de muestras puntuales, teniendo en cuenta la capacidad de los tanques de almacenamiento de los cuales provienen las muestras de FFE.

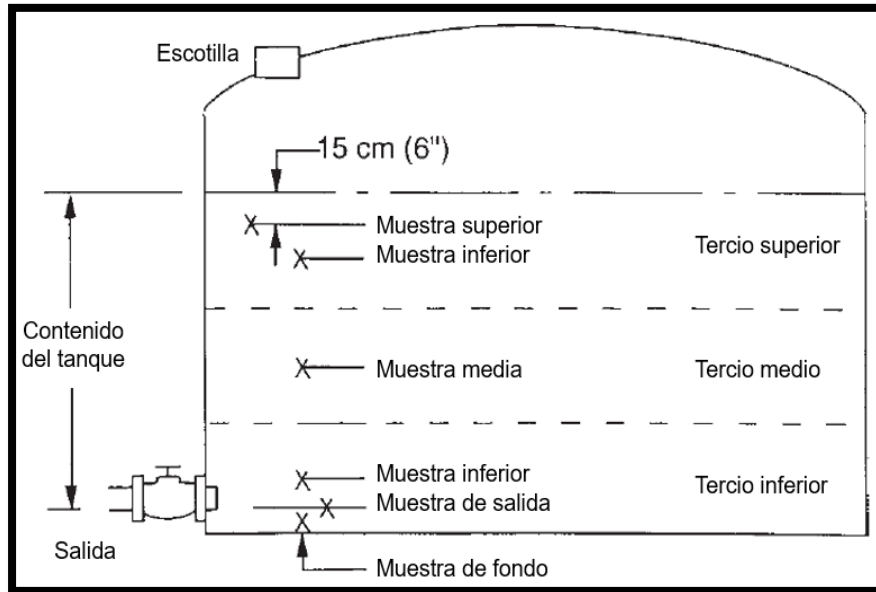
**Cuadro 8.** Niveles para la toma de muestras puntuales en tanques.

Capacidad del tanque / Nivel del líquido	Muestras requeridas		
	Tercio superior	Tercio medio	Tercio inferior
Capacidad del tanque inferior o igual a 159 m <sup>3</sup> (1000 Barriles).		X	
Capacidad del tanque superior a 159 m <sup>3</sup> (1000 Barriles).	X	X	X
Nivel ≤ 3 metros (10 pies).		X	
3 metros < nivel 4,5 metros (15 pies).	X		X
Nivel > 4,5 metros (15 pies).	X	X	X

**Fuente:** elaboración propia, con base en: ASTM. Standard practice for manual sampling of petroleum and petroleum products. Designation: D4057-06. [En línea]. West Conshohocken, United States: ASTM, s.f. p. 9. [Consultado 18 de agosto de 2019]. Disponible en: <http://agrifuelsqcs-i.com/attachments/1207%20/d4057.pdf>

Del mismo modo, la **Figura 3**, permite visualizar los niveles para la toma de muestras en tanques.

**Figura 3.** Puntos para la toma de muestras en tanques.



**Fuente:** elaboración propia, con base en: ASTM. Standard practice for manual sampling of petroleum and petroleum products. Designation: D4057-06. [En línea]. West Conshohocken, United States: ASTM, s.f. p. 3. [Consultado 18 de agosto de 2019]. Disponible en: <http://agrifuelsqcs-i.com/attachments/1207%20d4057.pdf>

De esta manera, para la realización de pruebas de laboratorio y caracterización de FFE, se contará con una muestra compuesta de 1 gal por cada uno de los tanques ya mencionados, la cual es obtenida por la mezcla de las tres muestras puntuales.

**2.2.2 Pruebas de laboratorio.** Se describen los procedimientos, reactivos y materiales necesarios para la caracterización de muestras de FFE por medio de pruebas de laboratorio, según normatividad ASTM y Guías Prácticas de Laboratorio de Crudos y Aguas, de parámetros tales como: densidad relativa, gravedad API, %BS&W, agua por destilación y pruebas de botella.

**2.2.2.1 Densidad relativa y gravedad API.** Para la determinación de estas propiedades, se tendrá en cuenta la metodología propuesta en la norma ASTM D70-18a Técnica con picnómetro, y ASTM D1298-12b Técnica con hidrómetro.

El cálculo de la gravedad API, establecida como una medida arbitraria, calibrada y expresada en grados que relaciona la gravedad específica a condiciones estándar de temperatura, determinada mediante el uso de la **Ecuación 2**, es uno de los

parámetros para la caracterización de crudos, que presenta mayor relevancia en la industria de los hidrocarburos; puesto que permite catalogar los crudos en, livianos (30°-41,9°API), medianos (22°-29,9°API), pesados (10°-21,9°API) y extrapesados (<10°API), acorde con la gravedad API obtenida en su cálculo.

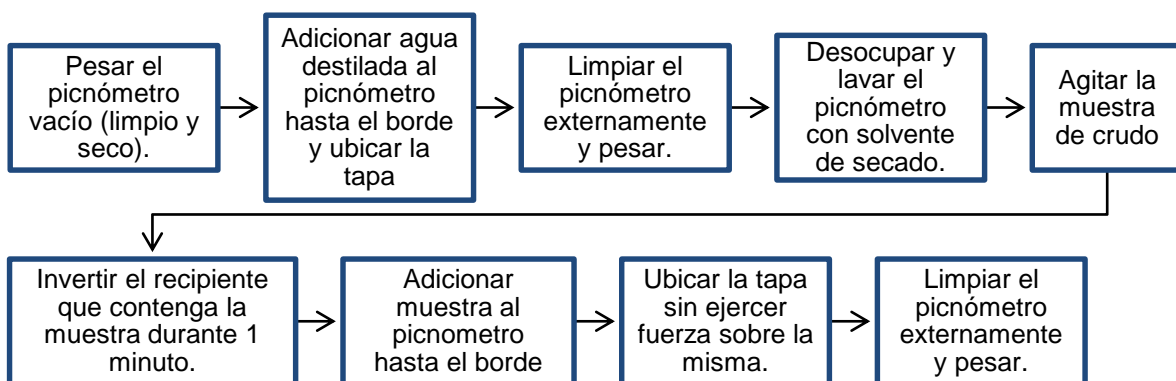
De esta forma, se procede a indicar los elementos requeridos para la realización de esta prueba de laboratorio, así como del procedimiento experimental sintetizado en el **Diagrama 3** y **Diagrama 4** (para mayor precisión el **Anexo C** y **D**, describe paso a paso el procedimiento usado para la técnica con picnómetro e hidrómetro respectivamente), los correspondientes cálculos requeridos y parámetros a reportar de las distintas variables medidas.

- **Equipos y materiales requeridos.**

- 3 Hidrómetros de diferente escala (9-21), (19-31), (29-41).
- 1 Picnómetro de 25 ml.
- 1 Termómetro (-10 a 110 °C).
- 1 Probeta graduada de 250 ml.
- 1 Beaker plástico de 500 ml.
- Muestra de FFE.
- Balanza digital.

- **Técnica con picnómetro.**

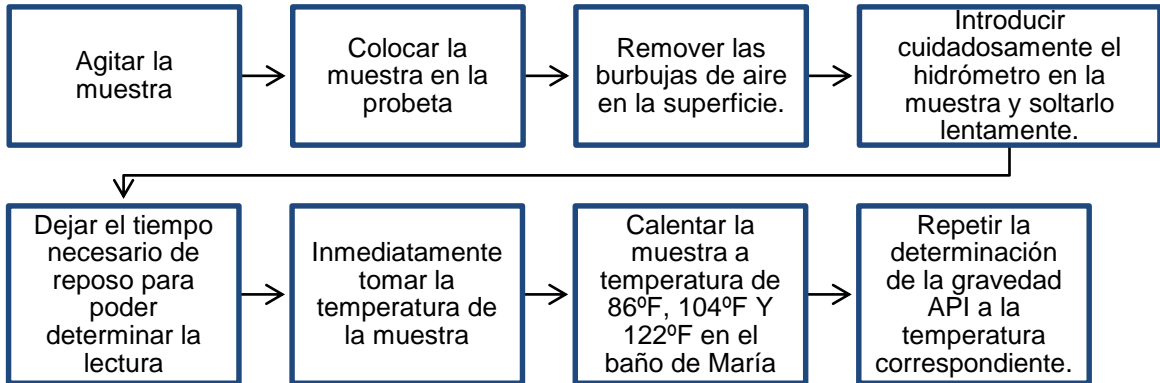
**Diagrama 3.** Diagrama de flujo para la determinación de gravedad API, técnica con picnómetro.



**Fuente:** elaboración propia.

- **Técnica con hidrómetro.**

**Diagrama 4.** Diagrama de flujo para la determinación de gravedad API, técnica con hidrómetro.



**Fuente:** elaboración propia.

- **Cálculos requeridos y parámetros a reportar, técnica con picnómetro.** Por medio de esta técnica se busca determinar la densidad relativa o gravedad específica de la muestra, como una relación de la diferencia de peso de un volumen de muestra de crudo y el peso de un volumen de agua, parámetro el cual, es un factor para calcular la gravedad API, mediante el uso de la **Ecuación 1.**

**Ecuación 1.** Determinación densidad relativa.

$$\gamma = \frac{m_{pic+crudo} - m_{pic\ vacio}}{m_{pic+H_2O} - m_{pic\ vacio}}$$

**Fuente:** elaboración propia.

De esta manera, al determinar la gravedad específica de cada una de las muestras, se procede al cálculo de la gravedad API.

**Ecuación 2.** Determinación gravedad API.

$$^{\circ}API = \frac{141,5}{\gamma} - 131,5$$

**Fuente:** elaboración propia.



- **Cálculos requeridos y parámetros a reportar, técnica con hidrómetro.** La lectura de la gravedad API, se obtiene directamente del hidrómetro al permitir su libre inmersión dentro de la muestra, y registrando el nivel al cual la superficie horizontal del fluido indica un valor sobre la escala vertical del instrumento. Reconociendo los valores observados de gravedad API a las siguientes condiciones de temperatura: 86°F, 104°F Y 122°F, para cada una de las muestras suministradas.

“La determinación de la gravedad API, puede ser efectuada a cualquier temperatura entre 0°F y 195°F, sin embargo, ciertos límites se especifican para algunos productos, dependiendo del punto inicial de ebullición y/o del fluido. Los productos con altas viscosidades deben ser calentados a una temperatura, a la cual sean lo suficientemente fluidos para permitir una buena determinación de la gravedad API”<sup>35</sup>.

**2.2.2.2 Corrección de gravedad API por tablas.** A razón del efecto directamente proporcional que genera la temperatura sobre la gravedad API de las muestras de crudo; se emplea la normatividad ASTM, mediante la designación D1250-19<sup>36</sup>, la cual propone como método para la comprobación de la variación de gravedad API por temperatura, el uso de la Tabla 5A. Corrección generalizada de la gravedad API del aceite desde las temperaturas observadas hasta 60 °F<sup>37</sup>. Mediante la cual, una vez identificados los rangos de gravedad API, se procede a hacer una interpolación lineal entre los mismos y el dato experimental.

**2.2.2.3 Corrección de gravedad API por ecuación Sonny V. Keaves.** Se propone un método adicional de corrección de gravedad API por temperatura, a partir del uso de la Ecuación de Sonny V. Keaves. Para las cuatro muestras de FFE, de acuerdo con las técnicas de determinación utilizadas.

---

<sup>35</sup> NIETO V, Alex Fabian y MOLINA, José. Guías Prácticas de Laboratorio de Crudos y Aguas. Bogotá D.C: Fundación Universidad de América, 2011. p 12.

<sup>36</sup> ASTM. Standard guide for the use of the joint API and ASTM adjunct for temperature and pressure volume correction factors for generalized crude oils, refined products, and lubricating oils: API MPMS Chapter 11.1. Designation: D1250-19. [En línea]. West Conshohocken, United States: ASTM, s.f. 5 p. [Consultado 20 de septiembre de 2019]. Disponible en: <https://compass.astm.org/download/D1250.40039.pdf>

<sup>37</sup> NATIONAL BUREAU OF STANDARDS. National standard petroleum oil tables. [En línea]. Washington: Government Printing Office, 1936. p. 7. [Consultado 20 de septiembre de 2019]. Disponible en: <https://apps.dtic.mil/dtic/tr/fulltext/u2/a279952.pdf>

**Ecuación 3.** Ecuación Sonny V. Keaves.

$$^{\circ}API_{CEC} = \frac{^{\circ}API_{obs} - 0,0591175(T_{\circ F obs} - 60^{\circ}F)}{1 + 0,00045(T_{\circ F obs} - 60^{\circ}F)}$$

**Fuente:** elaboración propia, con base en: SONNY V, Keaves. Research Council. New method to read and correct the API gravity of oil from observed temperatures to 60°F. SPE-27593-PA. [En línea]. Alberta: SPE, 1994. p. 2. [Consultado 20 de septiembre de 2019]. Disponible en: <https://www.onepetro.org/download/journal-paper/SPE-27593-PA?id=journal-paper%2FSPE-27593-PA>

Consecuentemente, se procede a realizar la estimación de gravedad API para cada una de las cuatro muestras de FFE, a partir de los resultados obtenidos en las correcciones de gravedad API por tablas y Ecuación de Sonny V. Keaves, haciendo uso de la siguiente ecuación para promedio ponderado:

**Ecuación 4.** Estimación gravedad API.

$$^{\circ}API_{est} = \sum n ((^{\circ}API_{CEC} + ^{\circ}API_{tablas})/2)/n$$

**Fuente** elaboración propia.

Por medio del cálculo del porcentaje de error, se identifica el grado de desviación de los resultados obtenidos, según las variables de comparación, como se evidencia en el **Cuadro 9**.

**Cuadro 9.** Variables empleadas para el cálculo de porcentaje de error.

<b>Variables de comparación</b>	<b>Ecuación</b>
Gravedad API observada y gravedad API corregida por tablas	$\%error = \frac{ ^{\circ}API_{obs} - ^{\circ}API_{tablas} }{^{\circ}API_{tablas}} * 100$
Gravedad API observada y gravedad API corregida por ecuación	$\%error = \frac{ ^{\circ}API_{obs} - ^{\circ}API_{CEC} }{^{\circ}API_{CEC}} * 100$
Gravedad API corregida por ecuación y gravedad API corregida por tablas	$\%error = \frac{ ^{\circ}API_{CEC} - ^{\circ}API_{tablas} }{^{\circ}API_{tablas}} * 100$

**Fuente:** elaboración propia.

**2.2.2.4 Contenido de agua y sedimentos (%BS&W).** Para la determinación de estas propiedades, se tendrá en cuenta la metodología propuesta en la norma ASTM D4007-11 Técnica con centrífuga. Adicionalmente, se hará uso de 4 demulsificantes químicos proporcionados por la compañía con el fin de evaluar su comportamiento y efectividad con las muestras a tratar, los cuales a razón de términos por confidencialidad serán referidos en adelante como “D1”, “D2”, “D3” y “D4”.

Con el reconocimiento del parámetro de %BS&W (contenido de agua y sedimentos), de cada una de las muestras de FFE, tener un conocimiento concreto de volúmenes netos de petróleo, agua y sólidos; e igualmente, por normatividad con un valor para el parámetro en cuestión no mayor a 0,5% para el transporte de crudo en oleoductos, contar con un valor de referencia para conocer bajo que condición se encuentra la muestra.

Se realiza en total 8 pruebas por cada muestra representativa de los tanques TK-11-02A, TK-11-02B, TK-11-02D y TK-11-03A, dentro de las cuales 4 zanahorias corresponden a la emulsión limpia (sin demulsificante), y se adicionaron a las 4 zanahorias restantes, 4 gotas (una por cada zanahoria) de 4 demulsificantes químicos respectivamente; los distintos productos demulsificantes ya mencionados, son empleados en esta etapa con el fin de poder analizar, junto con los resultados de las pruebas de botella, la efectividad de los productos químicos respecto a cada una de las muestras evaluadas.

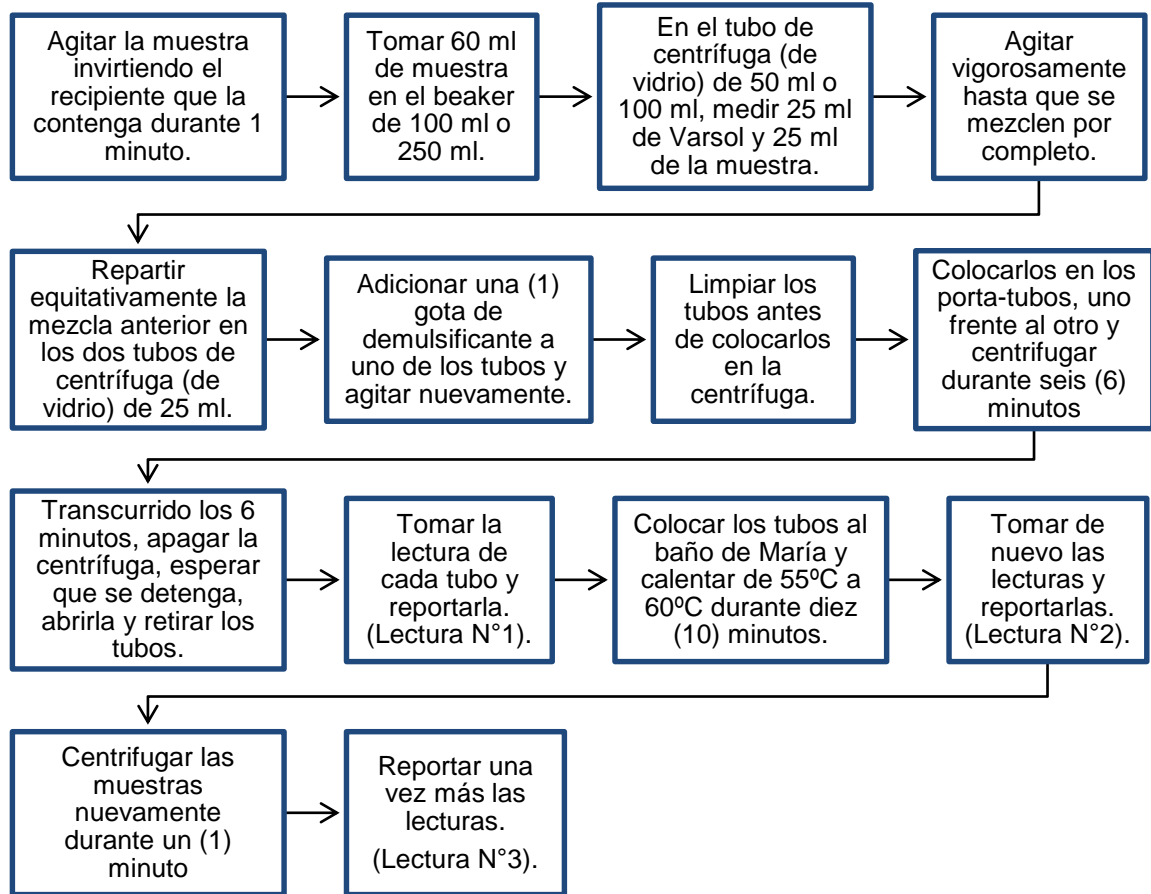
En adición, se listan los instrumentos empleados durante la prueba de laboratorio, el diagrama de flujo representativo de la metodología empleada en el **Diagrama 5** y los correspondientes cálculos requeridos y parámetros a reportar de las distintas variables.

Para revisar el procedimiento paso a paso empleado para la determinación de este parámetro, remitirse al **Anexo E**.

- **Equipos y materiales requeridos.**

- 1 Equipo de centrifugación.
- 1 Baño de María.
- 1 Tubo de centrífuga de vidrio graduado de 50 ml.
- 2 Tubos de vidrio para centrífuga graduados de 25 ml.
- Muestra de FFE.
- Varsol.
- 4 Demulsificantes.
- Gotero.

**Diagrama 5.** Diagrama de flujo para la determinación de %BS&W.



**Fuente:** elaboración propia.

- **Cálculos requeridos y parámetros a reportar, determinación de %BS&W.** El contenido de %BS&W, se reportan como fracción o porcentaje del volumen inicial de muestra de crudo.

**Ecuación 5.** Determinación %BS&W.

$$\%BS\&W = \frac{\text{Volumen de agua y sedimentos}}{\text{Volumen de la muestra de petróleo}} \times 100$$

**Fuente:** elaboración propia.

**2.2.2.5 Contenido de Agua por destilación.** Para el reconocimiento de este parámetro se hará uso de las pautas establecidas en la designación de normatividad ASTM D4006-16.

La determinación de este parámetro tiene su importancia, en cuanto se permite conocer el contenido de agua presente en muestras de crudo, determinante durante el desarrollo de operaciones de almacenamiento, transporte, comercialización y refinación de petróleo.

A continuación, se presentan los equipos e insumos requeridos para el montaje experimental de esta prueba, diagrama de flujo del procedimiento utilizado, referido en el **Diagrama 6**, los correspondientes cálculos requeridos y parámetros a reportar de las distintas variables.

El **Anexo F**, se dispone como un complemento de la metodología paso a paso realizada en esta prueba de laboratorio.

- **Equipos y materiales requeridos.**

Equipo de destilación DEAN & STARK (Balón, Trampa y Condensador).

1 Beaker de 100 ml o 250 ml.

1 Probeta de 25 ml.

1 Probeta de 50 ml.

Muestra de FFE.

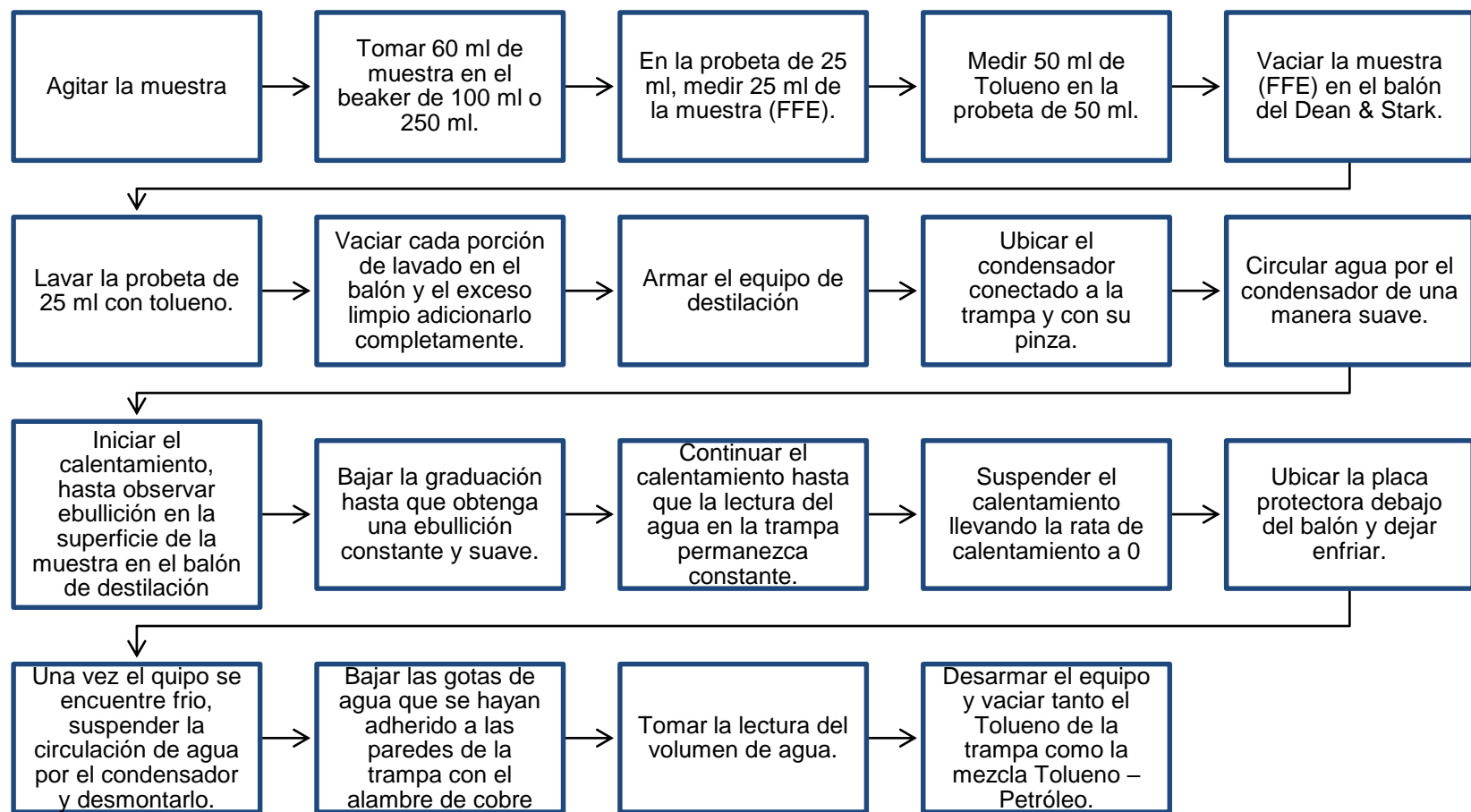
Tolueno.

Placa para calentamiento.

Placa protectora de vidrio.

Alambre de Cobre.

**Diagrama 6.** Diagrama de flujo para la determinación de contenido de agua por destilación.



**Fuente:** elaboración propia.

- **Cálculos requeridos y parámetros a reportar, contenido de agua por destilación.** El agua contenida en la muestra de FFE, se ubica en la sección graduada de la trampa. Por lo cual, el volumen de agua observado se reporta como la fracción del volumen inicial de la muestra. Para su cálculo, se emplea la siguiente ecuación:

**Ecuación 6.** Determinación del contenido de agua.

$$\text{Contenido de agua} = \frac{V_{H_2O} (ml)}{V_{muestra} (ml)} * 100$$

**Fuente:** elaboración propia.

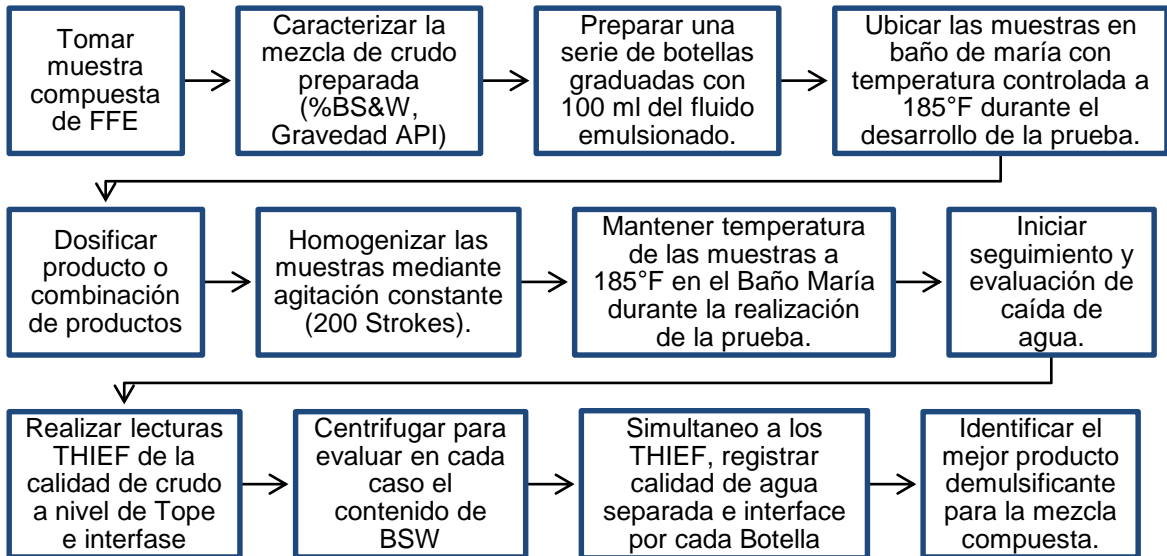
**2.2.3 Pruebas de botella.** El procedimiento descrito en el **Diagrama 7** y complementado en el **Anexo G**, es usado por la empresa para la realización de pruebas de botella, con el fin de evaluar el desempeño de diferentes demulsificantes para posteriormente ser aplicado en el tratamiento químico-térmico de recuperación de crudo a partir de FFE.

Por consiguiente, se exponen los equipos utilizados para el desarrollo de esta prueba y los correspondientes cálculos requeridos y parámetros a reportar de las distintas variables.

- **Equipos y materiales requeridos.**

Botellas aforadas.  
Demulsificantes  
Agitador Mecánico.  
Centrífuga.  
Conos para centrífuga.  
Baño de María.  
Micro-pipetas.  
Cánula.

**Diagrama 7.** Diagrama de flujo para la realización de pruebas de botella.



**Fuente:** elaboración propia.

- **Cálculos requeridos y parámetros a reportar, pruebas de botella.** Los resultados obtenidos son tabulados con base en el volumen de agua separada de la muestra emulsionada, como efecto de la presencia del agente demulsificante a través del tiempo, durante: 1, 2, 4, 6, 10 y 15 horas de transcurrida la prueba, para finalmente, ilustrar los datos obtenidos en gráficos de Agua separada (ml) Vs Tiempo (hr), para cada una de las referencias de tanques TK-11-02A/B/D y TK-11-03A. Permitiendo de esta forma, conocer el demulsificante de mejor desempeño para ser aplicado en el tratamiento de FFE.

**2.2.3.1 Mediciones THIEF.** Como parte de la ejecución de las pruebas de botella, se realizan mediciones THIEF las cuales consisten en, a partir de las botellas en análisis y con el uso de una cánula, tomar muestras de 6 ml a determinadas alturas de la interfase agua crudo, estas muestras serán dispuestas en zanahorias que posteriormente se centrifugaran para poder conocer el porcentaje de agua y sedimentos en ese punto; ésta información permite determinar el volumen de crudo tratado eficazmente en las botellas (muestras con %BS&W<2%) y por tanto, ofrece un indicio de la cantidad de crudo que podrá ser recuperado en los tanques al final del tratamiento químico y térmico.



## 2.3 VALIDACIÓN DE LA ESTANDARIZACIÓN

A manera de reconocer la importancia de la estandarización del proceso para el tratamiento de FFE en la Estación “A”, se plantea la validación en campo a través de una prueba piloto en la que se implemente el *Manual de Operaciones para la Recuperación de Crudo a partir de FFE* creado en este proyecto, y en conjunto con los resultados obtenidos en pruebas de laboratorio de caracterización de crudos y pruebas de botella, determinar parámetros tales como:

- Volumen de crudo recuperado para cada uno de los tanques tratados.
- Factor de recobro por tanque tratado.
- Factor de recobro de crudo a partir de FFE en la Estación “A”.

De manera que, al determinar estos parámetros, se permita establecer la proyección del volumen de crudo recuperable de los tanques NO tratados de referencia: TK-11-02C y TK-11-03A/B/C.

Es importante indicar que, si bien inicialmente se estableció que el volumen de FFE a tratar para la prueba piloto sería equivalente a 200 Bbls de fluido, por iniciativa de la compañía, se decide realizar la validación de la estandarización con el volumen total de fluido almacenado en los tanques TK-11-02A/B/D y TK-11-03D.

## 2.4 CUANTIFICACIÓN DE VOLUMEN DE FFE ALMACENADO EN LA ESTACIÓN “A”

Se cuantificará en esta sección el volumen de Fluido Fuera de Especificaciones total acumulado hasta la fecha en la Estación “A” referente a los tanques 1102A/B/C/D, 1103A/B/C/D y Frac Tanks 1200A/B y 3302B/C, realizando además un balance que permita ver la relación actual entre el fluido fuera de especificaciones generado y tratado mensualmente, teniendo en cuenta la tasa de recuperación de crudo y cantidad de residuos generados al realizar el tratamiento.

La **Tabla 2**, presenta el volumen por tanque y volumen total de fluido fuera de especificaciones acumulado a la fecha en la Estación “A”, adicionalmente muestra datos de caracterización del fluido almacenado donde se pueden observar parámetros como agua libre, sólidos y emulsión presente en el tercio superior, medio e inferior de cada tanque, dichos datos son esenciales pues brindarán información necesaria para poder realizar la proyección del volumen total de crudo recuperable a partir de FFE en la Estación “A”.

**Tabla 2.** Volumen de FFE acumulado en la Estación "A".

Tanque	Volumen acumulado (Bbls)	INFERIOR			TOTAL (%)	MEDIO			TOTAL (%)	SUPERIOR			TOTAL (%)	TOTAL %
		FW	EMUL	SOL		FW	EMUL	SOL		FW	EMUL	SOL		
1102 A	1.405,14	20	13,8	0,2	34	12	15,8	0,2	28	0,8	5,2	0	6	22,67
1102 B	1.423,23	6	25,8	0,2	32	12	9,8	0,2	22	2	4	0	6	20,00
1102 C	136,81	-	-	-	0	-	-	-	0	-	-	-	0	0,00
1102 D	1.250,59	42	12	6	60	8	40	8	56	12	32	8	52	56,00
1103 A	60,60	-	-	-	0	-	-	-	0	-	-	-	0	0,00
1103 B	496,80	24	22	2	48	14	16,4	1,6	32	2	9	0	11	30,33
1103 C	508,20	48	16	4	68	44	12	4	60	16	6	4	26	51,33
1103 D	165,45	17	32	3	52	0	12	0	12	0,5	7,5	0	8	24,00
ST 1102 A	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
GB 1102 C	921,20	0	31	1	32	0	30	0	30	0	27	1	28	30
FKTK 1200A	315,43	4	5	1	10	3	6	1	10	0	56	0	56	25,33
FKTK 1200B	280,26	5	34,6	0,4	40	6	33	1	40	0	12	0	12	30,67
FKTK 3302B	204,52	4	6	1	11	3	86	1	90	4	5	0	9	36,67
FKTK 3302C	52,15	82	2	0,5	84.5	-	-	-	0	-	-	-	0	28,17
<b>Total</b>	<b>7.220,38</b>													

**Fuente:** elaboración propia, con base en: 'Estado de tanques 1500'. Cepsa Colombia S.A.

La **Tabla 3**, presenta un histórico desde el año 2017 a la fecha del Fluido Fuera de Especificaciones almacenado, tratado, recuperado y adicionado al sistema mensualmente, haciendo énfasis en el factor de recuperación de crudo, así como la ganancia que representa dicha recuperación en dólares para la compañía.

**Tabla 3.** Histórico de Fluidos Fuera de Especificaciones en la Estación “A”.

Año	Mes	Adicionado (Bbls)	Almacenado (Bbls)	Tratado (Bbls)	Recuperado (Bbls)	% De recuperación
2017	Enero	0,00	6.587,46	0,00	0,00	0,00%
	Febrero	0,00	6.009,14	0,00	0,00	0,00%
	Marzo	439,53	6.448,67	2.400,00	504,49	21,02%
	Abril	0,00	6.378,47	1.600,00	372,47	23,28%
	Mayo	596,14	6.974,61	1.600,00	342,20	21,39%
	Junio	30,22	7.004,83	4.000,00	894,88	22,37%
	Julio	0,00	6.201,63	2.000,00	249,34	12,47%
	Agosto	0,00	5.738,04	1.500,00	347,77	23,18%
	Septiembre	0,00	5.182,78	850,00	199,99	23,53%
	Octubre	1.451,87	6.634,66	850,00	188,24	22,15%
	Noviembre	951,33	7.585,99	300,00	69,97	23,32%
	Diciembre	68,92	7.654,90	0,00	0,00	0,00%
	<b>Total</b>	<b>3.538,01</b>	<b>-</b>	<b>15.100</b>	<b>3.169,34</b>	<b>20,99%</b>
2018	Enero	0,00	7.868,86	0,00	0,00	0,00%
	Febrero	0,00	7.608,80	1.000,00	240,07	24,01%
	Marzo	0,00	7.218,21	1.500,00	299,99	20,00%
	Abril	0,00	7.214,85	1.500,00	387,09	25,81%
	Mayo	0,00	6.283,99	2.600,00	600,99	23,12%
	Junio	0,00	6.246,81	300,00	70,29	23,43%
	Julio	1.607,55	7.854,36	1.700,00	390,36	22,96%
	Agosto	0,00	5.698,99	3.060,00	705,92	23,07%
	Septiembre	0,00	5.085,41	2.000,00	365,26	18,26%
	Octubre	1.438,33	6.523,74	0,00	0,00	0,00%
	Noviembre	1.025,82	7.549,56	0,00	0,00	0,00%
	Diciembre	148,59	7.698,15	0,00	0,00	0,00%
	<b>Total</b>	<b>4.220,29</b>	<b>-</b>	<b>13.660</b>	<b>3.059,98</b>	<b>22,40%</b>
2019	Enero	0,00	0,00	2.000,00	470,18	23,51%
	Febrero	0,00	9.257,72	2.600,00	600,19	23,08%
	Marzo	0,00	13.186,53	4.500,00	1.149,30	25,54%
	Abril	1.124,00	8.835,23	2.100,00	680,17	32,39%
	Mayo	954,32	9.109,38	450,00	101,00	22,44%
	Junio	863,00	9.871,38	2.100,00	436,67	20,79%

**Tabla 3.** (Continuación).

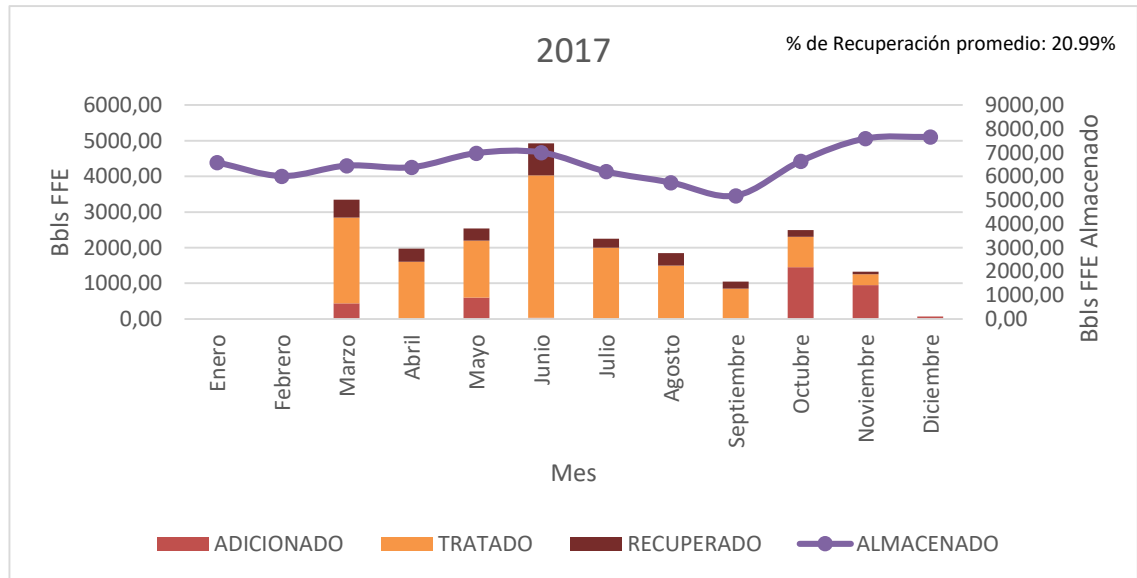
Año	Mes	Adicionado (Bbls)	Almacenado (Bbls)	Tratado (Bbls)	Recuperado (Bbls)	% De recuperación
2019	Julio	1.123,00	8.894,38	0,00	0,00	0,00%
	Agosto	94,00	7.488,38	1.000,00	247,95	24,80%
	Septiembre	326,00	6.814,38	0,00	0,00	0,00%
	Octubre	395,96	6.289,14	0,00	0,00	0,00%
	Enero	0,00	0,00	2.000,00	470,18	23,51%
	Febrero	0,00	9.257,72	2.600,00	600,19	23,08%
<b>Total</b>		<b>4.880,28</b>	<b>- 14.750,00</b>	<b>3.685,46</b>	<b>24,99%</b>	

**Fuente:** elaboración propia. Con base en: 'Estado de tanques 1500'. Cepsa Colombia S.A.

Los datos tabulados previamente en la **Tabla 3**, se plasman visualmente a continuación mediante las **Gráficas 1,2 y 3** por medio de columnas apiladas con el fin de visualizar la proporción de FFE adicionado, tratado y recuperado mensualmente según corresponda; Adicionalmente se presenta el volumen total de FFE almacenado en la estación y su comportamiento a través del tiempo representado por la línea purpura en las gráficas.

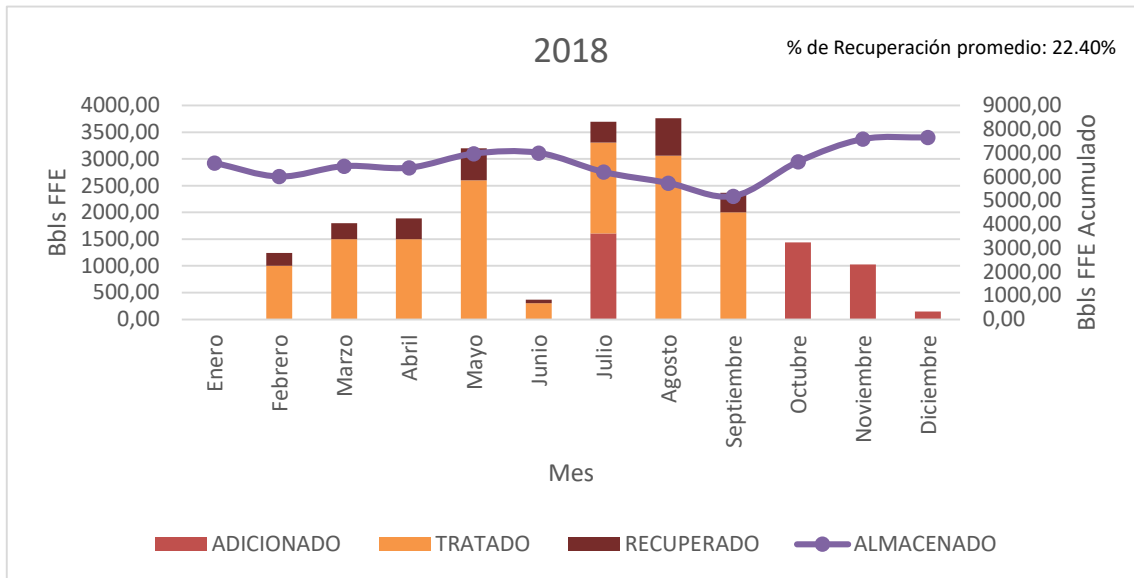
Las gráficas a continuación únicamente contemplan el histórico de datos suministrados por la compañía, por tanto, en la **Gráfica 3** no se incluye el tratamiento y recuperación de crudo obtenida durante la realización del presente proyecto.

**Gráfica 1.** Volumen de FFE Adicionado, Tratado, Recuperado y Almacenado en el 2017.



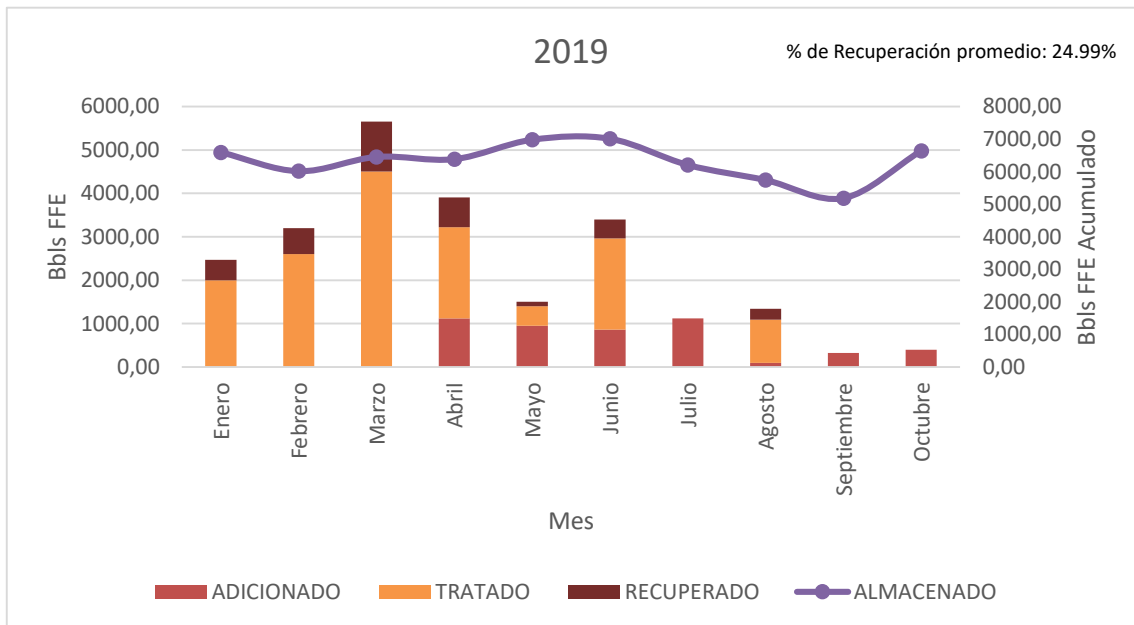
**Fuente:** elaboración propia

**Gráfica 2.** Volumen de FFE Adicionado, Tratado, Recuperado y Almacenado en el 2018.



Fuente: elaboración propia

**Gráfica 3.** Volumen de FFE Adicionado, Tratado, Recuperado y Almacenado en el 2019.



Fuente: elaboración propia.

Como se puede evidenciar previamente en las **Gráficas 1,2 y 3**, a pesar de que se realice un mayor tratamiento de FFE en algunos meses, se evidencia un alto y constante volumen de FFE almacenado en la Estación "A" a lo largo de los 3 años.

## 2.5 EVALUACIÓN FINANCIERA

Para realizar la evaluación financiera del proyecto, se evaluará el índice de relación costo/beneficio relacionado en la **Ecuación 7**, el cual permitirá evaluar la factibilidad de la estandarización del FFE implementada en el presente proyecto, y su comparación con el tratamiento llevado previamente, adicionalmente el análisis constará de una comparación con el costo que representaría el tratamiento de los fluidos por medio de una empresa externa.

El análisis de relación Beneficio / Costo es definido según Leland Blank y Anthony Tarquín<sup>38</sup> como la razón de los beneficios a los costos de un proyecto, expresado en términos del valor presente (VP), como se muestra a continuación:

**Ecuación 7.** Razón convencional de la Relación Beneficio/Costo.

$$B/C = \frac{VP \text{ de Beneficios}}{VP \text{ de costos}} = \frac{B^+ - B^-}{I + CMO}$$

**Fuente:** elaboración propia, con base en: BACA CURREA, Guillermo. Ingeniería Económica. [En línea]. Bogotá, D.C., Colombia: Fondo Educativo Panamericano, 2006. P. 263. ISBN 9789589188071. [Consultado el 01 de noviembre de 2019]. Disponible en: [https://www.academia.edu/35826554/Guillermo\\_Baca\\_Currea\\_Ingenieria\\_Economica\\_8va\\_Edicion](https://www.academia.edu/35826554/Guillermo_Baca_Currea_Ingenieria_Economica_8va_Edicion)

Los resultados serán evaluados según la siguiente directriz de decisión:

- Si  $B/C > 1.0$ , se determina que el proyecto es económicamente aceptable para los estimados, los ingresos son mayores que los egresos.
- Si  $B/C = 1.0$ , realizar el proyecto es indiferente, los ingresos son iguales a los egresos.
- Si  $B/C < 1.0$ , el proyecto no es económicamente aceptable, los ingresos son menores que los egresos.

---

<sup>38</sup> LELAND BLANK, Tarquín Anthony. Ingeniería Económica. [En línea]. México, D.F.: McGraw-Hill, 2006. p. 334. ISBN 970-10-5608-6. [Consultado el 01 de noviembre de 2019]. Disponible en: [https://www.academia.edu/37365579/Ingenieria\\_Econ%C3%B3mica\\_-\\_6ta\\_Edici%C3%B3n\\_-\\_Leland\\_Blank\\_y\\_Anthony\\_Tarqu%C3%ADn.pdf](https://www.academia.edu/37365579/Ingenieria_Econ%C3%B3mica_-_6ta_Edici%C3%B3n_-_Leland_Blank_y_Anthony_Tarqu%C3%ADn.pdf)

Adicionalmente, como lo establece Baca Currea<sup>39</sup>, en general todo proyecto debe ser evaluado con mínimo dos indicadores, por consiguiente, el indicador relación Beneficio / Costo exige que adicionalmente se evalúe con otro indicador que por lo general es el VPN. El cual, facilita la toma de decisiones desde el punto de vista financiero para la realización o no de un proyecto, al poner los ingresos futuros como egresos futuros. Mediante el uso de la **Ecuación 8**:

**Ecuación 8.** Valor presente neto.

$$VPN = -I + \sum_{t=0}^n \frac{F_t}{(1+i)^t}$$

**Fuente:** elaboración propia, con base en: BACA CURREA, Guillermo. Ingeniería Económica. [En línea]. Bogotá, D.C., Colombia: Fondo Educativo Panamericano, 2006. P. 197. ISBN 9789589188071. [Consultado el 01 de noviembre de 2019]. Disponible en: [https://www.academia.edu/35826554/Guillermo\\_Baca\\_Currea\\_Ingenieria\\_Economica\\_8va\\_Edicion](https://www.academia.edu/35826554/Guillermo_Baca_Currea_Ingenieria_Economica_8va_Edicion)

Para de esta manera, hacer un análisis de resultados bajo las siguientes premisas de evaluación:

- Si  $VPN > 0$ , se acepta el proyecto, los ingresos son mayores que los egresos.
- Si  $VPN = 0$ , los ingresos serán iguales a los egresos, financieramente es indiferente para el inversionista.
- Si  $VPN < 0$ , el proyecto no se debe realizar, los ingresos son menores a los egresos.

Por otra parte, para la determinación del indicador financiero VPN el cual como se mencionó anteriormente, se encuentra ligado al indicador relación B / C, surge la necesidad de calcular la tasa interna de oportunidad TIO, conocida como “la tasa

---

<sup>39</sup> BACA CURREA, Guillermo. Ingeniería Económica. [En línea]. Bogotá, D.C., Colombia: Fondo Educativo Panamericano, 2006. p. 265. ISBN 9789589188071. [Consultado el 01 de noviembre de 2019]. Disponible en: [https://www.academia.edu/35826554/Guillermo\\_Baca\\_Currea\\_Ingenieria\\_Economica\\_8va\\_Edicion](https://www.academia.edu/35826554/Guillermo_Baca_Currea_Ingenieria_Economica_8va_Edicion)

de interés más alta que un inversionista sacrifica con el objeto de realizar un proyecto”<sup>40</sup>.

Para conocer este factor, se hará uso de la siguiente ecuación:

**Ecuación 9.** Tasa interna de oportunidad.

$$TIO = [(1 + DTF)(1 + i_f)] - 1$$

**Fuente:** elaboración propia, con base en BACA CURREA, Guillermo. Ingeniería Económica. [En línea]. Bogotá, D.C., Colombia: Fondo Educativo Panamericano, 2006. P. 197. ISBN 9789589188071. [Consultado el 01 de noviembre de 2019]. Disponible en: [https://www.academia.edu/35826554/Guillermo\\_Baca\\_Currea\\_Ingenieria\\_Economica\\_8va\\_Edicion](https://www.academia.edu/35826554/Guillermo_Baca_Currea_Ingenieria_Economica_8va_Edicion)

Todos los cálculos referentes a la recuperación de crudo fueron realizados teniendo en cuenta un valor promedio del costo por barril igual a 55 USD.

---

<sup>40</sup> Ibid., p. 197.



### 3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

En este capítulo se presentan los resultados experimentales obtenidos durante la caracterización y realización de pruebas de botella para las muestras de FFE llevadas a cabo en el Laboratorio de Aguas y Crudos de la Fundación Universidad de América. Además de la identificación de la tasa de recuperación de crudo a partir de la prueba piloto efectuada en la Estación “A” tras la aplicación del *Manual de Operaciones para la Recuperación de Crudo a partir de FFE*. Así como de los respectivos análisis de resultados.

#### 3.1 PRUEBAS DE LABORATORIO

Se presentan los resultados obtenidos durante la experiencia de laboratorio para la determinación de parámetros de calidad de las muestras de FFE, tales como, gravedad API, %BS&W, contenido de agua, y finalmente, pruebas de botella.

**3.1.1 Determinación de gravedad API.** Los resultados obtenidos para la determinación de gravedad API mediante técnica de picnómetro e hidrómetro, son expuestos a continuación.

- **Procedimiento picnómetro.**

**Tabla 4.** Resultados procedimiento picnómetro.

Muestra	Temperatura de prueba (°F)	Peso picnómetro vacío (gr)	Peso picnómetro + agua destilada (gr)	Peso picnómetro + muestra (gr)
TK-11-02A	68	23,76	48,54	47,721
TK-11-02B	68	23,76	48,54	48,038
TK-11-02D	68	23,76	48,54	47,921
TK-11-03A	68	23,76	48,54	47,865

**Fuente:** elaboración propia.

De esta manera, con los datos anteriormente obtenidos a partir de la técnica del picnómetro, se procede a realizar el cálculo de la densidad relativa mediante el uso de la **Ecuación 1**.

**Tabla 5.** Resultados densidad relativa, procedimiento picnómetro.

Muestra	Densidad relativa ( $\gamma$ )
TK-11-02A	0,9414
TK-11-02B	0,9538
TK-11-02D	0,9492
TK-11-03A	0,9471

**Fuente:** elaboración propia.

Con el resultado cálculo de densidad relativa para cada una de las muestras, se realiza el cálculo de gravedad API, a partir de la **Ecuación 2**.

**Tabla 6.** Resultados gravedad API, procedimiento picnómetro.

Muestra	Densidad relativa ( $\gamma$ )	°API
TK-11-02A	0,9414	18,80
TK-11-02B	0,9538	16,85
TK-11-02D	0,9492	17,57
TK-11-03A	0,9471	17,90

**Fuente:** elaboración propia.

- **Procedimiento hidrómetro.**

**Tabla 7.** Resultados gravedad API, procedimiento hidrómetro.

Muestra	Temperatura (°F)	°API observada
TK-11-02A	68	15,3
	86	22,2
	104	23,4
	122	24,8
TK-11-02B	68	15,2
	86	16,6
	104	17,2
	122	19,2

**Tabla 7.** (Continuación).

Muestra	Temperatura (°F)	°API observada
TK-11-02D	68	15,2
	86	16,6
	104	18,5
	122	19,1
TK-11-03A	68	15,2
	86	16,8
	104	18,7
	122	19,3

**Fuente:** elaboración propia.

**3.1.1.1 Resultados corrección de gravedad API por tablas.** Se presentan los datos obtenidos para la corrección de la gravedad API por tablas para las cuatro muestras de FFE, acorde con las técnicas de determinación utilizadas.

Adicionalmente, se hará uso del siguiente sistema de convenciones para la óptima interpretación de los resultados generados, así:

**Cuadro 10.** Convenciones para la corrección de gravedad API por tablas.

Gravedad API observada (experimental)
Gravedad API observada por tablas
Gravedad API @ 60 °F por tablas
Gravedad API corregida

**Fuente:** elaboración propia.

- **Procedimiento picnómetro.**

**Tabla 8.** Corrección gravedad API @ 68 °F por tablas TK-11-02A/B/D y TK-11-03A, procedimiento picnómetro.

Temperatura (°F)	Tanque		°API		% Error
68	TK-11-02 A	18	18,8	19	2,62
		17,6	18,32	18,5	
Temperatura (°F)	Tanque		°API		% Error
68	TK-11-02 B	16	16,9	17	2,42
		15,6	16,5	16,6	

**Tabla 8.** (Continuación).

Temperatura (°F)	Tanque	°API			% Error
68	TK-11-02 D	17	17,6	18	2,33
		16,6	17,2	17,6	
Temperatura (°F)	Tanque	°API			% Error
68	TK-11-03 A	17	17,9	18	2,29
		16,6	17,5	17,6	

Fuente: elaboración propia.

- **Procedimiento hidrómetro.**

**Tabla 9.** Corrección gravedad API @ 68, 86, 104, 122 °F por tablas TK-11-02A, procedimiento hidrómetro.

Temperatura (°F)	°API			% Error
68	15	15,3	16	2,68
	14,6	14,9	15,6	
Temperatura (°F)	°API			% Error
86	22	22,2	23	7,35
	20,5	20,68	21,4	
Temperatura (°F)	°API			% Error
104	23	23,4	24	12,50
	20,4	20,8	21,4	
Temperatura (°F)	°API			% Error
122	24	24,8	25	17,42
	20,4	21,12	21,3	

Fuente: elaboración propia.

**Tabla 10.** Corrección gravedad API @ 68, 86, 104, 122 °F por tablas TK-11-02B, procedimiento hidrómetro.

Temperatura (°F)	°API			% Error
68	15	15,2	16	2,70
	14,6	14,8	15,6	
Temperatura (°F)	°API			% Error
86	16	16,6	17	9,21
	14,6	15,2	15,6	
Temperatura (°F)	°API			% Error
104	17	17,2	18	15,59
	14,7	14,88	15,6	
Temperatura (°F)	°API			% Error
122	19	19,2	20	21,52
	15,6	15,8	16,6	

Fuente: elaboración propia.

**Tabla 11.** Corrección gravedad API @ 68, 86, 104, 122 °F por tablas TK-11-02D, procedimiento hidrómetro.

Temperatura (°F)	°API			% Error
68	15	15,2	16	2,70
	14,6	14,8	15,6	
Temperatura (°F)	°API			% Error
86	16	16,6	17	9,21
	14,6	15,2	15,6	
Temperatura (°F)	°API			% Error
104	18	18,5	19	14,91
	15,6	16,1	16,6	
Temperatura (°F)	°API			% Error
122	19	19,1	20	21,66
	15,6	15,7	16,6	

Fuente: elaboración propia.

**Tabla 12.** Corrección gravedad API @ 68, 86, 104, 122 °F por tablas TK-11-03A, procedimiento hidrómetro.

Temperatura (°F)	°API			% Error
68	15	15,2	16	2,70
	14,6	14,8	15,6	
Temperatura (°F)	°API			% Error
86	16	16,8	17	9,09
	14,6	15,4	15,6	
Temperatura (°F)	°API			% Error
104	18	18,7	19	14,72
	15,6	16,3	16,6	
Temperatura (°F)	°API			% Error
122	19	19,3	20	21,38
	15,6	15,9	16,6	

Fuente: elaboración propia.

### 3.1.1.2 Resultados corrección de gravedad API por ecuación Sonny V. Keaves.

Se indican los datos obtenidos para la corrección de la gravedad API, por medio del uso de la **Ecuación 3**, para las cuatro muestras de FFE, acorde con las técnicas de determinación utilizadas.

- **Procedimiento picnómetro.**

**Tabla 13.** Corrección gravedad API, por temperatura mediante Ecuación Sonny V. Keaves, para cada una de las muestras de FFE, procedimiento picnómetro.

Muestra	Temperatura (°F)	°API observada	°API corregida por ecuación	% Error
TK-11-02A	68	18,8	18,26	2,95
TK-11-02B	68	16,9	16,36	3,25
TK-11-02D	68	17,6	17,06	3,13
TK-11-03A	68	17,9	17,36	3,08

Fuente: elaboración propia.

- **Procedimiento hidrómetro.**

**Tabla 14.** Corrección gravedad API, por temperatura mediante Ecuación Sonny V. Keaves, para cada una de las muestras de FFE, procedimiento hidrómetro.

Muestra	Temperatura (°F)	°API observada	°API corregida por ecuación	% Error
TK-11-02A	68	15,3	14,77	3,56
	86	22,2	20,42	8,70
	104	23,4	20,39	14,73
	122	24,8	20,56	20,62
TK-11-02B	68	15,2	14,67	3,58
	86	16,6	14,88	11,49
	104	17,2	14,31	20,15
	122	19,2	15,11	27,04
TK-11-02D	68	15,2	14,67	3,58
	86	16,6	14,88	11,49
	104	18,5	15,59	18,67
	122	19,1	15,01	27,20
TK-11-03A	68	15,2	14,67	3,58
	86	16,8	15,08	11,36
	104	18,7	15,78	18,46
	122	19,3	15,21	26,89

**Fuente:** elaboración propia.

A continuación, se consolidan los resultados obtenidos tras la realización de las correspondientes correcciones de gravedad API por temperatura y de acuerdo con las técnicas experimentales utilizadas en laboratorio para cada una de las muestras asignadas, con el objetivo de presentar el resultado final de gravedad API estimada, a través del uso de la **Ecuación 4**.

- **Procedimiento picnómetro.**

**Tabla 15.** Gravedad API estimada, procedimiento picnómetro.

Muestra	Temperatura (°F)	°API corregida por ecuación	°API corregida por tablas	% Error	°API estimada
TK-11-02A	68	18,26	18,32	0,32	18,29
TK-11-02B	68	16,36	16,5	0,80	16,43

**Tabla 15.** (Continuación).

Muestra	Temperatura (°F)	°API corregida por ecuación	°API corregida por tablas	% Error	°API estimada
TK-11-02D	68	17,06	17,2	0,78	17,13
TK-11-03A	68	17,36	17,5	0,77	17,43

Fuente: elaboración propia.

- **Procedimiento hidrómetro.**

**Tabla 16.** Gravedad API estimada, procedimiento hidrómetro.

Muestra	Temperatura (°F)	°API corregida por ecuación	°API corregida por tablas	% Error	°API estimada
TK-11-02A	68	14,77	14,9	0,85	19,20
	86	20,42	20,68	1,24	
	104	20,39	20,8	1,95	
	122	20,56	21,12	2,65	
TK-11-02B	68	14,67	14,8	0,85	14,95
	86	14,88	15,2	2,05	
	104	14,31	14,88	3,80	
	122	15,11	15,8	4,35	
TK-11-02D	68	14,67	14,8	0,85	15,24
	86	14,88	15,2	2,05	
	104	15,59	16,1	3,17	
	122	15,01	15,7	4,36	
TK-11-03A	68	14,67	14,8	0,85	15,39
	86	15,08	15,4	2,04	
	104	15,78	16,3	3,15	
	122	15,21	15,9	4,34	

Fuente: elaboración propia.

En miras de conocer la clasificación de gravedad API para cada una de las muestras de crudo suministradas para su correspondiente caracterización y análisis, la **Tabla 15** y **Tabla 16**, disponen del valor de gravedad API estimado, como producto de haber aplicado una serie de cálculos pertinentes de corrección por temperatura, en donde se reconoce que para las muestras de crudo obtenidas de los tanques de referencia TK-11-02A/B/D y TK-11-03A, se cuenta con una clasificación de crudo tipo pesado, catalogado dentro del rango de gravedad API de 10°-21,9°API. Es



importante indicar, un cierto grado de variación entre los valores obtenidos de gravedad API estimada, lo cual se presenta esencialmente por la metodología empleada para su determinación, bien sea por medio del uso de la técnica con picnómetro o hidrómetro; logrando reconocer una diferencia de 0,91°API para el TK-11-02A; 1,48°API para el TK-11-02B; 1,89°API para el TK-11-02D; y de 2,04 °API para el TK11-03A, evidenciando así, que independientemente de la técnica empleada, la clasificación de gravedad API para el crudo en estudio es equivalente, para este caso en particular, a razón del bajo grado de variación que se obtuvo.

**3.1.2 Determinación %BS&W.** Los resultados conseguidos en la determinación de %BS&W mediante técnica de centrifuga a partir de la **Ecuación 5**, se agrupan en la **Tabla 17**. Resultados prueba de centrifuga, resaltando por cada muestra representativa de los tanques, la zanahoria de la cual se obtuvo mayor volumen de agua separada y sedimentos.

**Tabla 17.** Resultados prueba con centrifuga.

Tanque	Demulsificante	Muestra	Lectura N°1 (ml)	%BS&W	Lectura N°2 (ml)	%BS&W	Lectura N°3 (ml)	%BS&W
TK-11-02A	D1	Con	1,4	5,6	1,6	6,4	2	8
		Sin	0,7	2,8	0,7	2,8	1	4
	D2	Con	0,65	2,6	1,5	6	1,7	<b>6,8</b>
		Sin	0,7	2,8	0,7	2,8	0,9	3,6
	D3	Con	0,7	2,8	1	4	1,2	4,8
		Sin	0,7	2,8	0,7	2,8	1,1	4,4
	D4	Con	1,05	4,2	1,5	6	1,65	6,6
		Sin	0,65	2,6	0,7	2,8	1,2	4,8
TK-11-02B	D1	Con	3,25	13	3,25	13	3,5	14
		Sin	1,45	5,8	2,3	9,2	2,5	10
	D2	Con	3	12	3,5	14	3,5	14
		Sin	1,5	6	3	12	3,25	13
	D3	Con	3,25	13	3,4	13,6	4	16
		Sin	1,5	6	3	12	3,5	14
	D4	Con	4	16	4,25	17	4,5	<b>18</b>
		Sin	2,5	10	3	12	3,25	13

**Tabla 17.** (Continuación).

Tanque	Demulsificante	Muestra	Lectura N°1 (ml)	%BS&W	Lectura N°2 (ml)	%BS&W	Lectura N°3 (ml)	%BS&W
TK-11-02D	D1	Con	6,75	27	7	28	7,25	29
		Sin	6	24	6	24	6	24
	D2	Con	6,8	27,2	7	28	7	28
		Sin	6	24	6,5	26	6,5	26
	D3	Con	6	24	6,25	25	7	28
		Sin	5,75	23	6	24	6	24
	D4	Con	7	28	7,5	30	7,5	<b>30</b>
		Sin	6,25	25	6,75	27	7	28
TK-11-03A	D1	Con	5,5	22	6	24	7	<b>28</b>
		Sin	2,5	10	3	12	3	12
	D2	Con	6,5	26	7	28	7	<b>28</b>
		Sin	3	12	3	12	3	12
	D3	Con	3,5	14	4,25	17	4,5	18
		Sin	2,5	10	3	12	3	12
	D4	Con	3,75	15	4	16	4	16
		Sin	2,75	11	3	12	3	12

**Fuente:** elaboración propia.

Como se puede evidenciar en los resultados de prueba de centrifuga, las muestras presentan en general un alto porcentaje de %BS&W a excepción de la muestra correspondiente al tanque 1102A cuya máxima separación de agua equivale a un 7% de %BS&W aproximadamente, esto podría ser indicativo de un fluido con una emulsión muy fuerte por lo que se obtendría una baja tasa de recuperación de crudo, sin embargo, esto debe ser corroborado con pruebas de botella y posterior validación en campo.

En general los demulsificantes adicionados demuestran su contribución al rompimiento y desestabilización de la emulsión presente en cada una de las muestras, en la medida en que en las zanahorias evaluadas con demulsificantes se evidencia una mayor caída de agua; adicionalmente, cada muestra presenta una respuesta diferente a los 4 demulsificantes evaluados, demostrando una afinidad singular para 1 demulsificante (filas resaltadas), los demulsificantes con mayor desempeño para cada muestra se presume serán los óptimos para su posterior

tratamiento, estos resultados deben ser corroborados especialmente con la realización de las pruebas de botella.

**3.1.3 Contenido de agua por destilación.** Los resultados obtenidos para la determinación de contenido de agua por destilación para cada una de las muestras obtenidas de FFE con base en la **Ecuación 8**, se presentan a continuación.

**Tabla 18.** Resultados contenidos de agua por destilación.

Muestra	Vol. Muestra (ml)	Vol. Agua (ml)	Contenido de agua (%)
TK-11-02A	25	0,3	1,2
TK-11-02B	25	0,4	1,6
TK-11-02D	25	1,0	4,0
TK-11-03A	25	0,6	2,4

**Fuente:** elaboración propia.

Como resultado de la aplicación de la técnica de determinación de contenido de agua en crudo a través del método de destilación, es posible realizar un comparativo con los resultados obtenidos por la técnica con centrifuga, y así, confirmar la relación directa que presentan ambas métodos para el reconocimiento de la cantidad de agua presente en las muestras en análisis, de lo cual, se puede inferir que para las muestras de crudo provenientes de los tanques TK-11-02A/BD y TK-11-03A, se cuenta con valores de contenido de agua elevados, y por ende, fuera del parámetro permisible de %BS&W (0,5%), en donde se destacan los tanque TK-11-02D y TK-11-03A, los cuales presentan los contenidos de agua más altos e iguales a 4% y 2,4%, respectivamente, lo que se reafirma con los valores generados en la técnica con centrifuga.

**3.1.4 Pruebas de botella.** En la **Tabla 19**. Caracterización tanques TK-11-02A/B/D y TK-11-03A, se listan los resultados obtenidos de la caracterización de las muestras representativas de los tanques para la posterior realización de las pruebas de botellas. En la **Tabla 20**. Resultados pruebas de botella, se compilan los resultados obtenidos resaltando por cada muestra representativa de los tanques, la formulación química con mejores resultados.

**Tabla 19.** Caracterización tanques TK-11-02A/B/D y TK-11-03A.

Muestra	Agua libre	Emulsión	Sedimentos	Total
TK-1102A	7,7	12	0,3	20
TK-1102B	15,6	10	0,4	26
TK-11-02D	29,5	18	0,5	48
TK-11-03A	27,5	16	0,5	44

**Fuente:** elaboración propia.

**Tabla 20.** Resultados Pruebas de Botella.

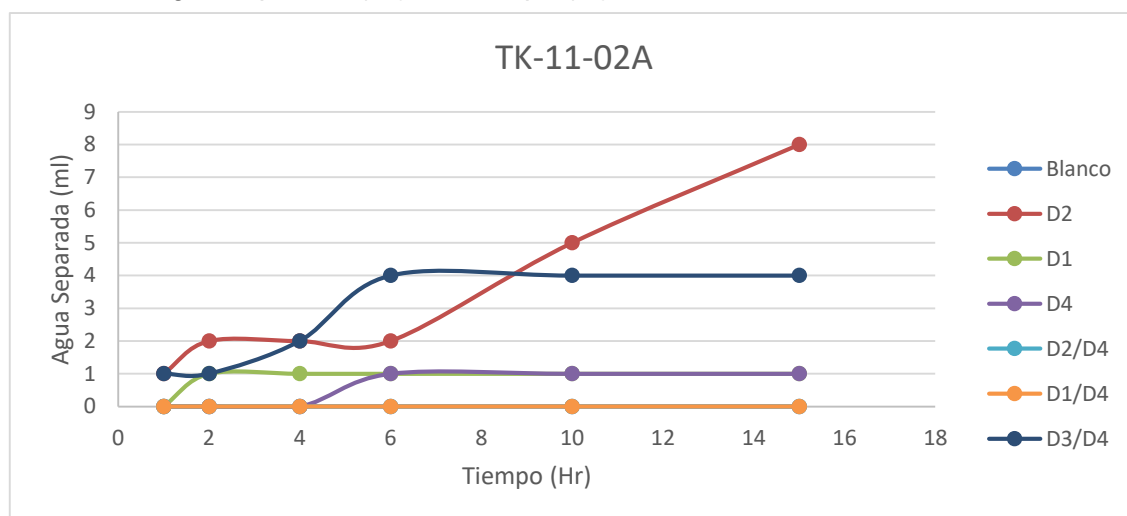
Ref. TK	Química	PPM	Tiempo de separación (Hr)					
			1	2	4	6	10	15
			Agua separada (ml)					
TK-11-02A	Blanco	-	0	0	0	0	0	0
	D2	1000	1	2	2	2	5	8
	D1	1000	0	1	1	1	1	1
	D4	1000	0	0	0	1	1	1
	D2/D4	500/500	0	0	0	0	0	0
	D1/D4	500/500	0	0	0	0	0	0
	D3/D4	500/500	1	1	2	4	4	4
TK-11-02B	Blanco	-	0	0	0	0	0	0
	D2	1000	0	0	2	3	4	4
	D1	1000	0	1	2	2	3	4
	D4	1000	3	3	3	3	5	8
	D2/D4	500/500	0	0	1	1	2	3
	D1/D4	500/500	1	1	1	1	1	1
	D3/D4	500/500	0	0	2	2	2	2
TK-11-02D	Blanco	-	0	0	0	0	0	0
	D2	1000	3	3	3	3	3	3
	D1	1000	1	1	3	5	5	5
	D4	1000	1	1	1	2	2	2
	D2/D4	500/500	0	0	1	2	2	2
	D1/D4	500/500	1	1	1	1	1	1
	D3/D4	500/500	0	0	2	3	3	3
TK-11-03A	Blanco	-	0	0	0	0	0	0
	D2	1000	3	3	3	3	5	10
	D1	1000	3	3	3	5	5	10
	D4	1000	1	1	1	3	3	3
	D2/D4	500/500	1	1	1	3	3	5
	D1/D4	500/500	1	1	1	3	3	3
	D3/D4	500/500	1	1	1	1	1	1

**Fuente:** elaboración propia.

Se evidencia en las pruebas de botella que las muestras pueden presentar una emulsión fuerte pues luego de 15 horas de prueba, estas soltaron un volumen de agua correspondiente entre el 5 y 10% de la muestra total, sin embargo, se deben evaluar los resultados obtenidos junto a las mediciones THIEF para determinar si efectivamente las muestras luego del tratamiento aún se encuentran emulsionadas o si por el contrario, las muestras soltaron el agua necesaria y el volumen restante corresponde a crudo recuperable.

En adición, con base en Dosunmu et al<sup>41</sup>; se elaboran los siguientes gráficos en busca de representar, para cada una de las muestras, la cantidad de agua en mililitros separada (Eje y) en función del tiempo (Eje x), de acuerdo a los diferentes demulsificantes dosificados, esto a manera de visualizar el comportamiento y efectividad de cada uno de los productos químicos en la desestabilización del sistema coloidal.

**Gráfica 4.** Agua separada (ml) Vs Tiempo (hr), TK-11-02A.



**Fuente:** elaboración propia.

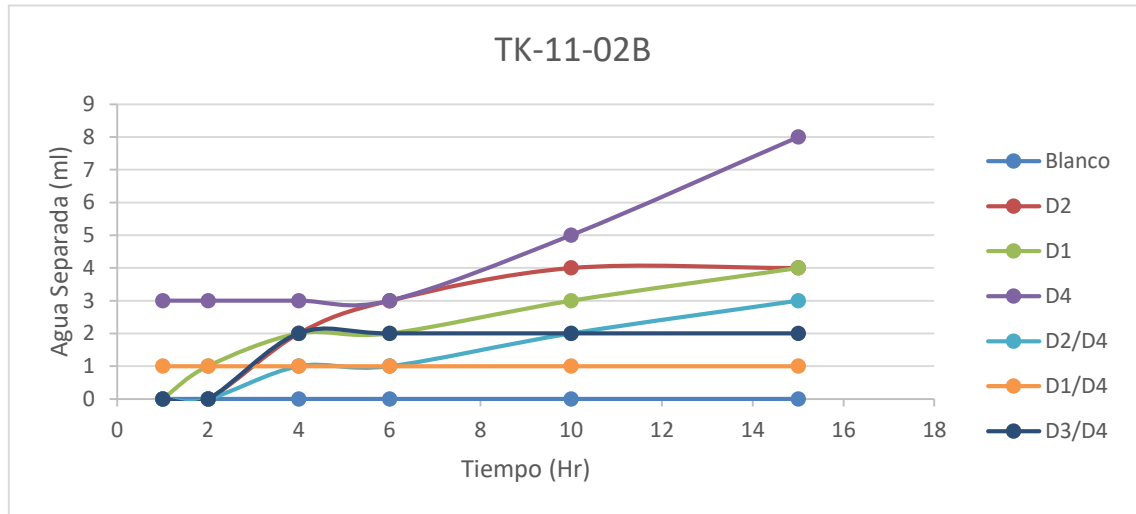
Se evidencia a partir de la **Gráfica 4**, que el demulsificante D2 es el que ofrece mejores resultados para el tratamiento del FFE almacenado en el tanque TK-11-02A, pues a un tiempo de 15 horas se obtiene la mayor cantidad de agua separada (8 ml) respecto a los demás productos, sin embargo, cabe destacar que el demulsificante mantiene una baja caída de agua durante las primeras 6 horas de la prueba, luego de este tiempo la caída de agua y por tanto el efecto del producto en la emulsión comienza a destacar de manera significativa frente a los demás demulsificantes. Adicionalmente, como se demuestra en la gráfica, el demulsificante D2, aunque es el que obtiene mejores resultados, al ser combinado junto con el producto D4 no presenta caída de agua libre lo que brinda un indicativo de que, para esta muestra, el tratamiento químico debe realizarse exclusivamente con este producto (sin combinaciones). No obstante, se evidencia que la curva generada con la combinación de los productos D3 y D4 ofrece los segundos mejores resultados de la prueba, pues esta botella durante las primeras 6 horas presenta el mayor volumen de agua libre separado, por tanto, teniendo en cuenta que el demulsificante D3 no se analizó de manera aislada se recomienda realizar pruebas

<sup>41</sup> DOSUNMU, A; OTIKIRI, A.E; FAKETE, P.O. Evaluation of emulsion treatment using different Demulsifiers. SPE 162969. [En línea]. Port Harcourt, Nigeria: SPE, 2012. p. 4. [Consultado 20 de septiembre de 2019]. Disponible en: <https://www.onepetro.org/download/conference-paper/SPE-162969-MS?id=conference-paper%2FSPE-162969-MS>

de laboratorio adicionales tanto con el producto puro como su mezcla con el D2 con el fin de verificar el comportamiento de la emulsión con esta combinación.

Los demulsificantes D1 y D4, así como la muestra limpia, no ofrecen resultados óptimos para ser considerados en el tratamiento químico al FFE almacenado en el tanque de referencia 1102A pues su caída de agua es significativamente menor (y en algunos casos nula) frente a los resultados analizados previamente.

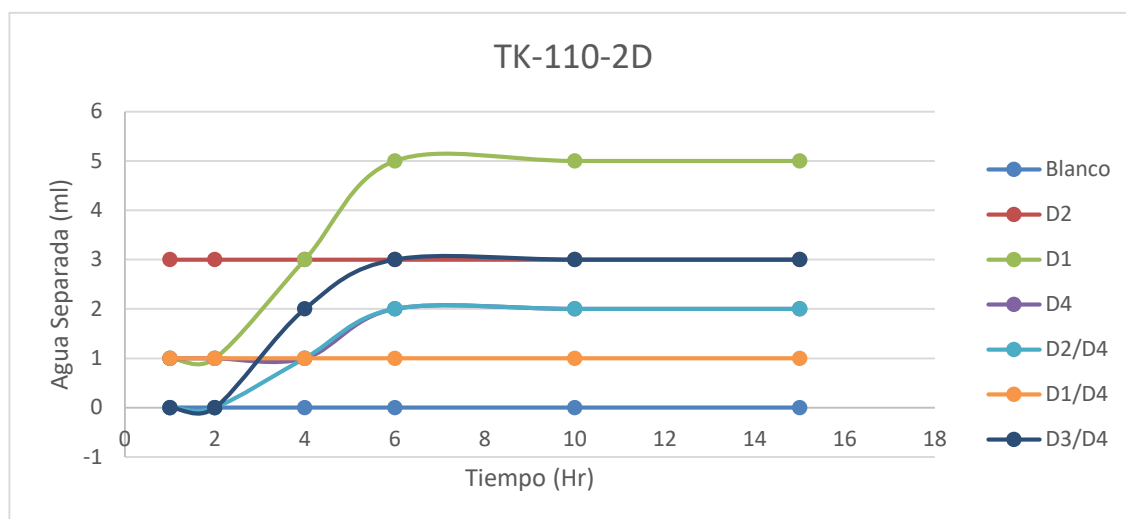
**Gráfica 5.** Agua separada (ml) Vs Tiempo (hr), TK-11-02B.



**Fuente:** elaboración propia.

Se evidencia a partir de la **Gráfica 5**, que el demulsificante D4 es el que ofrece mejores resultados para el tratamiento del FFE almacenado en el tanque TK-11-02B, pues a un tiempo de 15 horas se obtiene la mayor cantidad de agua separada (8 ml) respecto a los demás productos, del mismo modo que la muestra del tanque 1102 A, el producto comienza a presentar un aumento significativo y constante de caída de agua a partir de la sexta hora de la prueba, no obstante, previamente ya demostraba buena efectividad con la muestra, pues desde el inicio de la prueba ya había superado o igualado el resultado final de los demás demulsificantes. Se destaca en esta prueba la variabilidad de resultados, pues a diferencia de la anterior, cada producto ofrece un rendimiento diferente frente a la emulsión. Se puede destacar adicionalmente, que las botellas estudiadas con un único producto ofrecen los mejores resultados para esta muestra, como se puede observar en la gráfica los demulsificantes D1 y D2, aunque tienen comportamientos distintos a lo largo de la prueba, son los que ofrecen los segundos mejores resultados de la misma, por el contrario, las botellas analizadas con las diferentes combinaciones de los productos, obtuvieron inferior caída de agua respecto a los demás, en consecuencia, tanto la combinación de productos como la muestra limpia no ofrecen resultados óptimos para ser considerados en el tratamiento químico al FFE almacenado en el tanque de referencia 1102B.

**Gráfica 6.** Agua separada (ml) Vs Tiempo (hr), TK-11-02D.



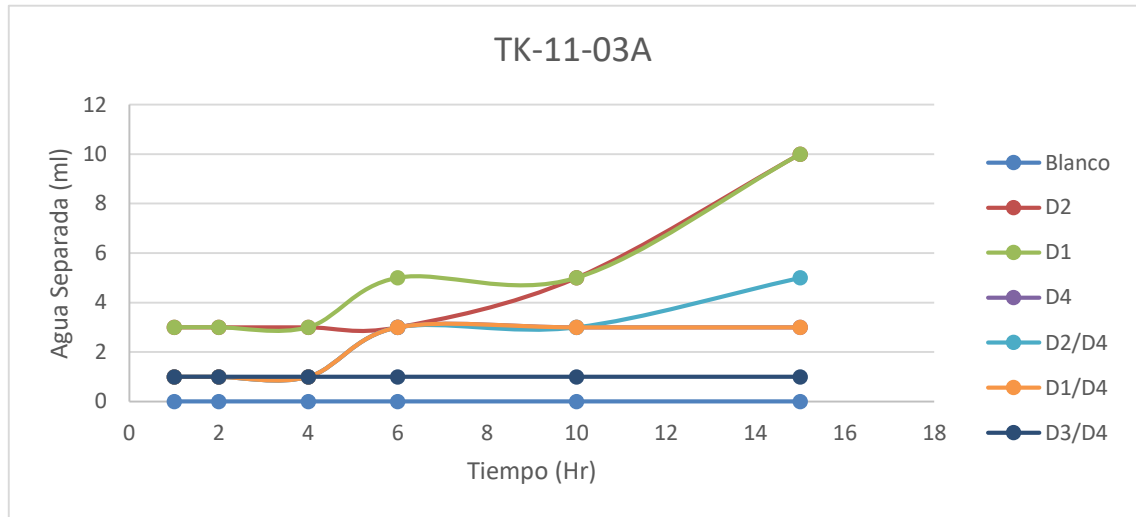
**Fuente:** elaboración propia.

Se evidencia a partir de la **Gráfica 6**, que el demulsificante D1 es el que ofrece mejores resultados para el tratamiento del FFE almacenado en el tanque TK-11-02A, pues a un tiempo de 15 horas se obtiene la mayor cantidad de agua separada (5 ml) respecto a los demás productos. Se puede observar a partir de esta grafica que la mayoría de muestras presentan el mismo comportamiento, en donde se evidencia en las primeras 6 horas de la prueba un aumento constante de la caída de agua de las botellas, luego de este lapso y hasta el final de la prueba, no se registra en ninguna botella caída adicional de agua. Se puede destacar el demulsificante D2 como el segundo mejor resultado para la prueba pues, aunque la combinación D3/D4 alcanza el mismo volumen separado de agua, se destaca en el D2 alta efectividad en la emulsión desde el inicio de la prueba. Adicionalmente, como se demuestra en la gráfica, el demulsificante D1 aunque es el que obtiene mejores resultados, al ser combinado junto con el producto D4 no presenta caída de agua libre significativa, por tanto, del mismo modo que los resultados obtenidos con la muestra del tanque 1102A, el tratamiento químico debe realizarse exclusivamente con el producto puro, no obstante, se evidencia que la curva generada con la combinación de los productos D3 y D4, aunque con diferente comportamiento respecto al D2, se encuentra dentro de los segundos mejores resultados de la prueba, por tanto, teniendo en cuenta que el demulsificante D3 no se analizó de manera aislada se recomienda realizar pruebas de laboratorio adicionales tanto con el producto puro como su mezcla con el D1 con el fin de verificar el comportamiento de la emulsión con esta combinación.

El demulsificante D4, así como las combinaciones D2/D4, D1/D4 y la botella con la muestra limpia, no ofrecen resultados óptimos para ser considerados en el tratamiento químico al FFE almacenado en el tanque de referencia 1102D pues su

caída de agua es significativamente menor (y en algunos casos nula) frente a los resultados analizados previamente.

**Gráfica 7.** Agua separada (ml) Vs Tiempo (hr), TK-11-03A.



Fuente: elaboración propia.

Se evidencia a partir de la **Gráfica 7**, que tanto el demulsificante D1 como el D2 ofrecen buenos resultados para el tratamiento del FFE almacenado en el tanque TK-11-03A, pues a un tiempo de 15 horas se obtiene la mayor cantidad de agua separada (10 ml) respecto a los demás productos, sin embargo, se escoge el demulsificante D1 como el óptimo para el tratamiento de este crudo pues, se observa un rompimiento de la emulsión más acelerado. Se evidencia que la mayoría de los productos comienzan a tener un efecto significativo en la muestra luego de transcurridas 6 horas de la prueba, como es el caso del producto D2; En esta prueba se determina un cambio considerable en el comportamiento de las curvas tanto en la cuarta, sexta y décima hora de la prueba, como es el caso del demulsificante D1 el cual registra un volumen constante de agua hasta la cuarta hora de la prueba, posteriormente se registra un aumento de caída de agua en un lapso de 2 horas, volumen que se mantiene nuevamente constante hasta llegar a la décima hora donde se presenta de nuevo un aumento en el volumen de agua separada. En el caso de esta prueba, así como la de las muestras de los tanques 1102A/B se recomienda dejar mayor tiempo la prueba hasta que la caída de agua se mantenga constante, y de esta forma poder tener mayor certeza sobre el producto óptimo para el tratamiento de la muestra, así como el aproximado de recuperación de crudo del volumen total de FFE.

Para esta muestra, el demulsificante D4, así como las combinaciones D1/D4, D3/D4 y la botella con la muestra limpia, no ofrecen resultados óptimos para ser considerados en el tratamiento químico al FFE almacenado en el tanque de



referencia 1103A pues su caída de agua es significativamente menor (y en algunos casos nula) frente a los resultados analizados previamente.

Finalmente, de acuerdo a los resultados recopilados en la **Tabla 20**, y las **Gráficas 4, 5, 6 y 7**, los productos que tuvieron mejor desempeño tanto en las pruebas de centrifuga como en las pruebas de botella y, por ende, los recomendados para realizar tratamiento térmico y químico de los fluidos fuera de especificaciones almacenados en los tanques TK-11-02A/B/D y TK-11-03A, se exponen a continuación en la **Tabla 21**.

**Tabla 21.** Productos Seleccionados para el tratamiento químico.

Muestra	Producto	Dosis (PPM)
TK-11-02A	D2	1.000
TK-11-02B	D4	1.000
TK-11-02D	D1	1.000
TK-11-03A	D1	1.000

**Fuente:** elaboración propia.

Las mediciones THIEF realizadas durante la ejecución de las pruebas de botella ofrecen un indicativo del porcentaje de crudo recuperable por muestra, estas mediciones fueron tomadas en el tope de la muestra y al 50% de la botella según recomendaciones técnicas del ingeniero de tratamiento químico, adicionalmente, se realizaron pruebas de centrifuga de las muestras con y sin rompedor universal para verificar la existencia de fluido emulsionado (celdas *con rompedor* y *sin rompedor* respectivamente). La **Tabla 22** compila los datos obtenidos a partir de estas mediciones.

**Tabla 22.** Resultados mediciones THIEF.

Muestra	Sección	THIEF			Estimado de recuperación por THIEF	Estimado de recuperación final
		Sin rompedor		Con rompedor		
		H2O	B.S	H2O		
TK-11-02A	Tope	0,1	0	0,1	50 %	30%
	50% (@50ml)	0,1	0	0,1		
TK-11-02B	Tope	0,1	0	0,1	50%	30%
	50% (@50ml)	0,1	0	0,1		

**Tabla 22.** (Continuación).

Muestra	Sección	THIEF			Estimado de recuperación por THIEF	Estimado de recuperación final
		Sin rompedor		Con rompedor		
		H2O	B.S	H2O		
TK-11-02D	Tope	0,1	0	0,1	-	-
	50% (@50ml)	3	8	10		
TK-11-02D	Tope	0,1	0	0,1	30%	20%
	30% (@70ml)	0,15	0	0,15		
TK-11-03A	Tope	0,1	0	0,1	50%	30%
	50% (@50ml)	0,1	0	0,1		

**Fuente:** elaboración propia

Como se puede observar en la **Tabla 22**, se obtienen mediciones del 0.1% de %BS&W a una altura de 50 ml para las muestras de los tanques TK-11-02A/B y TK-11-03A lo que representaría un estimado de recuperación del 50% del volumen total de los tanques, sin embargo, en la medida en que esta medición es un aproximado teórico a condiciones ideales, el porcentaje final de recuperación se estima por debajo del valor obtenido a partir de las pruebas y según recomendaciones del ingeniero de tratamiento químico, todo en busca de poder evaluar la validación del proyecto bajo condiciones más realistas.

En el caso de los resultados obtenidos a partir de la muestra del tanque TK-11-02D se obtuvo un 3% de %BS&W a una altura de 50 ml, lo que indica que a esta altura la muestra aún no se encuentra bajo las condiciones requeridas por la empresa para la recuperación, por tal razón se realizaron mediciones adicionales, determinando finalmente un porcentaje de recuperación teórico de crudo del 30% (Medición 0.15% de %BS&W @ 70ml de la muestra), nuevamente, el porcentaje final de recuperación se estima por debajo del valor obtenido a partir de las pruebas y según recomendaciones del ingeniero de tratamiento químico, en busca de poder evaluar la validación del proyecto bajo condiciones más realistas.

De acuerdo a los resultados obtenidos en las pruebas de laboratorio y como se indica en la **Tabla 21**, se obtienen los demulsificantes adecuados para realizar el tratamiento químico y térmico al volumen de FFE almacenado en los tanques de referencia 1102A/B/D y 1103A, adicionalmente los resultados de las mediciones THIEF ofrecen un indicio del volumen de crudo recuperable de los tanques. Estos resultados serán verificados y debidamente analizados con la aplicación del *Manual*

de Operaciones para la Recuperación de Crudo a partir de FFE en la Estación “A” como validación del proyecto.

### 3.3 RESULTADOS CRUDO RECUPERADO A TRAVÉS DE LA PRUEBA PILOTO

Se pone a disposición, los resultados obtenidos mediante la realización de la prueba piloto en la Estación “A”, para la recuperación de crudo a partir de FFE, a partir de la aplicación del *Manual de Operaciones para la Recuperación de Crudo a partir de FFE* propuesto, al volumen total de fluido almacenado en los tanques que se han venido analizando previamente.

**Tabla 23.** Resultados validación a través de la implementación del manual de operaciones.

Tanque	volumen FFE (Bbls)	Estimado recuperación FR Thief (%)	Crudo recuperado (Bbls)	Estimado recuperación FR validación (%)	Ganancia (55 USD/Bbl)
TK-11-02A	1.405,14	30	533,67	37,98	\$29.351,97
TK-11-02B	1.423,23	30	553,07	38,86	\$30.418,69
TK-11-02D	1.250,59	20	307,14	24,56	\$16.892,97
TK-11-03A	60,60	30	25,99	42,89	\$1.429,52
	4.139,56	-	1.419,88	-	\$78.093,16

**Fuente:** elaboración propia.

Como se observa en la **Tabla 23**, como resultado de la prueba piloto, se alcanza para todos los casos, un estimado de recuperación mayor al planteado inicialmente a través de la prueba Thief, en donde se conoce un aumento en el FR para los tanques de referencia: TK-11-02A de 7,98; TK-11-02B de 8,86; TK-11-02D de 4,56 y para el TK-11-03A de 10,89 puntos porcentuales. Con una media de recuperación asociada a la validación igual a 36,07%; obteniendo así, un beneficio económico para la empresa de \$78.093,16, por la incorporación de un volumen de crudo de 1.419,88 Bbls, a un costo por barril de 55 USD/Bbl en promedio.

De manera que al reconocer el estimado de recuperación obtenido tras la realización de la validación, evidenciado en la **Tabla 23**, para cada una de los tanques evaluados, se plantea un balance de masa en el que es posible reconocer: el factor de recuperación de crudo, borra residual y agua libre o drenada del sistema. El planteamiento anterior, se denota en la siguiente tabla.

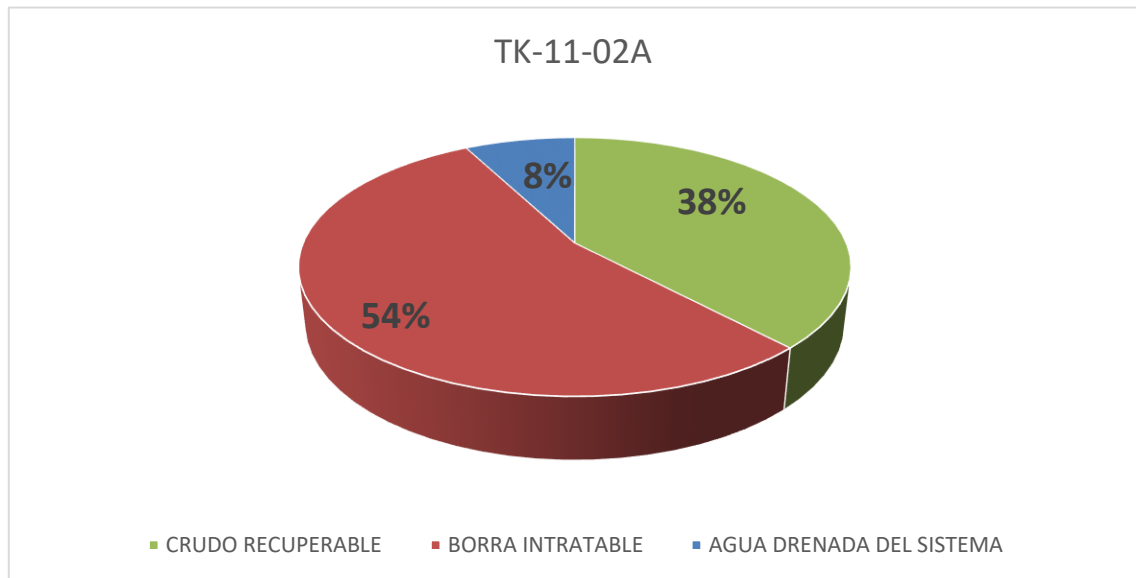
**Tabla 24.** Balance de masa según prueba piloto.

Tanque	Volumen FFE (Bbls)	Crudo recuperado (Bbls)	Crudo recuperable (%)	Borra residual (Bbls)	Borra residual (%)	Agua drenada del sistema (Bbls)	Agua drenada del sistema (%)
TK-11-02A	1.405,14	533,67	37,98	763,27	54,32	108,20	7,70
TK-11-02B	1.423,23	553,07	38,86	648,14	45,54	222,02	15,60
TK-11-02D	1.250,59	307,14	24,56	574,52	45,94	368,92	368,92
TK-11-03A	60,60	25,99	42,89	17,94	29,61	16,67	27,50
<b>Total</b>	4.139,56	1.419,8	36,07	2.003,8	43,85	715,81	20,07

**Fuente:** elaboración propia.

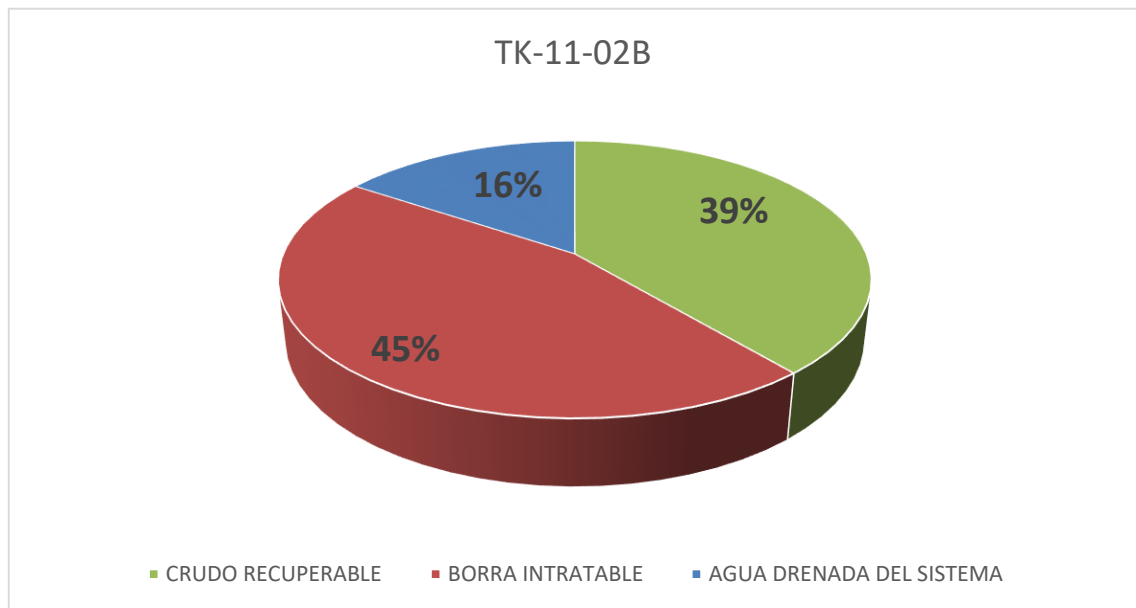
A modo de precisar la proporción que representa cada una de las categorías mencionadas previamente en la **Tabla 24**, sobre: crudo recuperable, borra residual y agua drenada del sistema, respecto a un volumen de fluido total para cada uno de los tanques, se dispone de los siguientes gráficos tipo torta.

**Gráfica 8.** Balance de masa TK-11-02A.



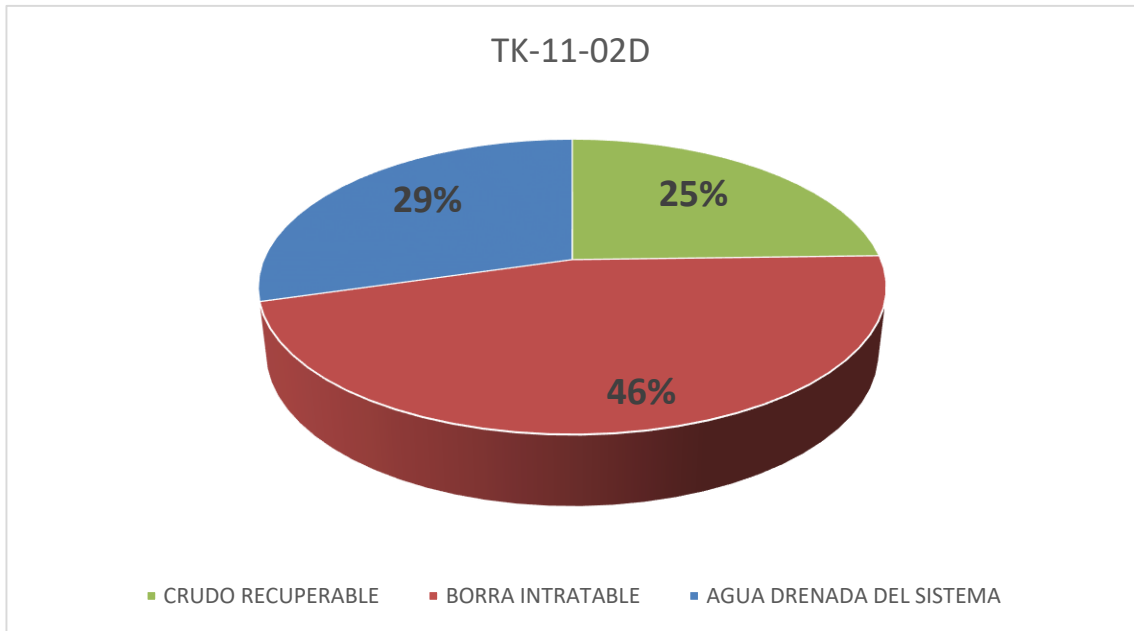
**Fuente:** elaboración propia.

**Gráfica 9.** Balance de masa TK-11-02B.



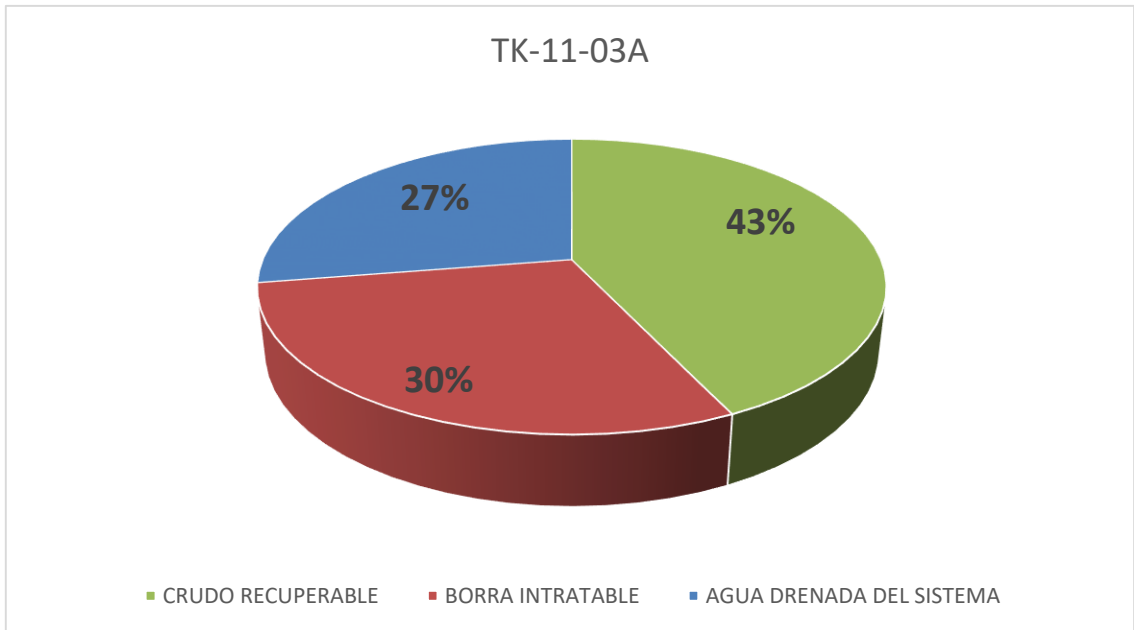
**Fuente:** elaboración propia.

**Gráfica 10.** Balance de masa TK-11-02D.



**Fuente:** elaboración propia.

**Gráfica 11.** Balance de masa TK-11-03A.



**Fuente:** elaboración propia.

Con la **Gráfica 8, 9, 10 y 11**, se visualiza el balance de materia realizado para los tanques, lo cual permiten indagar que, posterior al tratamiento químico – térmico aplicado a los fluidos según lineamientos establecidos en el *Manual de Operaciones para la Recuperación de Crudo a partir de FFE*, y en conjunto con las pruebas de

laboratorio de caracterización de fluidos y pruebas de botella; la presencia de borra residual, es uno de los productos generados pos tratamiento, que en mayor medida se genera en el sistema, puesto que corresponde a un 43,85% (1.815,19 Bbls), del volumen total de fluido tratado (4.139,56 Bbls), el cual, es dispuesto finalmente para el área de biorremediación. Seguido de, un volumen de agua libre o drenada del sistema de 715, 81 Bbls que igualmente debe ser dispuesto para su tratamiento.

Por otra parte, se menciona el caso particular de los resultados obtenidos en el tanque TK-11-03A, **Gráfica 11**, en el que se evidencia el mayor factor de recuperación de crudo, en contraste con los demás tanques involucrados en el desarrollo de la prueba piloto, lo cual se puede encontrar vinculado a los resultados obtenidos en las pruebas de laboratorio de determinación de %BS&W, botellas y Thief, en las que se pronosticaba la mayor recuperación de crudo, posiblemente, relacionado con un tipo de emulsión débil y de fácil desestabilización. Que, a su vez presenta el menor contenido de borra 30% equivalente a 17,94 Bbls.

A continuación, a forma de presentar la relevancia de la implementación del *Manual de Operaciones para la Recuperación de Crudo a partir de FFE*, se realiza un paralelo entre el FR de recuperación actual manejado por la compañía y el FR obtenido de manera práctica con la validación en campo.

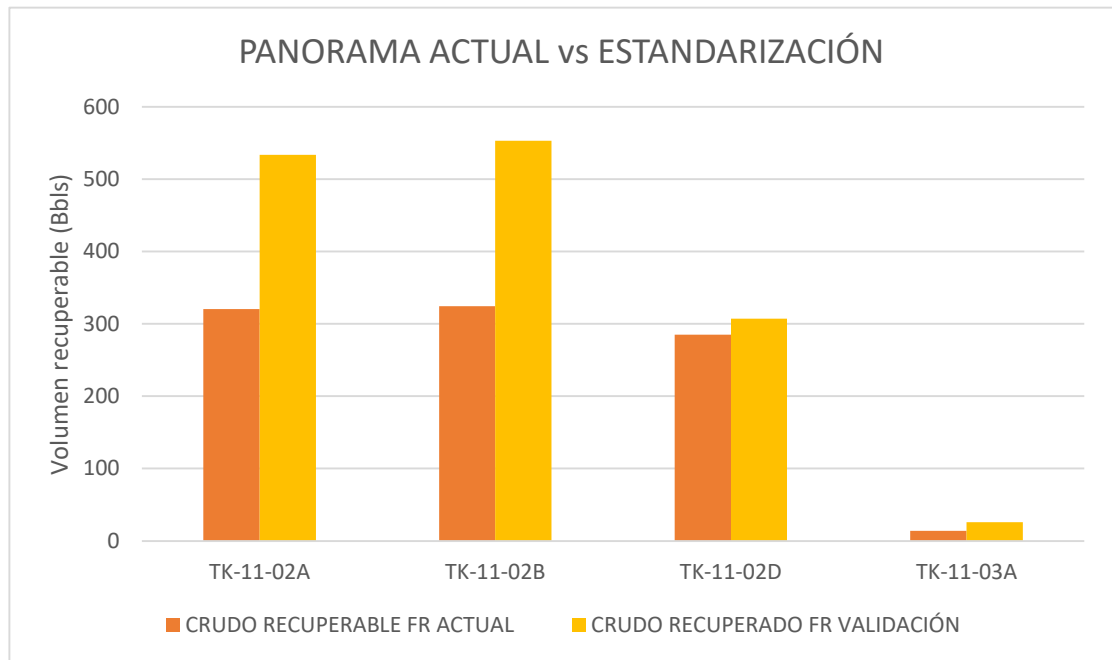
**Tabla 25.** Factor de recuperación actual y de validación.

Tanque	Volumen FFE (Bbls)	Estimado de recuperación FR actual (%)	Crudo recuperable actual (Bbls)	Estimado de recuperación FR validación (%)	Crudo recuperado validación (Bbls)
TK-11-02A	1.405,14	22,79	323,18	37,98	533,67
TK-11-02B	1.423,23	22,79	327,34	38,86	553,07
TK-11-02D	1.250,59	22,79	287,63	24,56	307,14
TK-11-03A	60,60	22,79	13,93	42,89	25,99
<b>Total</b>	4.139,56	-	943,41	-	1.419,8

**Fuente:** elaboración propia.

Con los datos establecidos en la **Tabla 25**, se genera el siguiente gráfico.

**Gráfica 12.** Panorama de recuperación de crudo actual Vs validación.



**Fuente:** elaboración propia.

Con la **Gráfica 12**, es posible identificar como con la aplicación del manual de operaciones diseñado en este proyecto, la recuperación de crudo a partir de FFE, es notoriamente significativa respecto al volumen de recuperación manejado por la empresa en la actualidad. En donde en promedio, por la relación de FR estandarizado y FR sin estandarización se están adicionando 1,51 barriles de crudo al sistema, es decir, que con la utilización de la metodología propuesta en el manual de operaciones se incorporaron 476,46 Bbls.

### 3.4 PROYECCIÓN DEL VOLUMEN TOTAL DE CRUDO RECUPERABLE

Con la cuantificación de volumen de crudo almacenado en la Estación “A”, y haciendo uso de los resultados obtenidos durante la implementación del manual de operaciones en campo; se plantea a continuación la proyección de crudo recuperable que conllevaría el tratamiento del volumen restante de fluido fuera de especificaciones almacenado en la estación.

Es importante destacar que la proyección de recuperación de crudo se realizó tomando en cuenta el porcentaje promedio de recuperación (36%) obtenido a partir de la validación del proyecto con la implementación del *Manual de operaciones para la recuperación de crudo a partir de FFE en la Estación “A”*. Sin embargo, como se denota en la propia realización del proyecto, el tratamiento de cada tanque y/o



volumen específico de FFE, implica el tratamiento de diferentes tipos de emulsiones, que deberán ser caracterizadas, analizadas según pruebas de laboratorio y posteriormente tratadas respectivamente según su composición y naturaleza, por lo que la proyección propuesta en la **Tabla 26** es únicamente una aproximación y está sujeta a variabilidad según la naturaleza de los fluidos. Teniendo en cuenta esto, se propone a continuación el balance ideal de tratamiento a FFE de acuerdo al volumen requerido a tratar mensualmente para evacuar en un lapso de 1 año el volumen total de fluido acumulado en la estación, tomando en cuenta el promedio de volumen de FFE adicionado al sistema mensualmente.

**Tabla 26.** Proyección de tratamiento ideal para evacuar volumen de FFE almacenado en la Estación “A”.

Mes	FFE promedio adicionado al sistema (Bbls)	FFE almacenado (Bbls)	Tratamiento recomendado (Bbls)	Estimado de recuperación de crudo (Bbls)	Ganancia estimada (55 USD/Bbl)
0	-	3.080,82			
1	488,028	3.568,85	812,47	293,06	\$16.118,161
2	488,028	3.244,41	812,47	293,06	\$16.118,161
3	488,028	2.919,97	812,47	293,06	\$16.118,161
4	488,028	2.595,53	812,47	293,06	\$16.118,161
5	488,028	2.271,09	812,47	293,06	\$16.118,161
6	488,028	1.946,64	812,47	293,06	\$16.118,161
7	488,028	1.622,20	812,47	293,06	\$16.118,161
8	488,028	1.297,76	812,47	293,06	\$16.118,161
9	488,028	973,32	812,47	293,06	\$16.118,161
10	488,028	648,88	812,47	293,06	\$16.118,161
11	488,028	324,44	812,47	293,06	\$16.118,161
12	488,028	0,00	812,47	293,06	\$16.118,161

**Fuente:** elaboración propia.

Se evidencia a partir de la **Tabla 26**, que, considerando un aproximado de 488 Bbls de FFE adicionados mensualmente a la estación, se requiere tratar un volumen cercano a 812,47 Bbls cada mes durante 12 meses para liberar todo el volumen de fluido fuera de especificaciones acumulado en la estación. El volumen de tratamiento recomendado fue calculado para un lapso de 12 meses teniendo en cuenta el volumen de FFE almacenado a la fecha y la adición mensual promedio de fluidos al sistema (dato calculado a partir del histórico de los tanques expuesto en la **Tabla 3**). Es importante destacar que el balance de tratamiento propuesto representa una recuperación de aproximadamente 3.516,69 Bbls de crudo, lo que significaría para la compañía más de 193.417 USD de ingresos adicionales.

Se debe tener en cuenta que, una vez tratado y evacuado el volumen total de FFE almacenado en la Estación "A" tal como se propone en la **Tabla 26**, se debe tener un balance de tratamiento en función de la adición mensual de fluidos al sistema, todo en búsqueda de que la compañía cuente con un tratamiento de FFE continuo y de esta forma evitar futuras acumulaciones.

### **3.5 ANÁLISIS FINANCIERO**

Con base en los fundamentos teóricos de ingeniería financiera presentados con anterioridad en la sección de metodología, se presenta la información requerida para la evaluación económica del presente proyecto de grado bajo los indicadores económicos de relación B/C y VPN, los cuales serán evaluados en 3 principales escenarios donde:

- **Escenario 1:** Corresponde al tratamiento de FFE previo a la estandarización del proceso.
- **Escenario 2:** Corresponde al tratamiento de FFE posterior a la estandarización del proceso.
- **Escenario 3:** Corresponde al tratamiento de FFE por medio de una empresa externa.

**3.5.1 Costos.** Los siguientes escenarios, disponen de los costos asociados al tratamiento de Fluidos Fuera de Especificaciones, según concepto relacionado a esta operación.

**3.5.1.1 Costos escenario 1.** Referente a los costos generados en el tratamiento de FFE, previo a la estandarización.

Para el presente escenario, no se tienen en cuenta costos de inversión, dado que la compañía ya contaba con los equipos y maquinaria necesaria para realizar el tratamiento químico y térmico al FFE. Por tanto, para realizar el análisis de B/C, se considerarán únicamente los costos relacionados con mantenimiento y operación del proceso los cuales contemplan: insumos para el tratamiento químico, mano de obra, consumo de crudo en caldera asociado a la operación del tratamiento térmico, así como costos referentes a utilización de equipos de laboratorio.

**Tabla 27.** Costos asociados al tratamiento químico escenario 1.

Concepto	Costo por galón (USD)	Volumen dosificado (gal)	Costo total (USD)
Demulsificante D1	20	55,1462	1.103
Demulsificante D2	23	59,0976	1.359
Demulsificante D4	18	59,8584	1.077
<b>Total</b>	-	174,1022	3.539

Fuente: elaboración propia.

**Tabla 28.** Costos de mano de obra escenario 1.

Recurso humano	No. personas	Costo / hora (USD)	Horas hombre	Costo total (USD)
Ingeniero de tratamiento	1	13	12	156
Operarios	2	7,5	12	90
<b>Total</b>	-	-	-	246

Fuente: elaboración propia.

**Tabla 29.** Costos de operación escenario 1.

Concepto	Unidad	Costo unitario (USD)	Cantidad (Bbls/h)	Horas de operación	Costo total (USD)
<b>Operación caldera</b>					
Tanque	TK-11-02A	Bbls	55	40	8.800
	TK-11-02B	Bbls	55	40	8.800
	TK-11-02D	Bbls	55	40	8.800
	TK-11-03A	Bbls	55	40	8.800
<b>Equipos de Laboratorio</b>	-	-	-	-	1.048
<b>Total</b>					36.248

Fuente: elaboración propia.

Finalmente, el costo total de mantenimiento y operación para el tratamiento se obtiene al sumar los costos totales referentes a tratamiento químico, mano de obra y costos de operación.

**Tabla 30.** Costos de mantenimiento y operación CMO, escenario 1.

<b>Costo</b>	<b>Valor (USD)</b>
Tratamiento químico	3.539
Mano de obra	246
Operación	36.248
<b>Total</b>	<b>40.033</b>

**Fuente:** elaboración propia.

**3.5.1.2 Costos escenario 2.** Corresponde a los costos generados por el tratamiento de fluidos, como producto de la implementación en campo de la estandarización del proceso a través del *Manual de Operaciones para la Recuperación de Crudo a partir de FFE*.

Para este escenario, se tendrán en cuenta los costos de inversión asociados a la ingeniería del proyecto, como se muestra a continuación.

**Tabla 31.** Costos de inversión, escenario 2.

<b>Talento humano</b>	<b>No. personas</b>	<b>Horas/hombre</b>	<b>Costo/Hora (USD)</b>	<b>Valor total (USD)</b>
Proponentes	2	240	5,98	2.873,38
Director	1	32	17,95	574,68
<b>Fungibles</b>	<b>Unidad</b>	<b>Cantidad</b>	<b>Valor unitario (USD)</b>	<b>Valor total (USD)</b>
Papel	Resma	2	3,59	7,18
Tinta	Tóner	3	3,59	10,77
Empastado	Unidad	1	3,59	3,59
Libros, Artículos	Unidad	-	-	269,38
<b>Total, gastos de fungibles</b>				<b>290,93</b>
<b>Costos de ingeniería</b>				<b>3.738,989</b>

**Fuente:** elaboración propia.

Adicionalmente, los costos de mantenimiento y operación serán calculados a partir de: insumos para el tratamiento químico, mano de obra, consumo de crudo en caldera asociado a la operación del tratamiento térmico, así como costos referentes a utilización de equipos de laboratorio.

**Tabla 32.** Costos asociados al tratamiento químico escenario 2.

Concepto	Costo por galón (USD)	Volumen dosificado (gal)	Costo total (USD)
Demulsificante D1	20	55,1462	1.103
Demulsificante D2	23	59,0976	1.359
Demulsificante D4	18	59,8584	1.077
<b>Total</b>	-	174,1022	3.539

Fuente: elaboración propia.

**Tabla 33.** Costos de mano de obra escenario 2.

Recurso humano	No. personas	Costo / hora (USD)	Horas hombre	Costo total (USD)
Ingeniero de tratamiento	1	13	12	156
Operarios	2	7,5	12	90
<b>Total</b>	-	-	-	246

Fuente: elaboración propia.

**Tabla 34.** Costos de operación escenario 2.

Concepto	Unidad	Costo unitario	Cantidad (Bbls/h)	Horas de operación	Costo total (USD)	
<b>Operación caldera</b>						
Tanque	TK-11-02A	Bbls	55	40	3	6.600
	TK-11-02B	Bbls	55	40	3	6.600
	TK-11-02D	Bbls	55	40	3	6.600
	TK-11-03A	Bbls	55	40	3	6.600
<b>Equipos de laboratorio</b>	-	-	-	-	1.048	
<b>Total</b>					27.448	

Fuente: elaboración propia.

Finalmente, el costo total de mantenimiento y operación para el tratamiento se obtiene al sumar los costos totales referentes a tratamiento químico, mano de obra y costos de operación.

**Tabla 35.** Costos de mantenimiento y operación CMO, escenario 2.

Costo	Valor (USD)
Tratamiento químico	3.539
Mano de obra	246
Operación	27.448
<b>Total</b>	<b>31.233</b>

Fuente: elaboración propia.

**3.5.1.3 Costos escenario 3.** Relacionado con los costos atribuidos a realizar el tratamiento de FFE, por medio de una empresa externa.

De acuerdo con datos suministrados por la compañía, un estimado por el tratamiento de FFE con un tercero, correspondería a un costo de 19 USD/Bbl, por lo tanto, se consolidan en la **Tabla 37**, los resultados obtenidos para el tratamiento de 4.139,56 Bbls.

**Tabla 36.** Costo de tratamiento de FFE, con empresa externa.

Volumen FFE (Bbls)	Costo por barril (tercero)	Costo (USD)
4.139,56	19	78.651,64

Fuente: elaboración propia.

**3.5.2 Beneficios.** Se definen los beneficios positivos (B+) y negativos (B-), del tratamiento químico y térmico de FFE, para los escenarios 1 y 2.

**3.5.2.1 Beneficios escenario 1.** Corresponde a los beneficios positivos que se obtienen por la recuperación de crudo a través de FFE, para un volumen de fluido igual a 4.139,56 Bbls, manejando un factor de recuperación sin estandarización del proceso equivalente a 22,79%.

**Tabla 37.** Beneficios positivos (B+), escenario 1.

Tanque	Crudo recuperado (Bbls)	Ganancia (55 USD/Bbl)
TK-11-02A	323,18	17.774,9
TK-11-02B	327,34	18.003,7
TK-11-02D	287,63	15.819,7
TK-11-03A	13,93	766,15
<b>Total</b>	<b>943,41</b>	<b>52.364,45</b>

Fuente: elaboración propia.

Los beneficios negativos se tomarán de acuerdo al precio estimado por barril para el tratamiento aplicado a borras generadas durante la recuperación de crudo, dispuestas en el área de biorremediación.

**Tabla 38.** Beneficios negativos (B-), escenario 1.

Tanque	Unidad	Cantidad	Costo de tratamiento por Bbl (USD)	Costo total de tratamiento (USD)
TK-11-02A	Bbls	763,27	12	9.159,24
TK-11-02B	Bbls	648,14	12	7.777,68
TK-11-02D	Bbls	574,52	12	6.894,24
TK-11-03A	Bbls	17,94	12	215,28
<b>Total</b>	-	2.003,8	-	24.046,44

**Fuente:** elaboración propia.

**3.5.2.2 Beneficios escenario 2.** Los beneficios positivos para este escenario corresponden a la ganancia en dólares a partir de la recuperación de crudo obtenida en la validación del presente proyecto, cuyo factor de recobro fue aproximadamente el 36% del volumen total de FFE.

**Tabla 39.** Beneficios positivos, Escenario 2.

Tanque	Crudo recuperado (Bbls)	Ganancia (55 USD/Bbl)
TK-11-02A	533,67	29.351,97
TK-11-02B	553,07	30.418,69
TK-11-02D	307,14	16.892,97
TK-11-03A	25,99	1.429,52
<b>Total</b>	1.419,88	78.093,16

**Fuente:** elaboración propia.

Los beneficios negativos se tomarán de acuerdo al precio estimado por barril para el tratamiento aplicado a borras generadas durante la recuperación de crudo, dispuestas en el área de biorremediación.

**Tabla 40.** Beneficios negativos (B-), escenario 2.

Tanque	Unidad	Cantidad	Costo de tratamiento por Bbl (USD)	Costo total de tratamiento (USD)
TK-11-02A	Bbls	763,27	12	9.159,24
TK-11-02B	Bbls	648,14	12	7.777,68
TK-11-02D	Bbls	574,52	12	6.894,24
TK-11-03A	Bbls	17,94	12	215,28
<b>Total</b>	-	2.003,8	-	24.046,44

**Fuente:** elaboración propia.

**3.5.3 Tasa interna de oportunidad (TIO).** Para realizar el cálculo de la TIO, se aplica la **Ecuación 9** planteada en metodología, y se toma como referencia la tasa de captación o de depósito a término fijo DTF promedio mensual, suministrada por el Banco de la Republica, cuyo promedio para el 2019 es del 4,50%

**Ecuación 10.** Cálculo tasa interna de oportunidad.

$$TIO = [(1 + 0.045)(1 + 0,02)] - 1 = 0,0659 = 6,59\%$$

**Fuente:** elaboración propia.

**3.5.4 Indicador relación beneficio costo (B/C).** Se dispone de los resultados obtenidos por la aplicación del indicador económico B/C, en donde se evaluará para los escenarios 1 y 2, en primera instancia la relación beneficio costo según los resultados obtenidos en la validación del proyecto; Adicionalmente, se evaluará para dichos escenarios el análisis de este indicador contemplando el tratamiento de FFE en la estación a futuro en un periodo de 5 años.

**3.5.4.1 Indicador relación beneficio costo, escenario 1.** Se obtiene reemplazando los valores obtenidos de costos y beneficios asociados a este escenario en la **Ecuación 7**.

- **Relación beneficio costo de la validación del proyecto.** El cálculo de la relación beneficio costo para este caso contempla únicamente los beneficios y costos asociados a la ejecución de la prueba piloto del presente proyecto en donde se analiza el tratamiento de 4.139,56 Bbls de FFE, según el factor de recuperación manejado por la compañía previo a la estandarización (22.79%). Se compilan a continuación en la **Tabla 41** los datos empleados para el cálculo.



**Tabla 41.** Beneficios y costos, escenario 1, según prueba piloto.

Beneficios positivos (USD)	Beneficios negativos (USD)	Inversión (USD)	CMO (USD)
52.364,45	24.046,44	0	40.033

Fuente: elaboración propia.

**Ecuación 11.** Cálculo relación beneficio costo, escenario 1, según prueba piloto.

$$B/C = \frac{52.364,45 - 24.046,44}{0 + 40.033}$$

$$B/C = (0,7073 - 1) * 100 = -29,26\%$$

Fuente: elaboración propia.

- **Relación beneficio costo del tratamiento a FFE proyectado a un periodo de 5 años.** El cálculo de la relación beneficio costo para este caso contempla el tratamiento de FFE durante los próximos 5 años sin la estandarización del proceso, teniendo en cuenta para el primer año el tratamiento del volumen total de FFE almacenado a la fecha en la estación, y para los siguientes años, el tratamiento de FFE adicionado al sistema anualmente, los datos a continuación se calcularon teniendo en cuenta los resultados obtenidos a partir de la cuantificación del FFE según las **Tablas 3 y 4**.

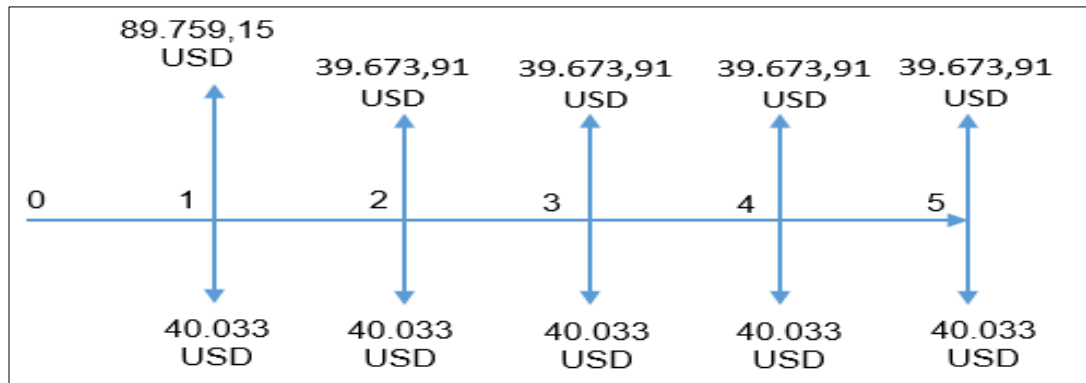
**Tabla 42.** Beneficios y costos, escenario 1, planeación a 5 años.

Periodo	Inversión (USD)	Beneficios positivos (USD)	Beneficios negativos (USD)	Beneficios netos (USD)	CMO (USD)
0	0	-	-	-	-
1	-	166.076,61	76.317,46	89.759,15	40.033
2	-	73.406,54	33.732,63	39.673,91	40.033
3	-	73.406,54	33.732,63	39.673,91	40.033
4	-	73.406,54	33.732,63	39.673,91	40.033
5	-	73.406,54	33.732,63	39.673,91	40.033

Fuente: elaboración propia.

En la **Figura 4**, se ilustra el flujo de caja planeado para un periodo de 5 años para el escenario 1.

**Figura 4.** Flujo de caja, escenario 1.



**Fuente:** elaboración propia.

Teniendo en cuenta la **Ecuación 7**, los datos presentados en la **Tabla 42** y la tasa interna de oportunidad (6,59%) obtenida en su cálculo con la **Ecuación 10**, se dispone del cálculo de la relación beneficio costo para el escenario 1 con un horizonte de planeación a 5 años.

**Ecuación 12.** Calculo relación beneficio costo, escenario 1, planeación a 5 años.

$$\frac{B}{C} = \frac{((89.759,15/(1 + 0,0659)^1) + (39.673,91/(1 + 0,0659)^2) + (39.673,91/(1 + 0,0659)^3) + (39.673,91/(1 + 0,0659)^4) + (39.673,91/(1 + 0,0659)^5))}{(0 + (40.033/(1 + 0,0659)^1) + (40.033/(1 + 0,0659)^2) + (40,033/(1 + 0,0659)^3) + (40.033/(1 + 0,0659)^4) + (40.033/(1 + 0,0659)^5))}$$

$$\frac{B}{C} = 1,27 > 1$$

$$\frac{B}{C} = (1,27 - 1) * 100 = 27\%$$

**Fuente:** elaboración propia.

**3.5.4.2 Indicador relación beneficio costo, escenario 2.** Tomando como referencia la **Ecuación 7** planteada en la metodología. Se calcula el indicador financiero de relación beneficio costo.

- **Relación beneficio costo de la validación del proyecto.** El cálculo de la relación beneficio costo para este caso contempla únicamente los beneficios y costos asociados a la ejecución de la prueba piloto del presente proyecto en donde se analiza el tratamiento de 4.139,56 Bbls de FFE, según el factor de recuperación resultante de la estandarización (36,07%). Se compilan a continuación en la **Tabla 43** los datos empleados para el cálculo.

**Tabla 43.** Beneficios y costos, escenario 1, según prueba piloto.

Beneficios positivos (USD)	Beneficios negativos (USD)	Inversión (USD)	CMO (USD)
78.093,16	24.046,44	3.738,98	31.233,00

Fuente: elaboración propia.

**Ecuación 13.** Cálculo relación beneficio costo, escenario 2, según prueba piloto.

$$B/C = \frac{78.093,16 - 24.046,44}{3.738,98 + 31.233,00} = 1,54$$

$$B/C = (1,54 - 1) * 100 = 54,54\%$$

Fuente: elaboración propia.

- **Relación beneficio costo del tratamiento a FFE proyectado a un periodo de 5 años.** El cálculo de la relación beneficio costo para este caso contempla el tratamiento de FFE durante los próximos 5 años con la estandarización del proceso, teniendo en cuenta para el primer año el tratamiento del volumen total de FFE almacenado a la fecha en la estación, y para los siguientes años, el tratamiento de FFE adicionado al sistema anualmente, los datos a continuación se calcularon teniendo en cuenta los resultados obtenidos a partir de la cuantificación del FFE según las **Tablas 3 y 4**.

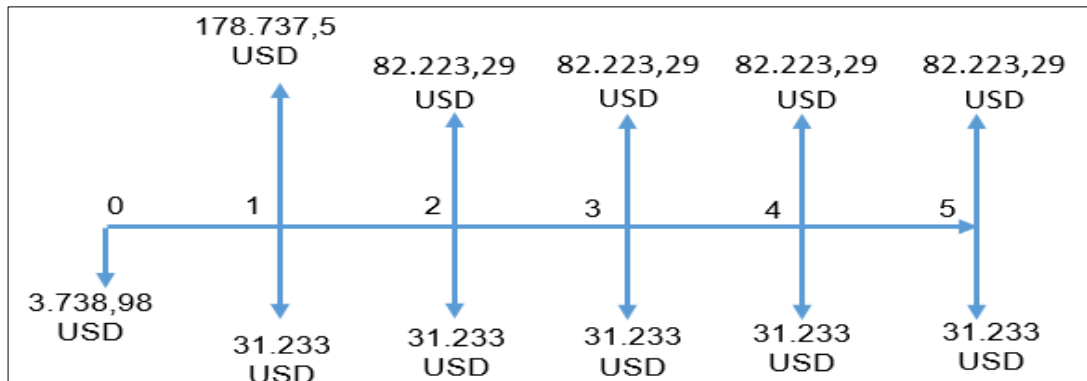
**Tabla 44.** Beneficios y costos, escenario 2, planeación a 5 años.

Periodo	Inversión (USD)	Beneficios positivos (USD)	Beneficios negativos (USD)	Beneficios netos (USD)	CMO (USD)
0	3.738,98	-	-	-	-
1	-	255.054,96	76.317,46	178.737,50	31.233
2	-	115.955,92	33.732,63	82.223,29	31.233
3	-	115.955,92	33.732,63	82.223,29	31.233
4	-	115.955,92	33.732,63	82.223,29	31.233
5	-	115.955,92	33.732,63	82.223,29	31.233

Fuente: elaboración propia.

En la **Figura 5**, se ilustra el flujo de caja planeado para un periodo de 5 años para el escenario 2.

**Figura 5.** Flujo de caja, escenario 2.



**Fuente:** elaboración propia.

Teniendo en cuenta la **Ecuación 7**, los datos presentados en la **Tabla 44** y la tasa interna de oportunidad (6,59%) obtenida en su cálculo con la **Ecuación 10**, se dispone del cálculo de la relación beneficio costo para el escenario 2 con un horizonte de planeación a 5 años.

**Ecuación 14.** Calculo relación beneficio costo, escenario 2, planeación a 5 años.

$$\frac{B}{C} = \frac{((178.737,5/(1 + 0,0659)^1) + (82.223,29/(1 + 0,0659)^2) + (82.223,29/(1 + 0,0659)^3) + (82.223,29/(1 + 0,0659)^4) + (82.223,29/(1 + 0,0659)^5))}{(3.738,9 + (31.233/(1 + 0,0659)^1) + (31.233/(1 + 0,0659)^2) + (31.233/(1 + 0,0659)^3) + (31.233/(1 + 0,0659)^4) + (31.233/(1 + 0,0659)^5))}$$

$$\frac{B}{C} = 3,24 > 1$$

$$\frac{B}{C} = (3,24 - 1) * 100 = 224\%$$

**Fuente:** elaboración propia.

**3.5.5 Indicador de Valor Presente Neto (VPN).** Se tabulan a continuación los datos necesarios para realizar el análisis VPN para el horizonte de planeación de 5 años para cada uno de los escenarios en cuestión.

**3.5.5.1 Valor presente neto, escenario 1, planeación a 5 años.** A partir del flujo de caja relacionado en la **Figura 4**, y utilizando la **Ecuación 8**, se obtiene el dato de VPN para el escenario 1.

**Tabla 45.** Datos para el cálculo de VPN, escenario 1, planeación a 5 años.

Periodo	Inversión (USD)	Beneficios Netos (USD)
0	0	-
1	-	89.759,150
2	-	39.673,910
3	-	39.673,910
4	-	39.673,910
5	-	39.673,910

**Fuente:** elaboración propia.

**Ecuación 15.** Cálculo VPN, escenario 1, planeación a 5 años.

$$\begin{aligned}
 VPN = & -0 + \left( \frac{89.759,15}{(1 + 0,0659)^1} \right) + \left( \frac{39.673,91}{(1 + 0,0659)^2} \right) + \left( \frac{39.673,91}{(1 + 0,0659)^3} \right) \\
 & + \left( \frac{39.673,91}{(1 + 0,0659)^4} \right) + \left( \frac{39.673,91}{(1 + 0,0659)^5} \right) \\
 & VPN = 211.461,04 \text{ USD}
 \end{aligned}$$

**Fuente:** elaboración propia.

**3.5.5.2 Valor presente neto, escenario 2, planeación a 5 años.** A partir del flujo de caja relacionado en la **Figura 5**, y utilizando la **Ecuación 8**, se obtiene el dato de VPN para el escenario 2.

**Tabla 46.** Datos para el cálculo de VPN, escenario 2, planeación a 5 años.

Periodo	Inversión (USD)	Beneficios Netos (USD)
0	3.738,98	-
1	-	178.737,50
2	-	82.223,290
3	-	82.223,290
4	-	82.223,290
5	-	82.223,290

**Fuente:** elaboración propia.

**Ecuación 16.** Cálculo VPN, escenario 2, planeación a 5 años.

$$\begin{aligned}
 VPN &= -3.738,98 + \left( \frac{17.737,5}{(1 + 0,0659)^1} \right) + \left( \frac{82.223,29}{(1 + 0,0659)^2} \right) + \left( \frac{82.223,29}{(1 + 0,0659)^3} \right) \\
 &\quad + \left( \frac{82.223,29}{(1 + 0,0659)^4} \right) + \left( \frac{82.223,29}{(1 + 0,0659)^5} \right) \\
 VPN &= 427.673,44 \text{ USD}
 \end{aligned}$$

**Fuente:** elaboración propia.

En consecuencia, con los resultados obtenidos de los indicadores económicos de relación B/C para los escenarios 1 y 2, según prueba piloto, se procede a evaluar su factibilidad económica, los cuales se pueden apreciar en la **Tabla 47**.

**Tabla 47.** Resultados indicador financiero B/C, escenarios 1 y 2, según prueba piloto.

Escenario	Indicador	Dato	Atributo	Rentabilidad	Análisis
1	B/C	0,7073	B/C < 1	-29,26%	No aceptado
2	B/C	1,54	B/C > 1	54,54%	Aceptado

**Fuente:** elaboración propia.

Por consiguiente, se establece que financieramente el escenario 1 no es económicamente viable, bajo las condiciones generadas de la prueba piloto, puesto que, desde un punto de vista financiero, los egresos son menores a los ingresos como producto de la relación B/C menor a 1. Por otra parte, el escenario 2 evaluado según resultados de la prueba piloto, se plantea como el escenario económicamente viable ya que se obtiene una relación B/C mayor a 1, de lo que se infiere que, con la implementación en campo de la estandarización se está generando valor agregado a la empresa con la obtención de mayores ingresos.

Finalmente, se dispone de los resultados obtenidos de los indicadores financieros de relación B/C y VPN para los escenarios 1 y 2, con un horizonte de planeación a 5 años, que permita analizar su viabilidad económica como se muestra en la **Tabla 48**.

**Tabla 48.** Resultados indicadores financieros B/C y VPN, escenarios 1 y 2, planeación a 5 años.

Escenario	Indicador	Dato	Atributo	Rentabilidad	Análisis
1	B/C	1,27	B/C > 1	27%	Aceptado
	VPN	211.461,04 USD	VPN > 1	-	Aceptado
2	B/C	3,24	B/C > 1	324%	Aceptado
	VPN	427.673,44 USD	VPN > 1	-	Aceptado

**Fuente:** elaboración propia.

Por lo tanto, analizando los resultados obtenidos en los índices financieros de relación B/C y VPN para los escenarios 1 y 2 planeados a 5 años, se evidencia que, aunque ambos escenarios son viables económicamente, el escenario en el que se estudia la implementación de la estandarización planteada en este proyecto (Escenario 2) ofrece mayor rentabilidad para el tratamiento de FFE. Esto se puede visualizar mediante la diferencia obtenida en el indicador de valor presente neto, donde se obtienen 216,212.4 USD adicionales con la estandarización. Adicionalmente, a partir del análisis del indicador B/C se puede determinar que el proyecto ofrece una rentabilidad del 197% adicional respecto al tratamiento de los mismos fluidos sin la estandarización del proceso.

## 4. CONCLUSIONES

- Con el diseño del Manual de operaciones para la recuperación de crudo a partir de FFE, suministrado a la compañía CEPESA S.A, mediante el área de producción, y con su implementación en campo a través de la prueba piloto, se obtuvo un incremento en el factor de recuperación de crudo del 11% respecto al tratamiento previo a la estandarización, representado en la incorporación de 476,46 nuevos barriles de crudo al sistema de fiscalización de la facilidad de producción, reflejado en un ingreso de capital igual a 26.205,3 USD.
- El tratamiento químico del proceso está sujeto a variabilidad para cada volumen de FFE a tratar, pues los análisis %BS&W y pruebas de botella dependerán netamente de aspectos tales como: tipo de emulsión presente, dosis y tipo de producto químico aplicado, respuesta de las muestras frente a los demulsificantes y tiempo de realización de la prueba, entre otros.
- Se destaca en la mayoría de las curvas obtenidas a partir de las pruebas de botella, un mayor efecto de los demulsificantes frente a las muestras en estudio luego de 6 horas de prueba, lo que implica que, independientemente del FFE a tratar, el tratamiento químico y térmico aplicado debe tener una duración mínima. Se evidencia, además, una mayor efectividad de separación de volumen de agua en las muestras dosificadas a 1000 ppm (63% vs 28% en muestras dosificadas a 500/500 ppm).
- Con base en el balance de masa propuesto, es posible reconocer los factores de recuperación de: crudo recuperado, borra residual y agua drenada del sistema, que, en promedio corresponden a 36,07%, 43,85% y 20,07% respectivamente.
- Se debe realizar el tratamiento de mínimo 211 Bbls de FFE con el fin de hacer económicamente rentable el proceso, teniendo en cuenta los costos generados por el posterior tratamiento de la borra en el área de biorremediación (12 USD/Bbl), así como el consumo de barriles para la operación de la caldera (55 USD/Bbl).
- El volumen de crudo empleado para la operación de la caldera en el tratamiento térmico representa el 44.4% del volumen total de crudo recuperado, dejando un 55.5% de ganancia neta para la compañía, lo que se traduce en un proceso autosostenible económicamente.
- La estandarización del tratamiento a FFE planteada en el presente proyecto, representaría 216.212,4 USD adicionales de valor presente neto y una



rentabilidad del 297% extra para la compañía, respecto al tratamiento no estandarizado en un escenario de planeación a 5 años.

- La proyección de recuperación de crudo en la Estación “A” es un estimado sujeto a variabilidad, pues requiere información adicional que únicamente puede ser obtenida a partir de pruebas de laboratorio.

## 5. RECOMENDACIONES

- Implementar un sistema de tratamiento a FFE para los demás activos pertenecientes a la compañía CEPSA S.A, basado en el *Manual de operaciones para la recuperación de crudo a partir de FFE* de la Estación “A”, en miras de implementar sistemas de gestión de procesos que cumplan con la estrategia de negocio, alcanzando mayores beneficios económicos y elevando el nivel de aceptación del resultado final.
- Implementar el balance de tratamiento mensual propuesto en el presente proyecto para tratar el fluido fuera de especificaciones remanente hasta la fecha (3.080,82 Bbls) en la Estación “A”, del cual incluyendo el estimado de FFE adicionado mensualmente (488,028 Bbls), en 1 año se podrían recuperar aproximadamente 3516,69 Bbls de crudo para la venta.
- Realizar un análisis de sensibilidad de las pruebas de botella para identificar que variables afectan el rendimiento de los productos de acuerdo a sus propiedades físicas, químicas y condiciones de la prueba, con el fin de tener mayor control sobre los resultados de las mismas.

## BIBLIOGRAFÍA

ABDURAHMANAB, HN; KHOLIJAHA, AMS y NURAINIA, M. Effect of chemical breaking agents on water-in-crude oil emulsion system, Citado por PEREIRA, Juan C y VELAZQUEZ, Ingrid. *Emulsiones de agua en crudo. Aspectos generales*. [En línea]. Carabobo: Revista INGENIERÍA UC, 2014. Vol. 21. pp. 45-54. ISSN 1316-6832. [Consultado 8 de agosto de 2019]. Disponible en: <https://www.redalyc.org/pdf/707/70732643007.pdf>

ASTM. Standard guide for the use of the joint API and ASTM adjunct for temperature and pressure volume correction factors for generalized crude oils, refined products, and lubricating oils: API MPMS Chapter 11.1. Designation: D1250-19. [En línea]. West Conshohocken, United States: ASTM, s.f. 5 p. [Consultado 20 de septiembre de 2019]. Disponible en: <https://compass.astm.org/download/D1250.40039.pdf>

ASTM. Standard practice for manual sampling of petroleum and petroleum products. Designation: D4057-06. [En línea]. West Conshohocken, United States: ASTM, s.f. 18 p. [Consultado 18 de agosto de 2019]. Disponible en: <http://agrifuelsqcs-i.com/attachments/1207%20/d4057.pdf>

ASTM. Standard test method for density of semi-solid asphalt binder (Pycnometer Method). Designation: D70-18a. [En línea]. West Conshohocken, United States: ASTM, s.f. 5 p. [Consultado 20 de septiembre de 2019]. Disponible en: <https://compass.astm.org/download/D70.31848.pdf>

ASTM. Standard test method for density, relative density, or API gravity of crude petroleum and liquid petroleum products by Hydrometer Method. Designation: D1298-12b. [En línea]. West Conshohocken, United States: ASTM, s.f. 8 p. [Consultado 20 de septiembre de 2019]. Disponible en: <https://compass.astm.org/download/D1298.33321.pdf>

ASTM. Standard test method for water and sediment in crude oil by the Centrifuge Method (Laboratory Procedure). Designation: 4007-11. [En línea]. West Conshohocken, United States: ASTM, s.f. 13 p. [Consultado 20 de septiembre de 2019]. Disponible en: <https://compass.astm.org/download/D4007.6591.pdf>

ASTM. Standard test method for water in crude oil by Distillation. Designation: 4006-16. [En línea]. West Conshohocken, United States: ASTM, s.f. 11 p. [Consultado 20 de septiembre de 2019]. Disponible en: <https://compass.astm.org/download/D4006.7511.pdf>

BACA CURREA, Guillermo. *Ingeniería Económica*. [En línea]. Bogotá, D.C., Colombia: Fondo Educativo Panamericano, 2006. 413 p. ISBN 9789589188071. [Consultado el 01 de noviembre de 2019]. Disponible en:

[https://www.academia.edu/35826554/Guillermo\\_Baca\\_Currea\\_Ingenieria\\_Economica\\_8va\\_Edicion](https://www.academia.edu/35826554/Guillermo_Baca_Currea_Ingenieria_Economica_8va_Edicion)

BOMBAS IDEAL. Datos técnicos de hidráulica de bombas. Valencia. [En línea]. S.d. S.f. [Consultado 25 de agosto de 2019]. p. 5. Disponible en: <http://umsa.online/WEB%20ETM%201/Libros/MECANICA%20DE%20FLUIDOS%20Y%20TURBOMAQUINAS/HIDRAULICA%20BOMBAS%20IDEAL.pdf>  
CARRASCO BRAVO, Juan. Gestión de procesos. Santiago de Chile: Editorial Evolución S.A, 2009. 412 p. ISBN 956-7604-08-8.

CORPORACIÓN AUTONOMA REGIONAL DE LOS VALLES DEL SINÚ Y DEL SAN JORGE. Laboratorio de calidad de aguas. [En línea]. 2012. [Consultado 11 de agosto de 2019]. Disponible en: [https://www.cvs.gov.co/jupgrade/images/stories/docs/varios/MT-LAB-CVS\\_04\\_Toma\\_de\\_muestras\\_V4.pdf](https://www.cvs.gov.co/jupgrade/images/stories/docs/varios/MT-LAB-CVS_04_Toma_de_muestras_V4.pdf)

DOSUNMU, A; OTIKIRI, A.E; FAKETE, P.O. Evaluation of emulsion treatment using different De-emulsifiers. SPE 162969. [En línea]. Port Harcourt, Nigeria: SPE, 2012. 6 p. [Consultado 20 de septiembre de 2019]. Disponible en: <https://www.onepetro.org/download/conference-paper/SPE-162969-MS?id=conference-paper%2FSPE-162969-MS>

FERÓN, Robert. Enciclopedia de la empresa moderna. Bilbao: Ediciones Deusto, 1974. Vol 3. 246 p. ISBN 84-234-0158-8.

GALLOWAY, Dianne. Mejora continua de procesos; Cómo rediseñar los procesos con diagramas de flujo y análisis de tareas. Barcelona: Gestión 2000, 2002. 146 p. ISBN 84-8088-733-8.

GOMEZ SANTIAGO, Laura. Análisis del comportamiento histórico del manejo de las aguas provenientes de la extracción del crudo y formulación de alternativas de aprovechamiento de aguas en actividades de explotación de hidrocarburos en el municipio de san Luis de palenque. [En línea] Pasantía Ingeniera Ambiental y Sanitaria. Bogotá D.C.: Universidad de la Salle. Facultad de Ingeniería, 2014. 185 p [Consultado 15 de agosto de 2019]. Disponible en: [http://repository.lasalle.edu.co/bitstream/handle/10185/22182/41091131\\_2014.pdf?sequence=3](http://repository.lasalle.edu.co/bitstream/handle/10185/22182/41091131_2014.pdf?sequence=3)

INGLESA. Diseño y Cálculo de Tanques de Almacenamiento. [En línea]. S.d. S.f. [Consultado 16 de agosto de 2019]. p. 5. Disponible en: <http://www.fnmt.es/documents/10179/10666378/Dise%C3%B1o+y+c%C3%A1lculo+de+tanques+de+almacenamiento.pdf/cf73a420-13f2-248f-034a-d413cb8a3924>

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TECNICAS Y CERTIFICACIÓN. Compendio de normas para trabajos escritos. NTC-1486-6166. Bogotá D.C.: El instituto. 2018. ISBN 9789588585673 153 p.

INSTITUTO DE TOXICOLOGÍA DE LA DEFENSA. Protocolo de toma de muestras de agua residual. [En línea]. [Consultado 11 de agosto de 2019]. Disponible en: [http://www.defensa.gob.es/itoxdef/Galerias/documentacion/protocolos/ficheros/PROTOCOLO\\_DE\\_TOMA\\_DE\\_MUESTRAS\\_DE\\_AGUA\\_RESIDUAL\\_ver\\_2.pdf](http://www.defensa.gob.es/itoxdef/Galerias/documentacion/protocolos/ficheros/PROTOCOLO_DE_TOMA_DE_MUESTRAS_DE_AGUA_RESIDUAL_ver_2.pdf)

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. Sistemas de gestión de la calidad. Fundamentos y vocabulario. ISO 9000. Geneve, Suiza: ISO, 2015. 54 p.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. Sistemas de gestión de la calidad. Requisitos. ISO 9001. Geneve, Suiza: ISO, 2015. 42 p.

ISO/TC 179/SC 2/N 544 R. Orientación acerca del enfoque basado en procesos para los sistemas de gestión de calidad. [En línea]. Geneve, Suiza: ISO, 2001. 11 p. [Consultado 13 de agosto de 2019]. Disponible en: [http://www.ucongreso.edu.ar/grado/carreras/lsi/2006/ele\\_calsof/AnexoISO\\_4\\_OrientacionEnfoqueProcesos.pdf](http://www.ucongreso.edu.ar/grado/carreras/lsi/2006/ele_calsof/AnexoISO_4_OrientacionEnfoqueProcesos.pdf)

LELAND BLANK, Tarquin Anthony. Ingeniería Económica. [En línea]. México, D.F.: McGraw-Hill, 2006. p. 334. ISBN 970-10-5608-6. [Consultado el 01 de noviembre de 2019]. Disponible en: [https://www.academia.edu/37365579/Ingenieria\\_Econ%C3%B3mica\\_-\\_6ta\\_Edici%C3%B3n\\_-\\_Leland\\_Blank\\_y\\_Anthony\\_Tarquin.pdf](https://www.academia.edu/37365579/Ingenieria_Econ%C3%B3mica_-_6ta_Edici%C3%B3n_-_Leland_Blank_y_Anthony_Tarquin.pdf)

LOPEZ CARRIZOSA, Francisco José. Guía para la planificación de la calidad con orientación en la gestión de procesos. Bogotá D.C: ICONTEC, 2004. 127 p. ISBN 958-9383-41-6.

McCABE, L Warren; SMITH, Juan C y HARRIOT, Peter. Operaciones Unitarias en Ingeniería Química, Citado por CARRASCO SAAVEDRA, Andrés Roberto. Simulación del proceso de facilidades de producción de petróleo del campo villano, bloque 10. [En línea]. Trabajo de grado Ingeniero Químico. Quito.: Universidad Central de Ecuador. Facultad de Ingeniería Química, 2012. 78 p. [Consultado 18 de agosto de 2019]. Disponible en: <http://www.dspace.uce.edu.ec/bitstream/25000/414/1/T-UCE-0017-7.pdf>

NATIONAL BUREAU OF STANDARDS. National standard petroleum oil tables. [En línea]. Washington: Government Printing Office, 1936. 185 p. [Consultado 20 de septiembre de 2019]. Disponible en: <https://apps.dtic.mil/dtic/tr/fulltext/u2/a279952.pdf>

NIETO V, Alex Fabián y Molina, José. Guías Prácticas de Laboratorio de Crudos y Aguas. Bogotá D.C: Fundación Universidad de América, 2011. 70 p.

ORTIZ RAMOS, Sandra Viviana y ZABALA GARCÉS, Wilson Andrés. Diseño de las principales facilidades de superficie para la deshidratación del crudo proveniente de la formación San Fernando a escala piloto. [En línea]. Trabajo de grado Ingeniero de Petróleos. Bucaramanga.: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas, 2009. 127 p. [Consultado 8 de agosto de 2019]. Disponible en: <https://docplayer.es/42644674-Diseno-de-las-principales-facilidades-de-superficie-para-la-deshidratacion-del-crudo-proveniente-de-la-formacion-san-fernando-a-escala-piloto.html>

OSAKIDETZA. Gestión por procesos y gestión de procesos, Citado por ZAVALA AIZPÚRA, Elena, et al. Calidad asistencial. [En línea]. 1999. p. 38. [Consultado 3 de agosto de 2019]. Disponible en: <http://www.calidadasistencial.es/images/gestion/biblioteca/302.pdf#page=32>

PÉREZ MELO, Isaac. Diseño y principios de operación de tratadores de emulsiones. [En línea]. Tesis Ingeniero Petrolero. Ciudad de México.: Universidad Nacional Autónoma de México. Facultad de ingeniería, 2016. 138 p. [Consultado 12 de agosto de 2019]. Disponible en: <file:///E:/PROYECTO%20DE%20GRADO/TESIS/Dise%C3%B1o%20y%20principios%20de%20operaci%C3%B3n%20de%20Tratadores%20de%20Emulsiones.pdf>


SCHRAMM, Laurier L. Emulsion Fundamentals and Applications in the Petroleum Industry. [En línea]. Washington D.C: American Chemical Society, 1992. Vol. 231. pp. 1-49. ISBN 9780841220065. [Consultado 15 de agosto de 2019]. Disponible en: <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/ba-1992-0231.ch001>

SONNY V, Keaves. Research Council. New method to read and correct the API gravity of oil from observed temperatures to 60°F. SPE-27593-PA. [En línea]. Alberta: SPE, 1994. 2 p. [Consultado 20 de septiembre de 2019]. Disponible en: <https://www.onepetro.org/download/journal-paper/SPE-27593-PA?id=journal-paper%2FSPE-27593-PA>

WARREN, Kenneth W. *Emulsion Treating*. En: ARNOLD, K.E. y LAKE, L.W. Petroleum Engineering Handbook, Facilities and Construction Engineering. Richardson, Texas: Society of Petroleum Engineering, 2007. Vol III. pp. 61-122. ISBN 978-1-55563-116-1.

# **ANEXOS**

**ANEXO A**  
**MANUAL DE OPERACIONES PARA LA RECUPERACIÓN DE CRUDO A PARTIR DE FFE**

	MANUAL DE OPERACIONES PARA LA RECUPERACIÓN DE CRUDO A PARTIR DE FFE
---	---

<b>INFORMACIÓN GENERAL</b>	
<b>ACTIVIDAD:</b>	MANUAL DE OPERACIONES PARA LA RECUPERACIÓN DE CRUDO A PARTIR DE FLUIDO FUERA DE ESPECIFICACIONES EN LA ESTACIÓN "A"
<b>FECHA:</b>	Agosto 2019
<b>ELABORA:</b>	

## 1. INTRODUCCIÓN

El presente manual de operaciones para la recuperación de crudo a partir de FFE en la Estación "A", pone a disposición del área de producción de la compañía CEPSA S.A, la estandarización del proceso para el tratamiento químico y térmico de FFE, basado en las facilidades, equipos y química disponible en campo, que permita a la compañía contar con un modelo de tratamiento continuo, y que, además, contribuya a reducir el volumen de FFE acumulado. Adicionalmente, un procedimiento base para el tratamiento de este tipo de fluidos, permitirá presentar un aumento diario en el volumen de crudo fiscalizado, reflejando menores pérdidas de producción, e ingresos adicionales para la compañía.

## 2. OBJETIVOS

- **Objetivo general.**

Llevar a cabo el proceso para el tratamiento y recuperación de crudo a partir de fluido fuera de especificaciones en la Estación "A".

- **Objetivos específicos.**

1. Reconocer de forma sistemática, las actividades involucradas en el desarrollo del proceso para el tratamiento de FFE.

2. Minimizar la variabilidad de parámetros de calidad del crudo durante el proceso.

3. Implementar normatividad requerida para la toma de muestras, caracterización de fluidos y pruebas de botella.



### 3. ALCANCE

El presente procedimiento aplica para el tratamiento y recuperación de crudo a partir de fluido fuera de especificaciones en la Estación “A”.

### 4. RESPONSABLES

Esta operación es coordinada por:

- Ingeniero de operaciones y tratamiento químico (jefe de equipo).
- Ingeniero de producción y coordinador de estaciones en campo (supervisores), quienes a su vez coordinarán con los integrantes del personal de la operación (Operadores).
- Ingeniero de aplicación de la empresa prestadora de servicios para el tratamiento químico, quien se encargará de la elaboración y análisis de todas las pruebas de laboratorio, así como el suministro y aplicación de química requeridas en el proceso.

Todas las personas involucradas en la operación deberán conocer sobre el procedimiento, el jefe de equipo y el/los supervisores(es) son los directos responsables de difundir las normas de seguridad y recomendaciones suministradas en el documento.

### 5. CARACTERÍSTICAS DEL PROCESO

El tratamiento aplicado a los fluidos fuera de especificaciones en la Estación “A” se centra en el uso de productos químicos que permitan desestabilizar la mezcla o emulsión generada, por tanto, en primera instancia se deben tomar muestras representativas del fluido a tratar las cuales se someterán a pruebas de laboratorio en búsqueda de determinar el/los productos químicos óptimos para el tratamiento.

En la medida en que se aplica el demulsificante al FFE a tratar, debe existir un periodo de agitación continuo y moderado de la emulsión para lograr crear un contacto entre las gotas de la fase dispersa y de esta manera lograr la coalescencia deseada, este periodo de agitación se logra en la estación a partir de una recirculación entre los tanques que contienen el fluido fuera de especificaciones; es importante destacar que la aplicación de calor incrementa la efectividad química del producto en la medida en que reduce la viscosidad permitiendo que la reacción química de la interface agua/aceite ocurra más rápido, es por esto que durante el periodo de agitación en la Estación “A”, el fluido pasa a través de un intercambiador de calor incrementando la eficiencia del tratamiento, finalmente, debe existir un periodo de asentamiento que permita que el crudo tratado ascienda por efecto gravitacional.

## 6. COMPONENTES DEL SISTEMA

En la Estación "A" se cuenta con 4 tanques de almacenamiento con capacidad de 1.500 Bbls, y 4 Skimming Tanks con capacidad de 650 Bbls, empleados tanto para almacenar el fluido como para su tratamiento, se cuenta además con 4 Frac Tanks utilizados para el almacenamiento de FFE, un intercambiador de calor para el tratamiento térmico del proceso y dos bombas centrifugas que proporcionan la energía hidráulica necesaria para el transporte de fluidos; la representación esquemática y ubicación en campo de los equipos previamente mencionados se ilustra en la **Figura 1**, adicionalmente, los aspectos técnicos de los equipos serán descritos a continuación:

- **Frac Tanks.** Tanque de almacenamiento de fluidos también conocido como tanque desnatador, el cual se encarga de remover rápida y efectivamente todos los tipos de aceite residual flotantes, de la superficie del agua.

**Cuadro 1.** Aspectos técnicos para Frac Tanks en la Estación "A".

ITEM	Frac Tanks
SERVICIO	ALMACENAMIENTO
CAPACIDAD	500 Bbls
DIMENSIONES (L*A*H)	14m x 2,6m x 2,9m
PRESION DE OPERACIÓN	ATM
TEMPERATURA DE DISEÑO	180°F

**Fuente:** elaboración propia, con base en: P&ID Estación "A". Cepsa Colombia S.A. Ingeniería para la Integración de planos Estación "A". Diagramas de tubería e instrumentación Tanques de Almacenamiento. Bogotá D.C. 2019.

- **Tanques de almacenamiento.** Se usan como depósitos para contener una reserva suficiente de algún producto para su uso posterior y/o comercialización.

**Cuadro 2.** Aspectos técnicos para tanques de almacenamiento en la Estación "A".

ITEM	Tanques 1500
SERVICIO	ALMACENAMIENTO/TRATAMIENTO
TAG	TK-11-02 A/B/C/D
CAPACIDAD	1.500 Bbls
DIAMETRO/ALTURA	22.5' OD X 21'H
PRESIÓN DE OPERACIÓN	ATM
TEMPERATURA DE DISEÑO	180°F

**Fuente:** elaboración propia, con base en: P&ID Estación "A". Cepsa Colombia S.A. Ingeniería para la Integración de planos Estación "A". Diagramas de tubería e instrumentación Tanques de Almacenamiento. Bogotá D.C. 2019.

- **Skimming Tanks.** Tanques desnatadores, tienen como función remover el petróleo crudo presente y emulsionado en el agua de producción, su principio de funcionamiento es aprovechar la diferencia de densidad entre el agua y el aceite, en el cual el aceite formará una nata superior y el agua se asentará.

**Cuadro 3.** Aspectos técnicos para skimming tanks en la Estación "A".

ITEM	Skimming Tanks
SERVICIO	ALMACENAMIENTO/TRATAMIENTO
TAG	TK-11-03 A/B/C/D
CAPACIDAD	650 Bbls
DIÁMETRO/ALTURA	16' OD X 18'H
PRESIÓN DE OPERACIÓN	ATM
TEMPERATURA DE DISEÑO	180°F

**Fuente:** elaboración propia, con base en: P&ID Estación "A". Cepsa Colombia S.A. Ingeniería para la Integración de planos Estación "A". Diagramas de tubería e instrumentación Tanques Skimming. Bogotá D.C. 2019.

- **Intercambiador de Calor (Tipo Carcasa y Tubo).** Equipo en el cual se ponen en contacto, de manera indirecta, dos corrientes a distinta temperatura creándose así un flujo de calor desde la corriente más caliente hacia la corriente más fría. Dichos fluidos circulan a través de dos compartimentos totalmente diferenciados, para evitar la mezcla de ellos. En la Estación "A", se usa el sistema de intercambio de calor para adecuar térmicamente corrientes de proceso, y de esta manera mejorar el rendimiento del tratamiento.

**Cuadro 4.** Aspectos técnicos Intercambiador de calor 1102A en la Estación "A".

ITEM	Heat Exchanger
SERVICIO	CALENTADOR VAPOR/FLUIDO
LONGITUD	20'
DIAMETRO EXTERNO	35"
NUMERO DE PASOS TUBO	2
NÚMERO DE PASOS CARCASA	1
TUBOS	476 DE ¾ SCH 40
P/T DISEÑO	150 PSIG/350°F
DEFLECTORES	8 AL 25%
CAPACIDAD	10500 BFPD
P/T OPERACIÓN	50 PSIG/ 170°F

**Fuente:** elaboración propia, con base en: P&ID Estación "A". Cepsa Colombia S.A. Ingeniería para la Integración de planos Estación "A". Diagramas de tubería e instrumentación Trampas de Recibo (Receptora). Bogotá D.C. 2019.

- **Bombas centrífugas.** Es una maquina hidráulica compuesta en esencia por un impulsor con alabes, que accionado desde el exterior transmite al líquido la energía necesaria para obtener una presión determinada.

**Cuadro 5.** Aspectos técnicos bombas centrífugas en la Estación “A”.

ITEM	CCS-P-1301 A/B
SERVICIO	Crudo
CAPACIDAD	3.360 BPD-98 GPM C/U
PRESION DESCARGA	90 PSIG

**Fuente:** elaboración propia, con base en: P&ID Estación “A”. Cepsa Colombia S.A. Ingeniería para la Integración de planos Estación “A”. Diagramas de tubería e instrumentación Facilidad de Producción Sistema de Bombas. Bogotá D.C. 2019.

## 7. NORMAS

Se pone en conocimiento de los responsables de la ejecución del presente procedimiento para el tratamiento de FFE, la normatividad aplicable en distintas instancias del proceso, así:

- **MUESTREO.**

Norma ASTM D4057-06. Práctica estándar para la toma de muestras manuales de petróleo y productos derivados del petróleo.

**Nota:** Para la revisión de la norma y procedimiento a seguir remitirse al **Anexo B**.

- **CARACTERIZACIÓN.**

Norma ASTM D70-18a. Método de prueba estándar para densidad relativa método de picnómetro.

Norma ASTM D1298-12b. Método de prueba estándar para densidad, densidad relativa o gravedad API del petróleo y productos de petróleo líquidos por hidrómetro.

Norma ASTM D4007-11. Método de prueba estándar para agua y sedimentos en petróleo por el método de centrifugación.

Norma ASTM D4006-16. Método de prueba estándar para agua en petróleo crudo por destilación.

**Nota:** Para la revisión del procedimiento a seguir y norma correspondiente, remitirse al **Anexo C/D/E/F**.

- **PRUEBAS DE BOTELLA.**

**Nota:** Para la revisión del procedimiento a seguir remitirse al **Anexo G**.

## 8. PUESTA EN OPERACIÓN

- **PROCEDIMIENTO PRINCIPAL.**

1. Almacenar fluido fuera de especificaciones en Frac Tanks Ref. (TAG)
2. Permitir el asentamiento gravitacional del fluido hasta verificar un volumen de nata en el crudo suficiente para su tratamiento.

**Nota:** La verificación del volumen de nata de crudo se deberá corroborar mediante muestreo puntual con ladrón en el Frac Tank hasta una altura tal de FFE suficiente para el tratamiento. en caso de tener suficiente fluido para el tratamiento proceder al numeral 3, de lo contrario regresar al numeral 2.

3. Realizar operación de desnate de Frac Tanks con camión de vacío y transportar hacia tanques de almacenamiento (TK-11-02A/B/C/D o TK-11-03A/B/C/D según disponibilidad).

4. Muestreo del fluido según **Anexo B**.

**Nota:** Para la toma de la muestra el fluido debe encontrarse en equilibrio hidrostático (fluido estable).

5. Caracterización del fluido según **Anexo C/D/E/F**.

6. Realizar pruebas de Botella según **Anexo G**.

7. Análisis de resultados según pruebas de Botella, en caso de no ser posible la recuperación de crudo, remitir FFE al área de Biorremediación, de lo contrario, proceder al numeral 8.

8. Recirculación del fluido almacenado en el tanque a través del Intercambiador de calor (HE-1102A) hasta alcanzar 200°F. Ver **Figura 2**.

9. Aplicar formulación química a la salida del intercambiador de calor (Ver **Figura 2**) de acuerdo a los resultados obtenidos en las pruebas de botella.

10. Recirculación del fluido a través del Intercambiador de calor (HE-1102A) de tal forma que se mantenga la condición de temperatura (200°F) y se obtenga una mezcla homogénea del demulsificante junto con el fluido a tratar.

11. Retorno del fluido a tanques de almacenamiento (TK-11-02A/B/C/D o TK-11-03A/B/C/D según disponibilidad).

12. Muestreo del fluido según **Anexo B**.

13. Realizar prueba de %BS&W según **Anexo E**.

**Nota:** Dirigirse al procedimiento A en caso de obtener %BS&W < 2%\*, procedimiento B en caso de obtener %BS&W > 2%.

• **PROCEDIMIENTO A.**

1. Realizar operación de desnate de tanque de almacenamiento con camión de vacío.

2. Camión a descargadero para envío del fluido a oleoducto.

3. Fin del proceso.

• **PROCEDIMIENTO B.**

1. Realizar prueba de centrifuga según **Anexo E**.

2. Análisis de resultados según prueba de centrifuga.

3. En caso de tener como resultado una muestra emulsionada remitirse a los numerales 9-13 del Procedimiento principal. De lo contrario remitirse al numeral 4 del presente procedimiento.

4. En caso de tener como resultado una muestra con agua libre recircular el fluido almacenado en el tanque a través del Intercambiador de calor (HE-1102A) hasta alcanzar 200°F.

5. Permitir el asentamiento gravitacional del fluido.

6. Realizar prueba de %BS&W según **Anexo E**.

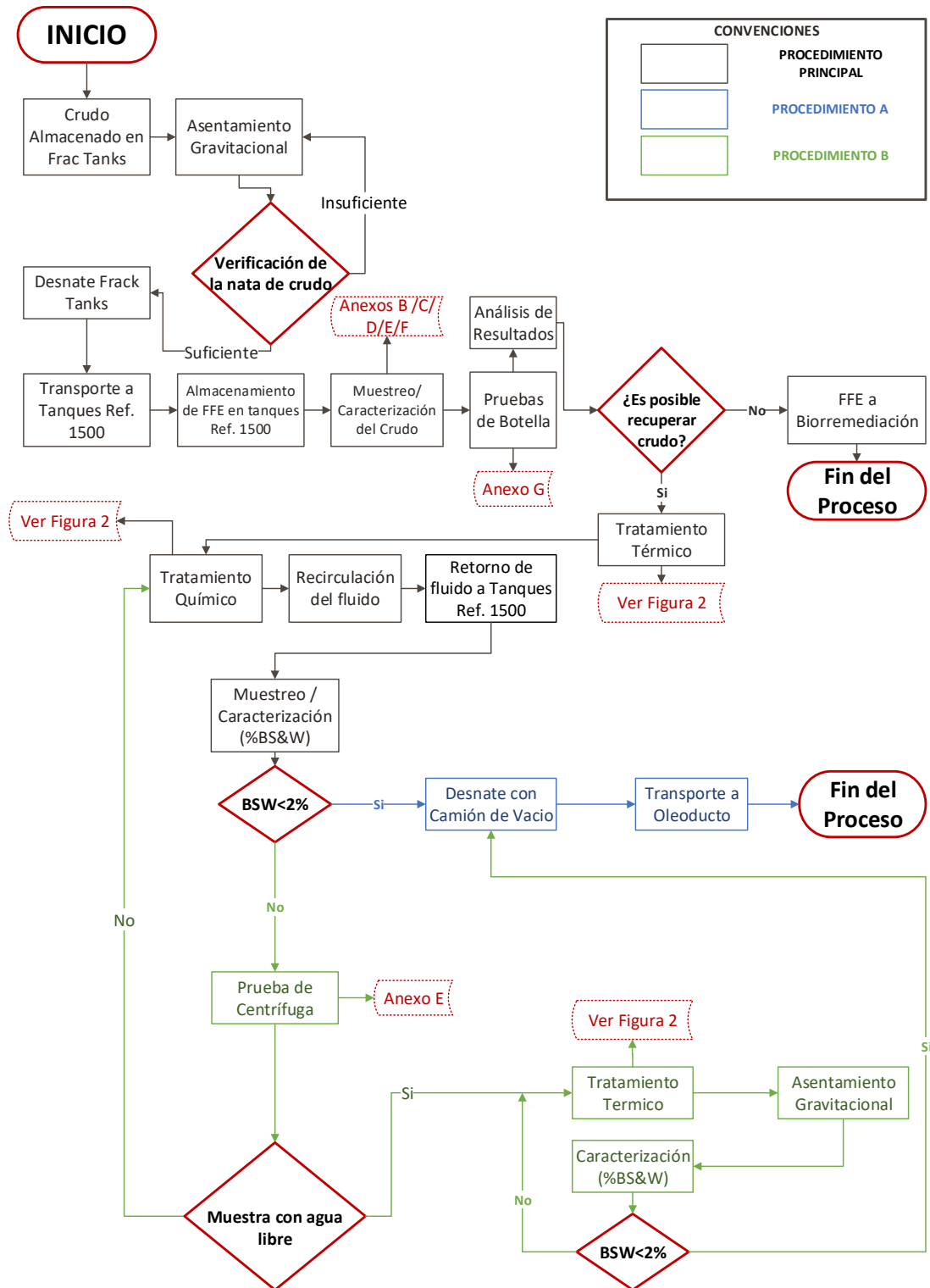
7. En caso de tener como resultado una muestra con %BS&W > 2% remitirse a los numerales 4-6 del actual procedimiento, de lo contrario (%BS&W < 2%) dirigirse al procedimiento A.

El **Diagrama 1** y la **Figura 2**, ilustran el procedimiento anteriormente descrito.

---

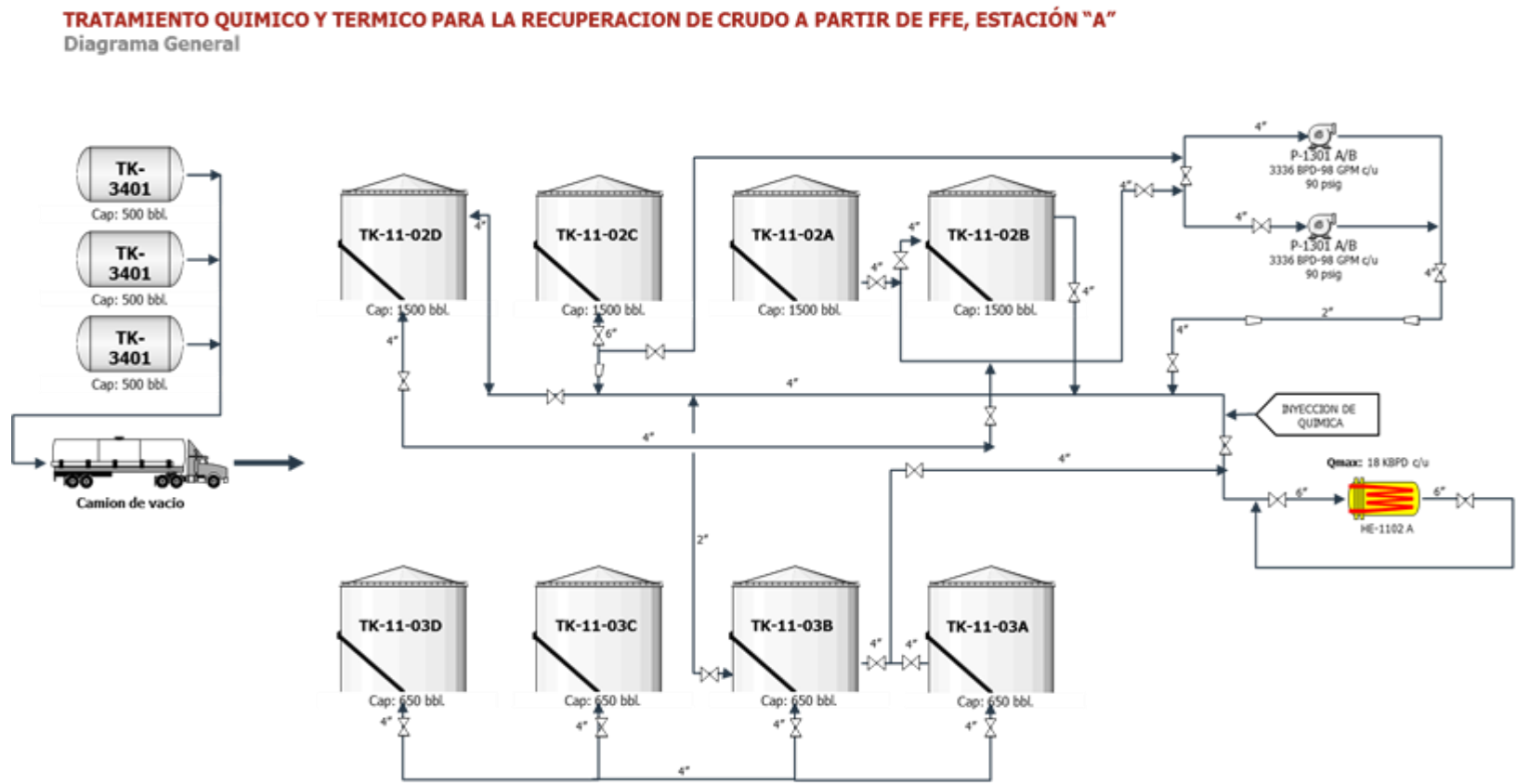
\* Criterio de la compañía basado en la tasa de crudo recuperado vs el volumen de crudo total transportado por oleoducto diariamente, de tal forma que el %BS&W final del crudo sea menor al 0.5%.

Diagrama 1. Diagrama de flujo para el tratamiento químico y térmico de FFE.



Fuente: elaboración Propia.

**Figura 2.** Representación esquemática del proceso para el tratamiento químico y térmico de FFE (Diagrama General).



Cepsa | Facilidades para el Tratamiento de FFE estación "A" | Agosto 2019

**Fuente:** elaboración Propia, con base en: P&ID Estación "A". Cepsa Colombia S.A. Ingeniería para la Integración de planos Estación "A".



## ANEXO B

# NORMA D4057-06. PRÁCTICA ESTÁNDAR PARA LA TOMA DE MUESTRAS MANUALES DE PETRÓLEO Y PRODUCTOS DERIVADOS DEL PETRÓLEO



Designation: D4057 – 06



Designation: Manual of Petroleum Measurement Standards (MPMS), Chapter 8.1

### Standard Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation D4057; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last approval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

*This standard has been approved for use by agencies of the Department of Defense.*

#### 1. Scope

1.1 This practice covers procedures for manually obtaining representative samples of petroleum products of a liquid, semi-liquid, or solid state whose vapor pressure at ambient conditions is below 101 kPa (14.7 psia). If sampling is for the precise determination of volatility, use Practice D5842 (API MPMS Chapter 8.4) in conjunction with this practice. For sample mixing and handling of samples, refer to Practice D5854 (API MPMS Chapter 8.3). The practice does not cover sampling of electrical insulating oils and hydraulic fluids. A summary of the manual sampling procedures and their applications is presented in Table 1.

NOTE 1—The procedures described in this practice may also be applicable in sampling most noncorrosive liquid industrial chemicals, provided that all safety precautions specific to these chemicals are strictly followed.

NOTE 2—The procedure for sampling liquefied petroleum gases is described in Practice D1265; the procedure for sampling fluid power hydraulic fluids is covered in ANSI B93.19 and B93.44; the procedure for sampling insulating oils is described in Practice D923; and the procedure for sampling natural gas is described in Test Method D1145.

NOTE 3—The procedure for special fuel samples for trace metal analysis is described in an appendix to Specification D2880.

#### 2. Referenced Documents

##### 2.1 ASTM Standards:<sup>2</sup>

- D86 Test Method for Distillation of Petroleum Products at Atmospheric Pressure
- D217 Test Methods for Cone Penetration of Lubricating Grease

<sup>1</sup> This practice is under the jurisdiction of ASTM Committee D02 on Petroleum Products and Lubricants and is the direct responsibility of Subcommittee D02.02/COMQ, the joint ASTM-API committee on Static Petroleum Measurement. This test method has been approved by the sponsoring committees and accepted by the Cooperating Societies in accordance with established procedures. This test method was issued as a joint ASTM-API standard in 1981.

Current edition approved Oct. 1, 2006. Published November 2006. Originally approved in 1981. Last previous edition approved in 2000 as D4057–95(2000). DOI: 10.1520/D4057-06.

<sup>2</sup> For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, [www.astm.org](http://www.astm.org), or contact ASTM Customer Service at [service@astm.org](mailto:service@astm.org). For *Annual Book of ASTM Standards* volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

- D244 Test Methods and Practices for Emulsified Asphalts
  - D268 Guide for Sampling and Testing Volatile Solvents and Chemical Intermediates for Use in Paint and Related Coatings and Material
  - D323 Test Method for Vapor Pressure of Petroleum Products (Reid Method)
  - D346 Practice for Collection and Preparation of Coke Samples for Laboratory Analysis
  - D525 Test Method for Oxidation Stability of Gasoline (Induction Period Method)
  - D873 Test Method for Oxidation Stability of Aviation Fuels (Potential Residue Method)
  - D923 Practices for Sampling Electrical Insulating Liquids
  - D977 Specification for Emulsified Asphalt
  - D1145 Test Method for Sampling Natural Gas<sup>3</sup>
  - D1265 Practice for Sampling Liquefied Petroleum (LP) Gases, Manual Method
  - D1856 Test Method for Recovery of Asphalt From Solution by Abson Method
  - D2172 Test Methods for Quantitative Extraction of Bitumen From Bituminous Paving Mixtures
  - D2880 Specification for Gas Turbine Fuel Oils
  - D4177 Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products
  - D4306 Practice for Aviation Fuel Sample Containers for Tests Affected by Trace Contamination
  - D4865 Guide for Generation and Dissipation of Static Electricity in Petroleum Fuel Systems
  - D5842 Practice for Sampling and Handling of Fuels for Volatility Measurement
  - D5854 Practice for Mixing and Handling of Liquid Samples of Petroleum and Petroleum Products
- ##### 2.2 American National Standards:<sup>4</sup>
- B93.19 Standard Method for Extraction Fluid Samples from the Lines of an Operating Hydraulic Fluid Power System (for Particulate Contamination Analysis)
  - B93.44 Method for Extracting Fluid Samples from the

<sup>3</sup> Withdrawn.

<sup>4</sup> Available from American National Standards Institute (ANSI), 25 W. 43rd St., 4th Floor, New York, NY 10036, <http://www.ansi.org>.

**TABLE 1 Typical Sampling Procedures and Applicability**

Application	Type of Container	Procedure
Liquids of more than 13.8 kPa (14.7 psia) and not more than 101 kPa (14.7 psia) RVP	storage tanks, ship and barge tanks, tank cars, tank trucks	bottle sampling
Liquids of 101 kPa (14.7 psia) RVP or less	storage tanks with taps	thief sampling
Bottom sampling of liquids of 13.8 kPa (2 psia) RVP or less	storage tanks with taps	tap sampling
Liquids of 101 kPa (14.7 psia) RVP or less	pipes or lines	tap sampling
Liquids of 13.8 kPa (2 psia) RVP or less	storage tanks, ships, barges	pipeline sampling
Liquids of 13.8 kPa (2 psia) RVP or less	free or open-discharge streams	bottle sampling
Liquids of 13.8 kPa (2 psia) RVP or less	drums, barrels, cans	dipper sampling
Bottom or thief sampling of liquids of 13.8 kPa (2 psia) RVP or less	tank cars, storage tanks	tube sampling
Liquids and semi-liquids of 13.8 kPa (2 psia) RVP or less	free or open-discharge streams; open tanks or kettles with open heads; tank cars, tank trucks, drums	thief sampling
Crude petroleum	storage tanks, ship and barge, tanks, tank cars, tank trucks, pipelines	dipper sampling
		automatic sampling
		thief sampling
		bottle sampling
		tap sampling
Industrial aromatic hydrocarbons	storage tanks, ship and barge tanks	bottle sampling
Waxes, solids bitumens, other soft solids	barrels, cases, bags, cakes	boring sampling
Petroleum coke, lumpy solids	freight cars, conveyors, bags, barrels, boxes	grab sampling
Greases, soft waxes, asphalts	kettles, drums, cans, tubes	grease sampling
Asphaltic materials	storage tanks, tank cars, lines, packages	...
Emulsified asphalts	storage tanks, tank cars, lines, packages	...

Reservoir of an Operating Hydraulic Fluid Power System  
2.3 *API Standards*:<sup>5</sup>

*MPMS* Chapter 8.2 Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products (ASTM Practice D4177)

*MPMS* Chapter 8.3 Standard Practice for Mixing and Handling of Liquid Samples of Petroleum and Petroleum Products (ASTM Practice D5854)

*MPMS* Chapter 8.4 Standard Practice for the Sampling and Handling of Fuels for Volatility Measurements (ASTM Practice D5842)

*MPMS* Chapter 9.3 Thermohydrometer Test Method for Density and API Gravity of Crude Petroleum and Liquid Petroleum Products

*MPMS* Chapter 10, various sections, Sediment and Water Determination

*MPMS* Chapter 17.1 Guidelines for Marine Cargo Inspection

*MPMS* Chapter 17.2 Measurement of Cargoes Aboard Marine Tank Vessels

*MPMS* Chapter 18.1 Measurement Procedures for Crude Oil Gathered from Small Tanks By Truck

### 3. Terminology

3.1 *Definitions of Terms Specific to This Standard:*

3.1.1 *Samples:*

3.1.1.1 *all-levels sample*—a sample obtained by submerging a stoppered beaker or bottle to a point as near as possible to the draw-off level, then opening the sampler and raising it at a rate such that it is approximately three-fourths full as it emerges from the liquid.

3.1.1.2 *boring sample*—a sample of the material contained in a barrel, case, bag, or cake that is obtained from the chips created by boring holes into the material with a ship auger.

3.1.1.3 *bottom sample*—a spot sample collected from the material at the bottom of the tank, container, or line at its lowest point.

*Discussion*—In practice, the term bottom sample has a variety of meanings. As a result, it is recommended that the exact sampling location (for example, 15 cm from the bottom) should be specified when using this term.

3.1.1.4 *bottom water sample*—a spot sample of free water taken from beneath the petroleum contained in a ship or barge compartment or a storage tank.

3.1.1.5 *clearance sample*—a spot sample taken with the inlet opening of the sampling apparatus 10 cm (4 in.) (some regulatory agencies require 15 cm (6 in.)) below the bottom of the tank outlet.

*Discussion*—This term is normally associated with small (159 m<sup>3</sup> or 1000 Bbls or less) tanks, commonly referred to as lease tanks.

3.1.1.6 *composite sample*—a blend of spot samples mixed in proportion to the volumes of material from which the spot samples were obtained.

3.1.1.7 *core sample*—a sample of uniform cross sectional area taken at a given height in a tank.

3.1.1.8 *dipper sample*—a sample obtained by placing a dipper or other collecting vessel in the path of a free-flowing stream to collect a definite volume from the full cross section of the stream at regular time intervals for a constant time rate of flow or at time intervals varied in proportion to the flow rate.

3.1.1.9 *drain sample*—a sample obtained from the water draw-off valve on a storage tank.

*Discussion*—Occasionally, a drain sample may be the same as a bottom sample (for example, in the case of a tank car).

3.1.1.10 *floating roof sample*—a spot sample taken just below the surface to determine the density of the liquid on which the roof is floating.

<sup>5</sup> Available from American Petroleum Institute (API), 1220 L. St., NW, Washington, DC 20005-4070, <http://api-ec.aipi.org>.

3.1.1.11 *flow proportional sample*—a sample taken from a pipe such that the rate of sampling is proportional throughout the sampling period to the flow rate of the fluid in the pipe.

3.1.1.12 *grab sample*—a sample obtained by collecting equal quantities from parts or packages of a shipment of loose solids such that the sample is representative of the entire shipment.

3.1.1.13 *grease sample*—a sample obtained by scooping or dipping a quantity of soft or semi-liquid material contained from a package in a representative manner.

3.1.1.14 *lower sample*—a spot sample of liquid from the middle of the lower one-third of the tank's content (a distance of five-sixths of the depth liquid below the liquid's surface). See Fig. 1.

3.1.1.15 *middle sample*—a spot sample taken from the middle tank's contents (a distance of one-half of the depth of liquid below the liquid's surface). See Fig. 1.

3.1.1.16 *multiple tank composite sample*—a mixture of individual samples or composites of samples that have been obtained from several tanks or ship/barge compartments containing the same grade of material.

*Discussion*—The mixture is blended in proportion to the volume of material contained in the respective tanks or compartments.

3.1.1.17 *outlet sample*—a spot sample taken with the inlet opening of the sampling apparatus at the level of the bottom of the tank outlet (fixed or floating). See Fig. 1.

3.1.1.18 *representative sample*—a portion extracted from the total volume that contains the constituents in the same proportions that are present in that total volume.

3.1.1.19 *running sample*—a sample obtained by lowering a breaker or bottle to the level of the bottom of the outlet connection or swing line and returning it to the top of the oil at a uniform rate such that the breaker or bottle is about three-fourths full when withdrawn from the oil.

3.1.1.20 *sample*—a portion extracted from a total volume that may or may not contain the constituents in the same proportions that are present in that total volume.

3.1.1.21 *sampling*—all the steps required to obtain a sample that is representative of the contents of any pipe, tank, or other vessel and to place that sample in a container from which a representative test specimen can be taken for analysis.

3.1.1.22 *spot sample*—a sample taken at a specific location in a tank or from a flowing stream in a pipe at a specific time.

3.1.1.23 *surface sample*—a spot sample skimmed from the surface of a liquid in a tank.

3.1.1.24 *tank composite sample*—a blend created from the upper, middle, and lower samples from a single tank.

*Discussion*—For a tank of uniform cross section, such as an upright cylindrical tank, the blend consists of equal parts of the three samples. For a horizontal cylindrical tank, the blend consists of three samples in the proportions shown in Table 2.

3.1.1.25 *tap sample*—a spot sample taken from a sample tap on the side of a tank. It may also be referred to as a tank-side sample.

3.1.1.26 *top sample*—a spot sample obtained 15 cm (6 in.) below the top surface of the liquid. See Fig. 1.

3.1.1.27 *tube or thief sample*—a sample obtained with a sampling tube or special thief, either as a core sample or spot sample from a specific point in the tank or container.

3.1.1.28 *upper sample*—a spot sample taken from the middle of the upper one-third of the tank's contents (a distance of one-sixth of the liquid depth below the liquid's surface). See Fig. 1.

3.1.2 Other Terms:

3.1.2.1 *automatic sampler*—a device used to extract a representative sample from the liquid flowing in a pipe.

*Discussion*—The automatic sampler generally consists of a probe, a sample extractor, an associated controller, a flow measuring device, and a sample receiver. For additional information on an automatic sampler, see Practice D4177 (API MPMS Chapter 8.2).

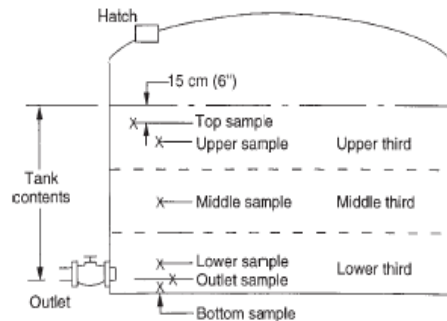
3.1.2.2 *dissolved water*—water in solution in an oil.

3.1.2.3 *emulsion*—an oil/water mixture that does not readily separate.

3.1.2.4 *entrained water*—water suspended in the oil.

*Discussion*—Entrained water includes emulsions but does not include dissolved water.

3.1.2.5 *free water*—the water that exists as a separate phase.



NOTE 1—The location shown for the outlet sample applies only to tanks with side outlets. It does not apply when the outlet comes from the floor of the tank or turns down into a sump. Bottom sample location must be specified.

NOTE 2—Samples should be obtained from within solid stand pipes as the materials normally not representative of the material in the tank at that point.

FIG. 1 Spot Sampling Locations

TABLE 2 Sampling Instructions for Horizontal Cylindrical Tanks

Liquid Depth (% of Diameter)	Sampling Level (% of Diameter Above Bottom)			Composite Sample (Proportionate Parts Of)		
	Upper	Middle	Lower	Upper	Middle	Lower
100	80	50	20	3	4	3
90	75	50	20	3	4	3
80	70	50	20	2	5	3
70		50	20		6	4
60		50	20		5	5
50		40	20		4	6
40			20			10
30			15			10
20			10			10
10			5			10

3.1.2.6 *intermediate container*—the vessel into which all or part of the sample from a primary container/receiver is transferred for transport, storage, or ease of handling.

3.1.2.7 *primary sample receiver/receptacle*—a container in which a sample is initially collected.

*Discussion*—Examples of primary sampler containers include glass and plastic bottles, cans, core-type thief, and fixed and portable sample receivers.

3.1.2.8 *stand pipes*—vertical sections of pipe or tubing extending from the gaging platform to near the bottom of tanks that are equipped with external or internal floating roofs.

*Discussion*—Stand pipes may also be found on ships and barges.

3.1.2.9 *test specimen*—the representative sample taken from the primary or intermediate sample container for analysis.

#### 4. Summary of Practice

4.1 This practice provides procedures for manually obtaining samples of petroleum and petroleum products of a liquid, semi-liquid or solid state from tanks, pipelines, drums, barrels, cans, tubes, bags, kettles and open-discharge streams. It addresses, in detail, the various factors which need to be considered in obtaining a representative sample. These considerations include the analytical tests to be conducted on the sample, the types of sample containers to be used and any special instructions required for special materials to be sampled. Test Method D5854 (API MPMS Chapter 8.3) can provide additional guidance.

#### 5. Significance and Use

5.1 Representative samples of petroleum and petroleum products are required for the determination of chemical and physical properties, which are used to establish standard volumes, prices, and compliance with commercial and regulatory specifications.

5.2 The following concepts must be considered when selecting a specific sampling procedure.

##### 5.2.1 *Objective of Manual Sampling:*

5.2.1.1 The objective of manual sampling is to obtain a small portion (spot sample) of material from a selected area within a container that is representative of the material in the area or, in the case of running or all-level samples, a sample whose composition is representative of the total material in the container. A series of spot samples may be combined to create a representative sample.

##### 5.2.2 *Required Conditions for the Application of Manual Sampling:*

5.2.2.1 Manual sampling may be applied under all conditions within the scope of this practice, provided that the proper sampling procedures are followed.

5.2.2.2 In many liquid manual sampling applications, the material to be sampled contains a heavy component (such as free water) which tends to separate from the main component. In these cases, manual sampling is appropriate under the following conditions.

(1) Sufficient time must have elapsed for the heavy component to adequately separate and settle.

(2) It must be possible to measure the level of the settled component in order to stay well above that level when drawing

representative samples, unless all or part of the heavy component will be included in the portion of the tank contents to be identified.

(3) When one or more of these conditions cannot be met, sampling is recommended and is accomplished by means of an automatic sampling system (see Practice D4177 (API MPMS Chapter 8.2)).

#### 6. Apparatus

6.1 Sample containers come in a variety of shapes, sizes, and materials. To be able to select the right container for a given application one must have knowledge of the material to be sampled to ensure that there will be no interaction between the sampled material and the container which would affect the integrity of the other. Additional considerations in the selection of sample containers is the type of mixing required to remix the contents before transferring the sample from the container and the type of laboratory analyses that are to be conducted on the sample. To facilitate the discussion on proper handling and mixing of samples, sample containers are referred to as either primary or intermediate containers. Regardless of the type of sample container used, the sample container should be large enough to contain the required sample volume without exceeding 80 % of the container capacity. The additional capacity is required for thermal expansion of the sample and enhances sample mixing.

6.2 *General Container Design Considerations*—Following are general design considerations for sample containers:

6.2.1 The bottom of the container should be sloped continuously downward to the outlet to ensure complete liquid withdrawal.

6.2.2 There should be no internal pockets or dead spots.

6.2.3 Internal surfaces should be designed to minimize corrosion, encrustation, and water/sediment clingage.

6.2.4 There should be an inspection cover/closure of sufficient size to facilitate filling, inspection, and cleaning.

6.2.5 The container should be designed to allow the preparation of a homogeneous mixture of the sample while preventing the loss of any constituents which affect the representativeness of the sample and the accuracy of the analytical tests.

6.2.6 The container should be designed to allow the transfer of samples from the container to the analytical apparatus while maintaining their representative nature.

6.3 *Bottles (Glass)*—Clear glass bottles may be examined visually for cleanliness and allows visual inspection of the sample for free water cloudiness, and solid impurities. Brown glass bottles afford some protection to the samples when light may affect the test results.

6.4 *Bottles (Plastic)*—Plastic bottles made of suitable material may be used for the handling and storage of gas oil, diesel oil, fuel oil, and lubricating oil. Bottles of this type should not be used for gasoline, aviation jet fuel, kerosine, crude oil, white spirit, medicinal white oil, and special boiling point products unless testing indicates there is no problem with solubility, contamination, or loss of light components.

6.4.1 In no circumstances shall nonlinear (conventional) polyethylene containers be used to store samples of liquid hydrocarbons. This is to avoid sample contamination or sample

bottle failure. Used engine oil samples that may have been subjected to fuel dilution should not be stored in plastic containers.

6.4.2 Plastic bottles have an advantage in that they will not shatter like glass or corrode like metal containers.

6.5 *Cans*—When cans are to be used, they must have seams that have been soldered on the exterior surfaces with a flux of rosin in a suitable solvent. Such a flux is easily removed with gasoline, whereas many others are very difficult to remove. Minute traces of flux may contaminate the sample so that results obtained on tests such as dielectric strength, oxidation resistance, and sludge formation may be erroneous. Internal epoxy lined cans may have residual contamination and precautions should be taken to ensure its removal. Practice D4306 should be used when taking samples for aviation fuels.

6.6 *Container Closures*—Cork stoppers, or screw caps of plastic or metal may be used for glass bottles. Corks must be of good quality, clean, and free from holes and loose bits of cork. Never use rubber stoppers. Prevent the sample from contacting the cork by wrapping tin or aluminum foil around the cork before forcing it into the bottle. Screw caps providing a vapor tight closure seal shall be used for cans. Screw caps must be protected by a disk faced with material that will not deteriorate and contaminate the sample. Containers used to take samples that will be tested for density or gravity shall have screw caps.

6.7 *Cleaning Procedure*—Sample containers must be clean and free from all substances which might contaminate the material being sampled (such as water, dirt, lint, washing compounds, naphtha and other solvents, soldering fluxes, acids, rust, and oil). Prior to further use, reusable containers such as cans and bottles should be rinsed with a suitable solvent. Use of sludge solvents to remove all traces of sediments and sludge may be necessary. Following the solvent wash, the container should be washed with a strong soap solution, rinsed thoroughly with tap water, and given a final rinse using distilled water. Dry the container either by passing a current of clean warm air through the container or by placing it in a hot dust-free cabinet at 40°C (104°F) or higher. When dry, stopper or cap the container immediately. Normally, it is not necessary to wash new containers.

6.7.1 Depending on service, receivers used in conjunction with automatic samplers may need to be washed with solvent between uses. In most applications, it is not desirable or practical to wash these receivers using soap and water as outlined above for cans and bottles. The cleanliness and integrity of all sample containers/receivers must be verified prior to use.

6.7.2 When sampling aviation fuel, Practice D4306 should be consulted for recommended cleaning procedures for containers that are to be used in tests for the determination of water separation, copper corrosion, electrical conductivity, thermal stability, lubricity, and trace metal content.

6.8 *Sample Mixing Systems*—The sample container should be compatible with the mixing system for remixing samples that have stratified to ensure that a representative sample is available for transfer to an intermediate container or the analytical apparatus. This is especially critical when remixing crude, some black products, and condensates for sediment and

water analysis to ensure a representative sample. The requirements governing the amount of mixing and type of mixing apparatus differ depending upon the petroleum or petroleum product and the analytical test to be performed. Refer to Practice D5854 (API MPMS Chapter 8.3) for more detailed information.

6.8.1 When stratification is not a major concern, adequate mixing may be obtained by such methods as shaking (manual or mechanical), or use of a shear mixer.

6.8.2 Manual and mechanical shaking of the sample container are not recommended methods for mixing a sample for sediment and water (S&W) analysis. Tests have shown it is difficult to impart sufficient mixing energy to mix and maintain a homogeneous representative sample. Practice D5854 (API MPMS Chapter 8.3) contains more detailed information.

6.9 *Other Equipment*—A graduated cylinder or other measuring device of suitable capacity is often required for determining sample quantity in many of the sampling procedures and for compositing samples.

6.10 *Sampling Devices*—Sampling devices are described in detail under each of the specific sampling procedures. Sampling devices shall be clean, dry, and free of all substances that might contaminate the material being sampled.

## 7. Manual Sampling Considerations

7.1 The following factors must be considered in the development and application of manual sampling procedures:

7.1.1 *Physical and Chemical Property Tests*—The physical and chemical property tests to be performed on a sample will dictate the sampling procedures, the sample quantity required, and many of the sample handling requirements.

### 7.1.2 *Sampling Sequence.*

7.1.2.1 Any disturbance of the material in a tank that is to be sampled may adversely affect the representative character of the sample(s). Therefore, the sampling operation should be conducted before innage gaging, the associated temperature determination, and any other similar activity that could disturb the tank contents.

7.1.2.2 To avoid contamination of the oil column during the sampling operation, the order of precedence for sampling should start from the top and work downward, according to the following sampling sequence: surface, top, upper, middle, lower, outlet, clearance, all-levels, bottom, and running sample.

7.1.3 *Equipment Cleanliness*—The sampling equipment should be clean prior to commencing the sampling operation. Any residual material left in a sampling device or sample container from a previous sample or cleaning operation may destroy the representative character of the sample. It is good practice with light petroleum products to rinse the container with the product to be sampled prior to drawing samples.

### 7.1.4 *Compositing of Individual Samples:*

7.1.4.1 If the sampling procedure requires that several different samples be obtained, physical property tests may be performed on each sample or on a composite of the various samples. When the respective tests are performed on individual samples, which is the recommended procedure, the test results are averaged generally.

7.1.4.2 When a multiple tank composite sample is required, such as on board ships and barges, a composite tank sample may be prepared from the samples from different tanks when they contain the same material. In order for such a composite tank sample to be representative of the material contained in the various tanks, the quantity from the individual samples used to prepare the composite tank sample must be proportional to the volumes in the corresponding tanks. In most other compositing situations, equal volumes from the individual samples must be used. The method of compositing should be documented and care taken to preserve the integrity of the samples. It is recommended that a portion of each tank sample be retained separately (not composited) for retesting if necessary.

7.1.4.3 When compositing samples, exercise care to ensure sample integrity. Refer to Practice D5854 (API MPMS Chapter 8.3) for guidance on mixing and handling of samples.

7.1.4.4 Samples taken at specific levels, for example, upper-middle-lower capping will require a small portion of the sample to be poured out to create an ullage in the container before capping. All other samples shall be capped immediately and taken to the laboratory.

7.1.5 *Sample Transfers*—The number of intermediate transfers from one container to another between the actual sampling operation and testing should be minimized. The loss of light hydrocarbons as the result of splashing, loss of water due to clingage, or contamination from external sources, or both, may distort test results, for example, density, sediment and water, product clarity. The more transfers between containers, the greater the likelihood one or both of these problems may occur. See Practice D5854 (API MPMS Chapter 8.3) for additional information concerning the handling and mixing of samples.

7.1.6 *Sample Storage*—Except when being transferred, samples should be maintained in a closed container in order to prevent loss of light components. Samples should be protected during storage to prevent weathering or degradation from light, heat, or other potential detrimental conditions.

7.1.7 *Sample Handling*—If a sample is not uniform (homogeneous) and a portion of the sample must be transferred to another container or test vessel, the sample must be thoroughly mixed in accordance with the type of material and appropriate test method, in order to ensure the portion transferred is representative. Exercise care to ensure mixing does not alter the components within the sample, for example, loss of light ends. See Practice D5854 (API MPMS Chapter 8.3) for more detailed instructions.

## 8. Special Precautions

8.1 This practice does not purport to cover all safety aspects associated with sampling. However, it is presumed that the personnel performing sampling operations are adequately trained with regard to the safe application of the procedures contained herein for the specific sampling situation.

8.2 A degree of caution is required during all sampling operations, but in particular when sampling certain products. Crude oil may contain varying amounts of hydrogen sulfide (sour crude), an extremely toxic gas. Annex A1 provides precautionary statements that are applicable to the sampling and handling of many of these materials.

8.3 When taking samples from tanks suspected of containing flammable atmospheres, precautions should be taken to guard against ignitions from static electricity. Conductive objects, such as gage tapes, sample containers, and thermometers, should not be lowered into or suspended in a compartment or tank that is being filled, or immediately after cessation of pumping. Conductive material such as gage tape should always be in contact with gage tube until immersed in the fluid. A waiting period (normally 30 min or more after filling cessation) will generally be required to permit dissipation of the electrostatic charge. In order to reduce the potential for static charge, nylon or polyester rope, cords, or clothing should not be used. Refer to Test Method D4865.

## 9. Special Instructions for Specific Materials

### 9.1 *Crude Petroleum and Residual Fuel Oils:*

9.1.1 Crude petroleum and residual fuel oils usually are nonhomogeneous. Tank samples of crude oil and residual oils may not be representative for the following reasons:

9.1.1.1 The concentration of entrained water is higher near the bottom. The running sample or the composite of the upper, middle, and lower sample may not represent the concentration of entrained water.

9.1.1.2 The interface between oil and free water is difficult to measure, especially in the presence of emulsion layers, or sludge.

9.1.1.3 The determination of the volume of free water is difficult because the free water level may vary across the tank bottom surface. The bottom is often covered by pools of free water or water emulsion impounded by layers of sludge or wax.

9.1.2 Automatic sampling in accordance with Practice D4177 (API MPMS Chapter 8.2) is recommended whenever samples of these materials are required for custody transfer measurements. However, tank samples may be used when agreed to by all parties to the transaction.

9.2 *Gasoline and Distillate Products*—Gasoline and distillate products are usually homogeneous, but they are often shipped from tanks that have clearly separated water on the bottom. Tank sampling, in accordance with the procedures outlined in Section 13, is acceptable under the conditions covered in 5.2.2.

9.3 *Industrial Aromatic Hydrocarbons*—For samples of industrial aromatic hydrocarbons (benzene, toluene, xylene, and solvent naphthas), proceed in accordance with 5.2.1, Sections 6 and 10, 12.2-12.5, and Section 13, with particular emphasis on the procedures pertaining to the precautions for care and cleanliness. See Annex A1 for details.

### 9.4 *Lacquer Solvents and Diluents:*

9.4.1 When sampling bulk shipments of lacquer solvents and diluents which are to be tested using Guide D268, observe the precautions and instructions described in 9.4.2 and 9.4.3.

9.4.2 *Tanks and Tank Cars*—Obtain upper and lower samples (see Fig. 1) of not more than 1 L (qt) each by the thief or bottle spot sampling procedures outlined in 13.4.2. In the laboratory, prepare a composite sample of not less than 2 L/2 qt by mixing equal parts of the upper and lower samples.

9.4.3 *Barrels, Drums, and Cans*—Obtain samples from the number of containers per shipment as mutually agreed. In the

case of expensive solvents, which are purchased in small quantities, it is recommended that each container be sampled. Withdraw a portion from the center of each container to be sampled using the tube sampling procedure (see 9.4.3) or bottle sampling procedure (see 13.4.2, although a smaller bottle may be used). Prepare a composite sample of at least 1 L (1 qt) by mixing equal portions of not less than 500 mL (1 pt) from each container sampled.

9.5 *Asphaltic Materials*—When sampling asphaltic materials that are to be tested using Test Method D1856 or Test Method D2172, obtain samples by the boring procedure in Section 17 or the grab procedure in Section 18. A sample of sufficient size to yield at least 100 g (¼ lb) of recovered bitumen is required. About 1000 g (2 lb) of sheet asphalt mixtures usually will be sufficient. If the largest lumps in the sample are 2.5 cm (1 in.), 2000 g (4 lb) will usually be required, and still larger samples if the mixture contains larger aggregates.

9.6 *Emulsified Asphalts*—It is frequently necessary to test samples in accordance with the requirements of Specification D977, and Test Methods D244. Obtain samples from tanks, tank cars, and tank trucks by the bottle sampling procedure outlined in 13.4.2 using a bottle that has a 4-cm (1½-in.) diameter or larger mouth. Refer to Fig. 1 and Table 2 for sampling locations. Use the dipper procedure in Section 15 to obtain samples for fill or discharge lines. Sample packages in accordance with Table 3. If the material is solid or semisolid, use the boring sampling procedure described in Section 17. Obtain at least 4 L (1 gal) or 4.5 kg (10 lb) from each lot or shipment. Store the samples in clean, airtight containers at a temperature of not less than 4°C (40°F) until the test. Use a glass or black iron container for emulsified asphalts of the RS-1 type.

10. Special Instructions for Specific Tests

10.1 *General*—Special sampling precautions and instructions are required for some ASTM test methods and specifications. Such instructions supplement the general procedures of this practice and supersede them if there is a conflict.

10.2 *Distillation of Petroleum Products*—When obtaining samples of natural gasoline that are to be tested using Test Method D86, the bottle sampling procedure described in 13.4.2 is the preferred technique, with the exception that pre-cooled bottles and laboratory compositing is required. Before obtaining the sample, pre-cool the bottle by immersing it in the product, allowing it to fill, and discard the first filling. If the

bottle procedure cannot be used, obtain the sample by the tap procedure and with the use of the cooling bath, as described in 13.6. Do not agitate the bottle while drawing the sample. After obtaining the sample, close the bottle immediately with a tight-fitting stopper, and store it in an ice bath or refrigerator at a temperature of 0 to 4.5°C (32 to 40°F).

10.3 *Vapor Pressure*—When sampling petroleum and petroleum products that are to be tested for vapor pressure, refer to Practice D5842 (API MPMS Chapter 8.4).

10.4 *Oxidation Stability*:

10.4.1 When sampling products that are to be tested for oxidation stability in accordance with Test Method D525, Test Method D873, or equivalent methods, observe the precautions and instructions that follow.

10.4.2 *Precautions*—Very small amounts (as low as 0.001 %) of some materials, such as inhibitors, have a considerable effect upon oxidation stability tests. Avoid contamination and exposure to light while taking and handling samples. To prevent undue agitation with air, which promotes oxidation, do not pour, shake, or stir samples to any greater extent than necessary. Never expose them to temperatures above those necessitated by atmospheric conditions.

10.4.3 *Sample Containers*—Use only brown glass or wrapped clear glass bottles as containers, since it is difficult to make certain that cans are free of contaminants, such as rust and soldering flux. Clean the bottles by the procedure described in 6.7. Rinse thoroughly with distilled water, dry, and protect the bottles from dust and dirt.

10.4.4 *Sampling*—A running sample obtained by the procedure in 13.5 is recommended because the sample is taken directly in the bottle. This reduces the possibility of air absorption, loss of vapors, and contamination. Just before sampling, rinse the bottle with the product to be sampled.

11. Special Instructions for Specific Applications

11.1 *Marine Cargoes of Crude Oils*:

11.1.1 Samples of ship or barge cargoes of crude petroleum may be taken by mutual agreement by the following methods:

11.1.1.1 From the shore tanks before loading and both before and after discharging as in Section 13.

11.1.1.2 From the pipeline during discharging or loading. Pipeline samples may be taken either manually or with an automatic sampler. If the pipeline requires displacement or flushing, exercise care that the pipeline sample includes the entire cargo and none of the displacement. Separate samples may be required to cover the effect of the line displacement on the prior or following transfer.

11.1.1.3 From the ship's or barge's tanks after loading or before discharging. An all-levels sample, running sample, upper-middle-lower sample, or spot samples at agreed levels may be used for sampling each cargo compartment of a ship or barge.

11.1.2 Ship and barge samples may be taken either through open hatches or by use of equipment designed for closed systems.

11.1.3 Normally, when loading a marine vessel, the shore tank sample or the pipeline sample taken from the loading line is the custody transfer sample. However, ship's/barge's tank samples may also be tested for sediment and water (S&W) and

TABLE 3 Minimum Number of Packages to be Selected for Sampling

Packages in Lot	Packages to be Sampled	Packages in Lot	Packages to be Sampled
1 to 3	all	1332 to 1728	12
4 to 64	4	1729 to 2197	13
65 to 125	5	2198 to 2744	14
126 to 216	6	2745 to 3375	15
217 to 343	7	3376 to 4096	16
344 to 512	8	4097 to 4913	17
513 to 729	9	4914 to 5832	18
730 to 1000	10	5833 to 6859	19
1001 to 1331	11	6860 and greater	20

for other quality aspects, when required. The results of these ship's/barge's tank sample tests, together with the shore tank sample tests, may be shown on the cargo certificate.

11.1.4 When discharging a ship/barge, the pipeline sample taken from a properly designed and operated automatic line sampler, in the discharge line, should be the custody transfer sample. Where no proper line sample is available, the ship's/barge's tank sample can be the custody transfer sample except where specifically exempted.

11.1.5 Samples of ship/barge cargoes of finished products are taken from both shipping and receiving tanks and from the pipeline, if required. In addition, the product in each of the ship/barge tanks should be sampled after the vessel is loaded or just before unloading.

*NOTE 4*—Refer to MPMS Chapter 17 for additional requirements associated with sampling materials in marine vessels.

11.2 *Crude Oil Gathered By Truck*—Refer to MPMS Chapter 18.1 for additional sampling requirements when gathering crude oil by tank truck.

11.3 *Tank Cars*—Sample the material after the car has been loaded or just before unloading.

11.4 *Package Lots (Cans, Drums, Barrels, or Boxes)*—Take samples from a sufficient number of the individual packages to prepare a composite sample that will be representative of the entire lot or shipment. Select at random the individual packages to be sampled. The number of random packages will depend on several practical considerations, such as (1) the tightness of the product specification; (2) the sources and type of the material and whether or not more than one production batch may be represented in the load and (3) previous experience with similar shipments, particularly with respect to the uniformity of quality from package to package. In most cases, the number specified in *Table 3* will be satisfactory.

## 12. Sampling Procedures (General)

12.1 The standard sample procedures described in this practice are summarized in *Table 1*. Alternative sampling procedures may be used if a mutually satisfactory agreement has been reached by the parties involved. It is recommended that such agreements be put in writing and signed by authorized officials.

### 12.2 Precautions:

12.2.1 Extreme care and good judgment are necessary to ensure that samples are obtained that represent the general characteristics and average condition of the material. Clean hands are important.

12.2.2 Since many petroleum vapors are toxic and flammable, avoid breathing them, igniting them from an open flame, burning embers, or a spark produced by static electricity. All safety precautions specific to the material being sampled should be followed.

12.2.3 When sampling relatively volatile products more than 13.8 kPa (2 psia) RVP, the sampling apparatus shall be filled and allowed to drain before drawing the sample. If the sample is to be transferred to another container, this container shall also be rinsed with some of the volatile product and then drained. When the actual sample is emptied into this container, the sampling apparatus should be upended into the opening of

the sample container and should remain in this position until the contents have been transferred so that no unsaturated air will be entrained in the transfer of the sample.

12.2.4 When sampling nonvolatile liquid products, 13.8 kPa (2 psia) RVP or less, sampling apparatus shall be filled and allowed to drain before drawing the actual sample. If the actual sample is to be transferred to another container, the sample container shall be rinsed with some of the product to be sampled and drained before it is filled with the actual sample.

12.2.5 The transfer of crude oil samples from the sample apparatus/receiver to the laboratory glassware in which they will be analyzed requires special care to maintain their representative nature. The number of transfers should be minimized. Mechanical means of mixing and transferring the samples in the sample receiver are recommended.

### 12.3 Sample Handling:

12.3.1 *Volatile Samples*—All volatile samples of petroleum and petroleum products shall be protected from evaporation. Transfer the product from the sampling apparatus to the sample container immediately. Keep the container closed except when the material is being transferred. After delivery to the laboratory, volatile samples should be cooled before the containers are opened.

12.3.2 *Light Sensitive Samples*—It is important that samples sensitive to light, such as gasoline, be kept in the dark, if the testing is to include the determination of such properties as color, octane, tetraethyl lead and inhibitor contents, sludge forming characteristics, stability tests, or neutralization value. Brown glass bottles may be used. Wrap or cover clear glass bottles immediately.

12.3.3 *Refined Materials*—Protect highly refined products from moisture and dust by placing paper, plastic, or metal foil over the stopper and the top of the container.

12.3.4 *Container Outage*—Never fill a sample container completely. Allow adequate room for expansion, taking into consideration the temperature of the liquid at the time of filling, and the probable maximum temperature to which the filled container may be subjected. Adequate sample mixing is difficult if the container is more than 80% full.

12.4 *Sample Labeling*—Label the container immediately after a sample is obtained. Use waterproof and oilproof ink or a pencil hard enough to dent the tag. Soft pencil and ordinary ink markers are subject to obliteration from moisture, oil smearing, and handling. Include the following information on the label:

12.4.1 Date and time (the period elapsed during continuous sampling and the hour and minute of collection for dipper samples).

12.4.2 Name of the sampler,

12.4.3 Name and number and owner of the vessel, car, or container,

12.4.4 Grade of material, and

12.4.5 Reference symbol or identification number.

12.5 *Sample Shipment*—To prevent loss of liquid and vapors during shipment and to protect against moisture and dust, cover the stoppers of glass bottles with plastic caps that have been swelled in water, wiped dry, placed over the tops of the stoppered bottles, and allowed to shrink tightly in place. Before



filling metal containers, inspect the lips and caps for dents, out-of-roundness, or other imperfections. Correct or discard the cap or container, or both. After filling, screw the cap tightly and check for leaks. Appropriate governmental and carrier regulations applying to the shipment of flammable liquids must be observed.

**13. Tank Sampling**

13.1 Samples should not be obtained from within solid stand pipes as the material is normally not representative of the material in the tank at that point. Stand pipe samples should only be taken from pipes with at least two rows of overlapping slots. See Fig. 2.

13.2 When sampling crude oil tanks with diameters in excess of 45 m (150 ft), additional samples should be taken from any other available gaging hatches located around the perimeter of the tank roof, safety requirements permitting. All the samples should be individually analyzed using the same test method and the results should then be averaged arithmetically.

13.3 *Composite Sample Preparation*—A composite spot sample is a blend of spot samples mixed volumetrically proportional for testing. Some tests may also be made on the spot samples before blending and the results averaged. Spot samples from crude oil tanks are collected in the following ways:

13.3.1 *Three-way*—On tanks larger than 159 m<sup>3</sup> (1000 bbls) capacity, which contain in excess of 4.5 m (15 ft) of oil, equal volume samples should be taken at the upper, middle, and lower or outlet connection of the merchantable oil, in the order named. This method may also be used on tanks up to and including a capacity of 159 m<sup>3</sup> (1000 bbls).

13.3.2 *Two-way*—On tanks smaller than 159 m<sup>3</sup> (1000 bbls) capacity, which contain in excess of 3 m (10 ft) and up to 4.5 m (15 ft) of oil, equal volume samples should be taken at the upper and lower, or outlet connection of the merchantable oil, in the order named. This method may also be used on tanks up to and including a capacity of 159 m<sup>3</sup> (1000 bbls).

13.4 *Spot Sampling Methods*—The requirements for spot sampling are shown in Table 4. For sampling locations, see Fig. 1.

13.4.1 *Core Thief Spot Sampling Procedure.*



FIG. 2 Stand Pipe (with overlapping slots)

TABLE 4 Spot Sampling Requirements

NOTE—When samples are required at more than one location in the tank, the samples shall be obtained beginning with the upper sample first and progressing sequentially to the lower sample.

Tank Capacity/Liquid Level	Required Samples		
	Upper	Middle	Lower
Tank capacity less than or equal to 159 m <sup>3</sup> (1 000 bbls)		X	
Tank capacity greater than 159 m <sup>3</sup> (1 000 bbls)	X	X	X
Level ≤ 3 m (10 ft)		X	
3 m (10 ft) < Level ≤ 4.5 m (15 ft)	X		X
Level > 4.5 m (15 ft)	X	X	X

13.4.1.1 *Application*—The core thief spot sampling procedure may be used for sampling liquids of 101 kPa (14.7 psia) RVP or less in storage tanks, tank cars, tank trucks, ship, and barge tanks.

13.4.1.2 *Apparatus*—A typical core-type thief is shown in Fig. 3. The thief shall be designed so that a sample can be obtained within 2.0 to 2.5 cm (3/4 to 1 in.) of the bottom or at any other specific location within the tank or vessel. The size of the core thief should be selected depending upon the volume of the sample required. The thief should be capable of penetrating the oil in the tank to the required level, mechanically equipped to permit filling at any desired level, and

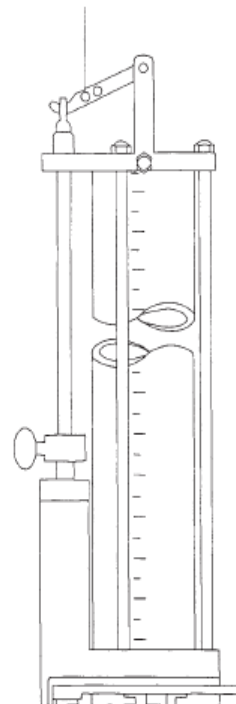


FIG. 3 Core-Type Sampling Thief

capable of being withdrawn without undue contamination of the contents. The thief may include the following features:

- (1) Uniform cross section and bottom closure,
  - (2) Extension rods for use in obtaining samples at levels corresponding with requirements for high connections or for samples to determine high settled sediment and water levels,
  - (3) Sediment and water gage for determining the height of sediment and water in the thief,
  - (4) A clear cylinder that facilitates observing the gravity and temperature of the oil during a gravity test; it also should be equipped with a windshield,
  - (5) An opener to break the tension on the valve or slide at any desired level,
  - (6) A thief cord marked so that the sample can be taken at any depth in the vertical cross section of the tank,
  - (7) A hook to hang the thief in the hatch vertically, and
  - (8) Sample cocks for obtaining samples for determination of sediment and water spaced at the 10-cm (4-in.) and 20-cm (8-in.) marker levels.
- (9) A graduated cylinder and sample container may also be required for use with this procedure.

13.4.1.3 Procedure:

- (1) Inspect the thief, graduated cylinder, and sample container for cleanliness and use only clean, dry equipment.
- (2) Obtain an estimate of the liquid level in the tank. Use an automatic gage or obtain an outage measurement, if required.
- (3) Check the thief for proper operation.
- (4) Open the bottom closure, and set the trip hook in the trip rod.
- (5) Lower the thief to the required location. See Table 5.
- (6) At the required location, close the bottom closure on the thief with a sharp jerk of the line.
- (7) Withdraw the thief.
- (8) If only a middle sample is required, pour all of the sample into the sample container. If samples are required at more than one location, measure out a specified amount of sample with the graduated cylinder, and deposit it in the sample container.

NOTE 5—The amount of sample measured will depend upon the size of the thief and the tests to be performed but should be consistent for the samples taken at different levels.

(9) Discard the remainder of the sample from the sampling thief as required.

(10) Repeat steps (4) through (10) to obtain a sample(s) at the other sample location(s) required by Table 5 or to obtain additional sample volume, if only a middle sample is required.

(11) Install the lid on the sample container.

(12) Label the sample container.

(13) Return the sample container to the laboratory or other facility for mixing and testing.

13.4.2 Bottle/Beaker Spot Sampling.

13.4.2.1 Application—The bottle or beaker spot sampling procedure may be used for sampling liquids of 101 kPa (14.7 psia) RVP or less in storage tanks, tank cars, tank trucks, ship, and barge tanks. Solids or semi-liquids that can be liquefied by heat may be sampled using this procedure, provided they are true liquids at the time of sampling.

13.4.2.2 Apparatus—The bottle and beaker are shown in Fig. 4. A graduated cylinder and possibly a sample container are required for use with this procedure. The sampling cage shall be made of a metal or plastic suitably constructed to hold the appropriate container. The combined apparatus shall be of such weight as to sink readily in the material to be sampled, and provision shall be made to fill the container at any desired level (see Fig. 4A). Bottles of special dimensions are required to fit a sampling cage. The use of sampling cage is generally preferred to that of a weighted sampling beaker for volatile products since loss of light ends is likely to occur when transferring the sample from a weighted sampling beaker to another container.

13.4.2.3 Procedure:

- (1) Inspect the sampling bottle or beaker, graduated cylinder, and sample container for cleanliness and use only clean, dry equipment.
- (2) Obtain an estimate of the liquid level in the tank. Use an automatic gage or obtain an outage measurement if required.
- (3) Attach the weighted line to the sample bottle/beaker or place the bottle in a sampling cage, as applicable.
- (4) Insert the cork in the sampling bottle or beaker.
- (5) Lower the sampling assembly to the required location. See Table 5.
- (6) At the required location, pull out the stopper with a sharp jerk of the sampling line.
- (7) Allow sufficient time for the bottle/beaker to completely fill at the specific location.
- (8) Withdraw the sampling assembly.
- (9) Verify the bottle/beaker is completely full. If not full, empty the bottle/beaker and repeat the procedure beginning with (4).
- (10) If only this spot sample is required for compositing will be accomplished elsewhere, pour all of the sample into the sample container or discard one-fourth of the sample, stopper the bottle/beaker, and proceed to (14). If composited samples are required at more than one location, measure out a specific amount of sample with a graduated cylinder and deposit it in the sample container.

NOTE 6—The amount of sample measured will depend upon the size of the bottle/beaker and the tests to be performed but should be consistent for the samples taken at different levels.

(11) Discard the remainder of the sample from the sampling bottle/beaker as required.

(12) Repeat (3) through (11) to obtain a sample(s) at the other sample location(s) required by Table 5 or to obtain additional sample volume if only a middle sample is required.

(13) Install the closure on the sample container.

TABLE 5 Weighted Sampling Bottle or Beaker

Material	Diameter of Opening	
	cm	in.
Light lubricating oils, kerosines, gasolines, transparent gas oils, diesel fuels, distillates	2	¾
Heavy lubricating oils, nontransparent gas oils	4	1½
Light crude oils less than 43 cTs at 40°C	2	¾
Heavy crude and fuel oils	4	1½

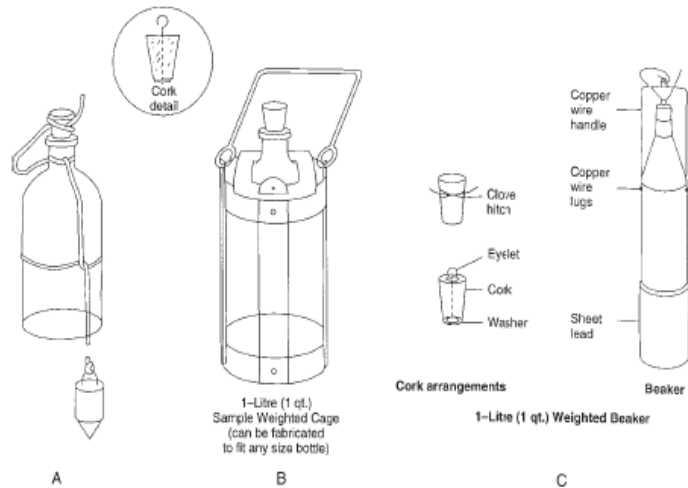


FIG. 4 Assemblies for Bottle/Beaker Sampling

(14) Disconnect the line from the bottle, or remove the sample bottle from the sampling cage, as applicable.

(15) Label the sample container.

(16) Return the sample container to the laboratory or other facility for mixing and testing.

13.5 *Running or All-Level Sampling:*

13.5.1 *Application*—The running and all levels sample procedures are applicable for sampling liquids of 101 kPa (14.7 psia) RVP or less in tank cars, tank trucks, shore tanks, ship tanks, and barge tanks. Solids or semi-liquids that can be liquefied by heat may be sampled by this procedure, provided they are true liquids at the time of sampling. A running/all-levels sample is not necessarily a representative sample because the tank volume may not be proportional to the depth and because the operator may not be able to raise the sampler at the rate required for proportional filling. The rate of filling is proportional to the square root of the depth of immersion.

13.5.2 *Apparatus*—A suitable sampling bottle or beaker, as shown in Fig. 4A and B, equipped with notched cork or other restricted opening is required. Recommended opening diameters for various applications are given in Table 5.

13.5.3 *Procedure:*

13.5.3.1 Inspect the sampling bottle and sample container for cleanliness and use only clean, dry equipment.

13.5.3.2 Attach the weighted line to the sample bottle, or place the bottle in a sampling cage.

13.5.3.3 If required to restrict the filling rate, insert a notched cork in the sampling bottle.

13.5.3.4 For a running sample, lower at a uniform rate the bottle assembly or beaker as near as possible to the level of the bottom of the outlet connection or swing line inlet and, without hesitation, raise it such that the bottle is approximately three-fourths full when withdrawn from the liquid. For an all-levels sample, lower a stoppered bottle assembly or beaker to the desired level, open the stoppered bottle or beaker and raise it at a rate such that it is approximately three-fourths full when it

emerges from the liquid. Alternatively, an all-level sample can be taken with samplers designed for filling as they pass downward through the liquid.

13.5.3.5 Verify that a proper quantity of sample has been obtained. If the bottle is more than three-fourths full, discard the sample and repeat 13.5.3.3 and 13.5.3.4, adjusting the rate at which the bottle assembly is lowered and raised. Alternatively, repeat 13.5.3.3 and 13.5.3.4 using a different notched cork.

13.5.3.6 Empty the contents of the bottle into the sample container, if necessary.

13.5.3.7 If additional sample volume is required, repeat 13.5.3.3-13.5.3.6.

13.5.3.8 Install the lid on the sample container.

13.5.3.9 Label the sample container.

13.5.3.10 Disconnect the line from the bottle, or remove the sample bottle from the sampling cage, as applicable.

13.5.3.11 Return the sample container to the laboratory or other facility for mixing and testing.

13.6 *Tap Sampling:*

13.6.1 *Application*—The tap sampling procedure is applicable for sampling liquids of 101 kPa (14.7 psia) RVP or less in tanks that are equipped with suitable sampling taps. This procedure is recommended for volatile stocks in tanks of the breather and balloon-roof type, spheroids, and so forth. (Samples may be taken from the drain cocks of gage glasses, if the tank is not equipped with sampling taps.)

13.6.2 *Apparatus:*

13.6.2.1 Typical sample tap assembly is shown in Fig. 5. Each tap should be a minimum of 1.25 cm (½ in.) in diameter. Taps 2.0 cm (¾-in.) may be required for heavy, viscous liquids (for example, crude oil of 0.9465 density (18° API) or less). On tanks that are not equipped with floating roofs, each sample tap should extend into the tank a minimum of 10 cm (4 in.).

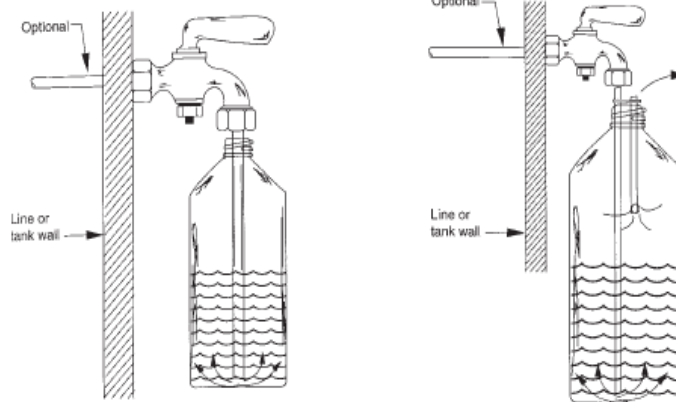


FIG. 5 Assemblies for Tap Sampling

Normally, a sample tap should be equipped with a delivery tube which permits the filling of the sample container from the bottom.

13.6.2.2 For tanks having a side outlet, a tap for obtaining a clearance sample may be located 2 cm (4 in.) below the bottom of the outlet connection. Other requirements for sample taps are outlined in Table 6.

13.6.2.3 Clean, dry glass bottles of convenient size and strength to receive the samples are required.

13.6.3 Procedure:

13.6.3.1 Inspect the sample container(s) and graduated cylinder for cleanliness. If required, obtain clean equipment or clean the existing equipment with a suitable solvent, and rinse with the liquid to be sampled prior to proceeding to 13.6.3.2.

13.6.3.2 Obtain an estimate of the liquid level in the tank.

13.6.3.3 If the material to be sampled is 101 kPa (14.7 psia) RVP or less, connect the delivery tube directly to the sample tap as required.

13.6.3.4 Flush the sample tap and piping until they have been completely purged.

13.6.3.5 Collect the sample in a sample container or a graduated cylinder in accordance with the requirements set forth in Table 7. If samples are to be obtained from different taps, use a graduated cylinder to measure the appropriate sample quantity. Otherwise, collect the sample directly in the sample container. If a delivery tube is used, ensure the end of

Tank Capacity/Liquid Level	Sampling Requirements
Tank capacity less than or equal to 1590 m <sup>3</sup> (10 000 bbls)	
Level below middle tap	Total sample from the lower tap.
Level above middle tap—closest to middle tap	Equal amounts from the middle and lower taps.
Level above middle tap—closest to upper tap	<sup>2</sup> / <sub>6</sub> of total sample from the middle tap and <sup>1</sup> / <sub>6</sub> of total sample from the lower tap.
Level above upper tap	Equal amounts from the upper, middle, and lower taps.
Tank capacity greater than 1590 m <sup>3</sup> (10 000 bbls)	Equal amounts from all submerged taps. A minimum of three taps are required representing different volumes.

the delivery tube is maintained below the liquid level in the graduated cylinder or sample container during the withdrawal of the sample.

13.6.3.6 If the sample was collected in a graduated cylinder, deposit the sample in the sample container.

13.6.3.7 Disconnect the delivery tube and cooler as applicable.

13.6.3.8 If required in accordance with Table 7, repeat 13.6.3-13.6.3.7 to obtain samples from additional taps.

13.6.3.9 Install the lid on the sample container.

13.6.3.10 Label the sample container.

13.6.3.11 Return the sample container to the laboratory or other facility for mixing and testing.

13.7 Bottom Sampling:

13.7.1 Core Thief Bottom Sampling:

13.7.1.1 Application—The core thief sampling procedure is applicable for obtaining bottom samples or for obtaining samples of semi-liquids in tank cars and storage tanks. The core thief is also widely used in sampling crude petroleum in storage tanks. In this application, it may be used for taking samples at different levels, as well as for bottom samples of nonmerchandise oil and water at the bottom of the tank. The thief can be used in some cases to obtain a quantitative estimate of the water at the bottom of a tank.

TABLE 6 Sample Tap Specifications

Tank Capacity	1590 m <sup>3</sup> (10 000 bbls) Or Less	Greater than 1590 m <sup>3</sup> (10 000 bbls)
Number of Sets	1	2 <sup>a</sup>
Number of taps per set, min	3	5
Vertical location		
Upper tap	45 cm (18 in.) from top of shell	
Lower tap	even with bottom of outlet	
Middle tap(s)	equally spaced between upper and lower tap	
Circumferential location		
From inlet	2.4 m (8 ft), min	
From outlet/drain	1.6 m (6 ft), min	

<sup>a</sup> The respective sets of taps should be located on opposite sides of the tank.

13.7.1.2 *Apparatus*—The thief shall be designed so that a sample can be obtained within 2 to 2.5 cm (3/4 to 1 in.) of the bottom of the car or tank. The core type thief is shown in Fig. 3. This type is lowered into the tank with the valve open to permit the hydrocarbon to flush through the container. When the thief strikes the bottom of the tank, the valve shuts automatically to trap a bottom sample.

13.7.1.3 *Procedure*—Lower the clean, dry thief slowly through the dome of the tank car or tank hatch until it gently bumps the bottom. Allow the thief to fill and settle, gently raise 5 to 10 cm (2 to 4 in.) and then lower the thief until it strikes the bottom and the valve closes. Remove the thief from the tank and transfer the contents to the sample container. Close and label the container immediately and deliver it to the laboratory.

13.7.2 *Closed-Core Bottom Sampling.*

13.7.2.1 *Application*—The closed-core thief sampling procedure is applicable for obtaining bottom samples of tank cars and storage tanks. In sampling crude petroleum in storage tanks, the thief might be used for obtaining bottom samples of nonmerchantable oil and water at the bottom of the tank.

13.7.2.2 *Apparatus*—The thief shall be designed so that a sample can be obtained within 1.25 cm (1/2 in.) of the bottom of the tank car or tank. A closed-core type thief is shown in Fig. 6. This type of thief has a projecting stem on the valve rod which opens the valves automatically as the stem strikes the bottom of the tank. The sample enters the container through the bottom valve, and air is released simultaneously through the top valve. The valves snap shut when the thief is withdrawn. Use only clean, dry cans, or glass bottles as sample containers.

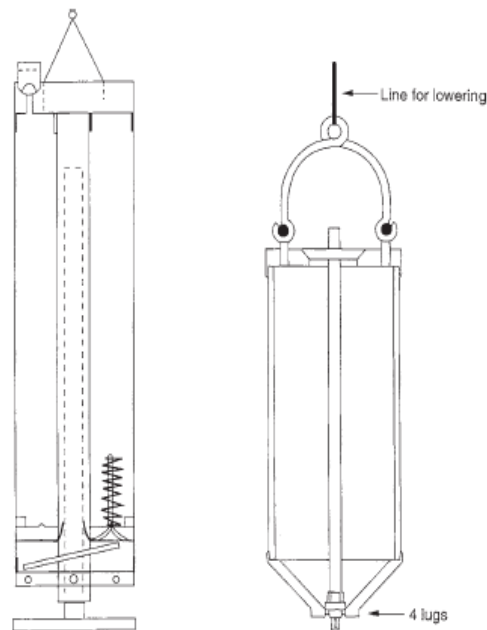


FIG. 6 Closed-Core Type Sampling Thief

13.7.2.3 *Procedure*—Lower the clean, dry thief through the dome of the tank car or tank hatch until it strikes the bottom. When full, remove the thief and transfer the contents to the sample container. Close and label the container immediately and deliver it to the laboratory.

13.7.3 *Extended-Tube Sampling.*

13.7.3.1 *Application*—The extended-tube sampling procedure may be used only for obtaining bottom water samples primarily on ships and barges. The procedure may be used for sampling bottom water in shore tanks, but no specific guidelines for such use are available.

13.7.3.2 *Apparatus*—A typical extended-tube sampling assembly is shown in Fig. 7. The extended-tube sampler consists of a flexible tube connected to the suction of a manually operated pump. For support purposes and to establish a known sampling point, the tubing is attached to the weighted end of a conductive wire or tape such that the open end of the tube is located approximately 1.25 cm (1/2 in.) above the tip of the weight. The tubing and wire (or tape) shall be long enough to extend to the bottom (reference height) of the vessel or storage tank from which the sample is to be obtained. A grounding cable shall be provided for the assembly. In addition to the sampler, a clean, dry bottle or other appropriate container is required to collect each sample.

13.7.3.3 *Procedure:*

(1) Assemble the extended-tube sampler.  
 (2) Following assembly, prime the tubing and pump with water and close-off (ensure it is not vented to atmosphere) the top end of the assembly to prevent loss of priming water as the sampling tube is lowered. Connect the grounding cable to the ship or barge tank or storage tank, and lower the weighted end of the sampler to the bottom.

(3) Begin the sampling operation by slowly and steadily operating the manual pump. To reduce the possibility of capturing a contaminated sample, initially purge and discard a volume greater than twice the sampling assembly's capacity. Collect the sample(s) directly in a clean, dry bottle(s) or other appropriate container(s).

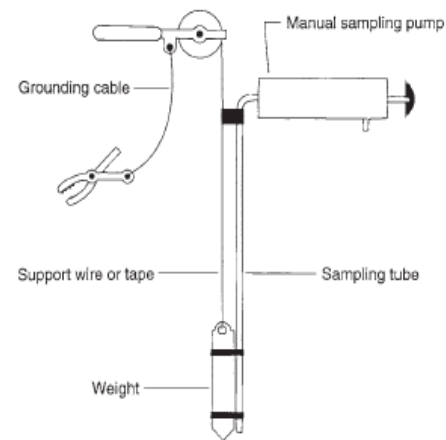


FIG. 7 Typical Extended-Tube Sampler

(4) If a sample at a different level within the bottom water layer is required, raise the weighted bob and tubing to the new level above the bottom. Purge the residual water in the tubing assembly (twice the sampler assembly volume), and collect the new sample(s).

(5) After each sample has been collected, immediately close and label the bottle (or container) in preparation for delivery to the laboratory.

(6) When the sampling operation is complete, clean and disassemble the sampler components.

**14. Manual Pipeline Sampling**

14.1 *Application*—This manual pipeline sampling procedure is applicable to liquids of 101 kPa (14.7 psia) RVP or less and semi-liquids in pipelines, filling lines, and transfer lines. The continual sampling of pipeline streams by automatic devices is covered in Practice D4177 (API MPMS Chapter 8.2). When custody transfer is involved, continuous automatic sampling is the preferred method as opposed to manual pipeline samples. In the event of automatic sampler failure, manual sampling may be needed. Such manual samples should be taken as representatively as possible.

14.2 *Apparatus*—A sampling probe is used to direct sample from the flowing stream. All probes should extend into the center one-third of the pipe's cross-section area. All probes inlets should be facing upstream. Probe designs that are commonly used are shown in Fig. 8 and can be:

14.2.1 A tube beveled at a 45° angle as shown in Fig. 8C.

14.2.2 A short radius elbow or pipe bend. The end of the probe should be chamfered on the inside diameter to give a sharp entrance edge (see Fig. 8B).

14.2.3 A closed-end tube with a round orifice spaced near the closed end as shown in Fig. 8A.

**14.3 Probe Location:**

14.3.1 Since the fluid to be sampled may not always be homogeneous, the location, position, and size of the sampling probe should be such as to minimize any separation of water and heavier particles that would make their concentration different in the gathered sample than in the main stream.

14.3.2 The probe should always be in a horizontal plane to prevent drain back of any part of the sample to the main stream.

14.3.3 The sampling probe should preferably be located in a vertical run of pipe where such a vertical run can be provided. The probe may also be located in a horizontal run of pipe. The flowing velocity must be high enough to provide adequate turbulent mixing (see Practice D4177 (API MPMS Chapter 8.2)).

14.3.4 Where adequate flowing velocity is not available, a suitable device for mixing the fluid flow should be installed upstream of the sampling tap to reduce stratification to an acceptable level. If flow has been vertical for a sufficient distance, as in a platform riser, such a device may not be necessary even at low flow rates. Some effective methods for obtaining adequate mixing are: a reduction in pipe size, a series of baffles, and orifice or perforated plate, or combination of any of these methods. The design or sizing of the device is optional with the user, as long as the flowing stream is sufficiently well mixed to provide a representative sample from the probe.

14.3.5 Sampling lines, used in conjunction with probes, should be as short as is practical and should be cleared before any samples are taken.

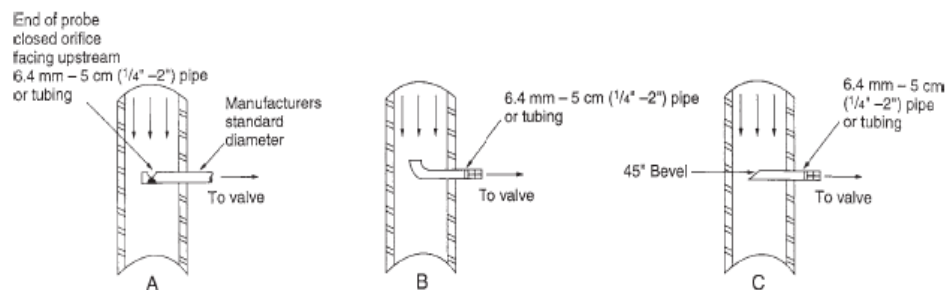
14.3.6 When sampling semi-liquids, it may be necessary to heat the sample line, valves, and receiver to a temperature just sufficient to keep the material liquid and to ensure accurate sampling and mixing.

14.3.7 To control the rate at which the sample is withdrawn, the probe should be fitted with valves or plug cocks.

**14.4 Procedure:**

14.4.1 Adjust the valve or plug cock from the sampling probe so that a steady stream is drawn from the probe. Whenever possible, the rate of sample withdrawal should be such that the velocity of liquid flowing through the probe is approximately equal to the average linear velocity of the stream flowing through the pipeline. Measure and record the rate of sample withdrawal as gallons per hour. Divert the sample stream to the sampling container continuously or intermittently to provide a quantity of sample that will be of sufficient size for analysis.

14.4.2 In sampling crude petroleum and other petroleum products, samples of 250 mL (½ pt) or more should be taken every hour or at increments less than an hour, as necessary. By mutual agreement, the sample period or sample size, or both, may be varied to accommodate the parcel size. It is important



NOTE—Probes may be fitted with valves or plug cocks. The probe should be oriented horizontally.

**FIG. 8 Probes for Spot Manual Samples**

that the size of the samples and the intervals between the sampling operations be uniform for a uniform flow rate. When the main stream flow rate is variable, the sampling rate and volume must be varied accordingly so that the flow is proportional. In practice, this is difficult to accomplish manually.

14.4.3 Each sample of crude petroleum should be placed in a closed container, and at the end of the agreed upon time period, the combined samples should be mixed and a composite sample taken for test purposes. Refer to 12.3 for mixing and handling. The sample container should be stored in a cool, dry place; exposure to direct sunlight should be avoided.

14.4.4 Alternatively, line samples may be taken at regular intervals and individually tested. The individual test results may be arithmetically averaged, adjusting for variations in flow rate during the agreed upon time period.

14.4.5 Either composite or arithmetically averaged results are acceptable by mutual agreement.

14.4.6 With either procedure, always label each sample and deliver to the laboratory in the container in which it was collected.

### 15. Dipper Sampling

15.1 *Application*—The dipper sampling procedure is applicable for sampling liquids of 13.8 kPa (2 psia) RVP or less and semi-liquids where a free or open discharge stream exists, as in small filling and transfer pipelines, 5 cm (2 in.) in diameter or less, and filling apparatus for barrels, packages, and cans.

15.2 *Apparatus*—Use a dipper with a flared bowl and a handle of conventional length made of a material such as tinned steel that will not affect the product being tested. The dipper should have a capacity suitable for the amount to be collected and must be protected from dust and dirt when not being used. Use a clean, dry sample container of the desired size.

15.3 *Procedure*—Insert the dipper in the free-flowing stream so that a portion is collected from the full cross section of the stream. Take portions at time intervals chosen so that a complete sample proportional to the pumped quantity is collected. The gross amount of sample collected should be approximately 0.1 percent, but not more than 150 L (40 gal) of the total quantity being sampled. Transfer the portions into the sample container as soon as they are collected. Keep the container closed, except when pouring a dipper portion into it. As soon as all portions of the sample have been collected, close and label the sample container and deliver it to the laboratory.

### 16. Tube Sampling

16.1 *Application*—The tube sampling procedure is applicable for sampling liquids of 13.8 kPa (2 psia) RVP or less and semi-liquids in drums, barrels, and cans.

16.2 *Apparatus*—Either a glass or metal tube may be used, designed so that it will reach to within about 3 mm (1/8 in.) of the bottom of the container. Capacity of the tube can vary from 500 mL to 1 L (1 pt to 1 qt). A metal tube suitable for sampling 189 L (50-gal) drums is shown in Fig. 9. Two rings soldered to opposite sides of the tube at the upper end are convenient for holding it by slipping two fingers through the rings, thus leaving the thumb free to close the opening. Use clean, dry cans, or glass bottles for sample containers.

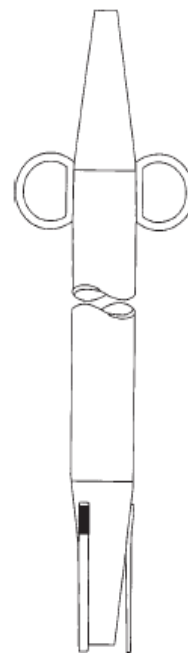


FIG. 9 Typical Drum or Barrel Sampler

### 16.3 Procedure:

16.3.1 Place the drum or barrel on its side with the bung up. If the drum does not have a side bung, stand it upright and sample from the top. If detection of water, rust, or other insoluble contaminants is desired, let the barrel or drum remain in this position long enough to permit the contaminants to settle. Remove the bung and place it beside the bung hole with the oily side up. Close the upper end of the clean, dry sampling tube with the thumb, and lower the tube into the oil to a depth of about 30 cm (1 ft). Remove the thumb, allowing oil to flow into the tube. Again, close the upper end with the thumb and withdraw the tube. Rinse the tube with the oil by holding it nearly horizontal and turning it so that the oil comes in contact with that part of the inside surface that will be immersed when the sample is taken. Avoid handling any part of the tube that will be immersed in the oil during the sampling operation. Discard the rinse oil and allow the tube to drain. Insert the tube into the oil again, holding the thumb against the upper end. (If an all-levels sample is desired, insert the tube with the upper end open.) When the tube reaches the bottom, remove the thumb and allow the tube to fill. Replace the thumb, withdraw the tube quickly, and transfer the contents to the sample container. Do not allow the hands to come in contact with any part of the sample. Close the sample container; replace and tighten the bung in the drum or barrel. Label the sample container and deliver it to the laboratory.

16.3.2 Obtain samples from cans of 18.9 L (5 gal) capacity or larger in the same manner as for drums and barrels, using a tube of proportionately smaller dimensions. For cans of less

than a 18.9-L (5-gal) capacity, use the entire contents as the sample, selecting cans at random as indicated in Table 4 or in accordance with the agreement between the purchaser and the seller.

**17. Boring Sampling**

17.1 *Application*—The boring sampling procedure is applicable for sampling waxes and soft solids in barrels, cases, bags, and casks when they cannot be melted and sampled as liquids.

17.2 *Apparatus*:

17.2.1 Use a ship auger 2 cm (3/4 in.) in diameter (preferred), similar to that shown in Fig. 10, and of sufficient length to pass through the material to be sampled.

17.2.2 Use clean, wide-mouth metal containers or glass jars with covers for cover sample containers.

17.3 *Procedure*—Remove the heads or covers of barrels or cases. Open bags and wrappings of casks. Remove any dirt, sticks, string, or other foreign substances from the surface of the material. Bore three test holes through the body of the material, one at the center, the other two halfway between the center and the edge of the package on the right and left sides, respectively. If any foreign matter is removed from the interior of the material during the boring operation, include it as part of the borings. Put the three sets of borings in individual sample containers, label, and deliver them to the laboratory.

17.4 *Laboratory Inspection*—If there are any visible differences in the samples, examine and test each set of borings at the laboratory. Otherwise, combine the three sets of borings into one sample. If subdivision of borings is desired, chill, pulverize (if necessary), mix, and quarter the borings until reduced to the desired amount.

**18. Grab Sampling**

18.1 *Application*—The grab sampling procedure is applicable for sampling all lumpy solids in bins, bunkers, freight cars, barrels, bags, boxes, and conveyors. It is particularly applicable for the collection of green petroleum coke samples from railroad cars and for the preparation of such samples for laboratory analysis. Refer to Practice D346 when other methods of shipping or handling are used. Petroleum coke may be sampled while being loaded into railroad cars from piles or after being loaded into railroad cars from coking drums.

18.2 *Apparatus*—A polyethylene pail of approximately 9.5 L (10 qt) capacity shall be used as the sample container. Use a stainless steel or aluminum No. 2 size scoop to fill the container.

18.3 *Procedure*—Lumpy solids are usually heterogeneous and difficult to sample accurately. It is preferable to take samples during the unloading of cars or during transit; obtain a number of portions at frequent and regular intervals and combine them.

18.3.1 *Sampling From Railroad Cars*—Use one of the following procedures:

18.3.1.1 *Cars Being Loaded from a Pile*—Take a full scoop of sample at each of the five sampling points shown in Fig. 11,



FIG. 10 Ship Auger for Boring Procedure

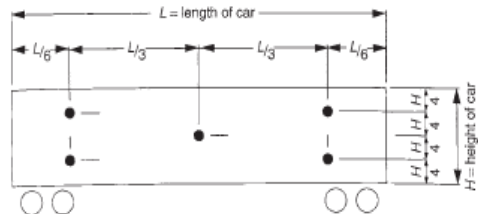


FIG. 11 Location of Sampling Points at Different Levels for Rail Cars

and deposit in a polyethylene pail. Cover the sample, and deliver it to the laboratory. Each sampling point shall be located equidistant from the sides of the railroad car.

18.3.1.2 *After Direct Loading from Coking Drums*—At any five of the sampling points shown in Fig. 12, take a full scoop of coke from about 30 cm (1 ft) below the surface, and deposit it in a polyethylene pail. Cover the sample and deliver it to the laboratory.

18.3.2 *Sampling From Conveyors*—Take one scoop for each 7 to 9 metric tons (8 to 10 short tons) of coke transported. These samples may be handled separately or composited after all samples representing the lot have been taken.

18.3.3 *Sampling From Bags, Barrels, or Boxes*:

18.3.3.1 Obtain portions from a number of packages selected at random as shown in Table 3, or in accordance with the agreement between the purchaser and seller.

18.3.3.2 Carefully mix the grab sample and reduce it in size to a convenient laboratory sample by the quartering procedure described in Practice D346. Perform the quartering operation on a hard, clean surface, free from cracks, and protected from rain, snow, wind, and sun. Avoid contamination with cinders, sand, chips from the floor, or any other material. Protect the sample from loss or gain of moisture or dust. Mix and spread the sample in a circular layer, and divide it into quadrants. Combine two opposite quadrants to form a representative reduced sample. If this sample is still too large for laboratory purposes, repeat the quartering operation. In this manner, the sample will finally be reduced to a representative, suitable size for laboratory purposes. Label and deliver the sample to the laboratory in a suitable container.

**19. Grease Sampling**

19.1 *Application*—This method covers practices for obtaining samples representative of production lots or shipments of lubricating greases or of soft waxes or soft bitumens similar to

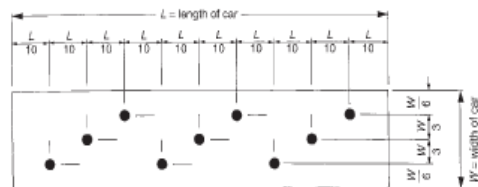


FIG. 12 Location of Sampling Points from Exposed Surface for Rail Cars



grease in consistency. This procedure is quite general because a wide variety of conditions are often encountered, and the procedure may have to be modified to meet individual specifications. Proceed in accordance with Sections 6 and 7, particularly those paragraphs pertaining to precautions, care and cleanliness, except where they conflict with instructions given in this section.

**19.2 Inspection:**

19.2.1 If the material is a lubricating grease and inspection is made at the manufacturing plant, take samples from finished shipping containers of each production batch or lot. Never take grease samples directly from grease kettles, cooling pans, tanks, or processing equipment. Do not sample the grease until it has cooled to a temperature not more than 9.4°C (15°F) above that of the air surrounding the containers and until it has been in the finished containers for at least 12 h. When the containers for a production batch of grease are of different sizes, treat the grease in each size of container as a separate lot. When inspection is made at the place of delivery, obtain a sample from each shipment. If a shipment consists of containers from more than one production batch (lot numbers), sample each batch separately.

19.2.2 If the material being inspected is of grease-like consistency, but is not actually a lubricating grease but some mixture of heavy hydrocarbons, such as microcrystalline waxes or soft bitumens, it is permissible to take samples from pans, tanks, or other processing equipment, as well as from containers of the finished product. The grease sampling method shall be applicable to such stocks only if for some reason it is not possible to apply heat and convert the material into a true liquid.

19.3 **Sample Size**—Select containers at random from each lot or shipment to give the required quantity specified in Table 8.

**19.4 Procedure:**

19.4.1 Examine the opened containers to determine whether the grease is homogeneous, comparing the grease nearest the outer surfaces of the container with that in the center, at least 15 cm (6 in.) below the top surface, for texture and consistency. When more than one container of a lot or shipment is opened, compare the grease in all open containers.

19.4.2 If no marked difference in the grease is found, take one portion from the approximate center and at least 6.5 cm (3 in.) below the surface of each opened container in sufficient quantity to provide a composite sample of the desired quantity (see Table 8). Withdraw portions with a clean scoop, large spoon, or spatula, and place them in a clean container. Very

**TABLE 8 Size of Grease Samples**

Container	Lot or Shipment	Minimum Sample
Tubes or packages, less than 0.45 kg (1 lb)	All	enough units for a 4.4 kg (2 lb) sample
0.45 kg (1 lb) cans	All	three cans
2.3 or 4.6 kg (5 or 10 lb) cans	All	one can
Larger than 4.6 kg (10 lb)	less than 4536 kg (10 000 lb)	1 to 1.4 kg (2 to 3 lb) from one or more containers
Larger than 4.6 kg (10 lb)	4536 to 22 680 kg (10 000 to 50 000 lb)	1 to 2.3 kg (2 to 5 lb) from two or more containers
Larger than 4.6 kg (10 lb)	more than 22 680 kg (50 000 lb)	1 to 2.3 kg (2 to 5 lb) from three or more containers

soft, semi-fluid greases may be sampled by dipping with a 0.45 kg (1 lb) can or suitable dipper. If any marked difference in the grease from the various locations of an opened container is found, take two separate samples of about 0.45 kg (1 lb) each, one from the top surface adjacent to the wall and the other from the center of the container, at least 15 cm (6 in.) below the top surface. If any marked variations are noted between different containers of a lot or shipment, take separate samples of about 0.45 (1 lb) from each container. When more than one sample of a batch or shipment is taken because of lack of uniformity, send them to the laboratory as separate samples.

19.4.3 If more than one portion is required to represent a lot or shipment of grease softer than 175 penetration (see Test Method D217), prepare a composite sample by mixing equal portions thoroughly. Use a large spoon or spatula and a clean container. Avoid vigorous mixing or working of air into the grease. As grease samples become partially “worked” in being removed from containers, the procedure is not suitable for obtaining samples of greases softer than 175 penetration on which unworked penetration is to be determined. For greases having a penetration of less than 175, cut samples from each container with a knife in the form of blocks about 15 by 15 by 5 cm (6 by 6 by 2 in.). If required, make unworked penetration tests on blocks as procured and other inspection tests on grease cut from the blocks.

**20. Keywords**

20.1 boring sampling; bottle/beaker sampling; core thief spot sampling; dipper sampling; extended tube sampling; grab sampling; grease sampling; marine custody transfer; sample containers; sample handling; sample labeling; sample mixing; sample shipment; sampling; sampling cage; static sampling; stand pipes; tap sampling; tube sampling

## ANNEX

## (Mandatory Information)

## A1. WARNING STATEMENTS

A1.1 The following substances may be used throughout the course of this standard test method. The precautionary statements should be read prior to use of such substances.

A1.1.1 *Benzene*:

A1.1.1.1 Keep away from heat, sparks, and open flame.

A1.1.1.2 Keep container closed.

A1.1.1.3 Use with adequate ventilation.

A1.1.1.4 Use fume hood whenever possible.

A1.1.1.5 Avoid build-up of vapors and eliminate all sources of ignition, especially non-explosion proof electrical apparatus and heaters.

A1.1.1.6 Avoid prolonged breathing of vapors or spray mist.

A1.1.1.7 Avoid contact with skin and eyes. Do not take internally.

A1.1.2 *Diluent (Naphtha)*:

A1.1.2.1 Keep away from heat, sparks, and open flame.

A1.1.2.2 Keep container closed.

A1.1.2.3 Use with adequate ventilation. Avoid build-up of vapors and eliminate all sources of ignition, especially non-explosion proof electrical apparatus and heaters.

A1.1.2.4 Avoid prolonged breathing of vapors or spray mist.

A1.1.2.5 Avoid prolonged or repeated skin contact.

A1.1.3 *Flammable Liquid (general)*:

A1.1.3.1 Keep away from heat, sparks, and open flame.

A1.1.3.2 Keep container closed.

A1.1.3.3 Use only with adequate ventilation.

A1.1.3.4 Avoid prolonged breathing of vapor or spray mist.

A1.1.3.5 Avoid prolonged or repeated contact with skin.

A1.1.4 *Gasoline (White)*:

A1.1.4.1 Harmful if absorbed through skin.

A1.1.4.2 Keep away from heat, sparks, and open flame.

A1.1.4.3 Keep container closed. Use with adequate ventilation.

A1.1.4.4 Avoid build-up of vapors and eliminate all sources of ignition especially non-explosion proof electrical apparatus and heaters.

A1.1.4.5 Avoid prolonged breathing of vapor or spray mist.

A1.1.4.6 Avoid prolonged or repeated skin contact.

A1.1.5 *Toluene and Xylene*:

A1.1.5.1 **Warning**—Flammable. Vapor harmful.

A1.1.5.2 Keep away from heat, sparks, and open flame.

A1.1.5.3 Keep container closed.

A1.1.5.4 Use with adequate ventilation. Avoid breathing of vapor or spray mist.

A1.1.5.5 Avoid prolonged or repeated contact with skin.

*ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.*

*This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.*

*This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail), or through the ASTM website (www.astm.org).*

## ANEXO C

### PROCEDIMIENTO Y NORMA ASTM D70-18A, MÉTODO DE PRUEBA ESTÁNDAR PARA DENSIDAD RELATIVA MÉTODO DE PICNÓMETRO

#### Procedimiento Técnica con picnómetro.

1. Pesar el picnómetro vacío, asegurarse que este se encuentre limpio y seco tanto en su parte interna como externa.
2. Adicionar agua destilada al picnómetro hasta el borde y ubicar la tapa sin ejercer fuerza sobre la misma.
3. Limpiar bien el picnómetro externamente y pesar.
4. Desocupar el picnómetro y lavarlo con solvente de secado.
5. Agitar bien la muestra invirtiendo el recipiente que la contenga durante 1 minuto.
6. Adicionar muestra (según sea el caso; Petróleo o agua) hasta el borde y ubicar la tapa sin ejercer fuerza sobre la misma.
7. Limpiar bien el picnómetro externamente y pesar.



Designation: D70 – 18a

## Standard Test Method for Density of Semi-Solid Asphalt Binder (Pycnometer Method)<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation D70; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

*This standard has been approved for use by agencies of the U.S. Department of Defense.*

### 1. Scope\*

1.1 This test method covers the determination of the relative density and density of semi-solid asphalt binder by use of a pycnometer.

NOTE 1—An alternate method for determining the density of asphalt binder is Test Method D3289. For materials which are too fluid for use of this test method, use Test Method D3142/D3142M.

NOTE 2—This test method may also be used for the determination of the relative density and density of soft tar pitches.

1.2 The values stated in either SI units or inch-pound units are to be regarded separately as standard. The values stated in each system may not be exact equivalents; therefore, each system shall be used independently of the other. Combining values from the two systems may result in nonconformance with the standard.

1.3 **Warning**—Mercury has been designated by the United States Environmental Protection Agency (EPA) and many state agencies as a hazardous material that can cause central nervous system, kidney, and liver damage. Mercury, or its vapor, may be hazardous to health and corrosive to materials. Caution should be taken when handling mercury and mercury-containing products. See the applicable product Material Safety Data Sheet (MSDS) or Safety Data Sheet (SDS) for details and the EPA's website ([www.epa.gov/mercury/faq.htm](http://www.epa.gov/mercury/faq.htm)) for additional information. Users should be aware that selling mercury, mercury-containing products, or both, in your state may be prohibited by state law.

1.4 The text of this standard references notes and footnotes which provide explanatory material. These notes and footnotes (excluding those in tables and figures) shall not be considered as requirements of the standard.

1.5 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appro-*

*priate safety, health, and environmental practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

1.6 *This international standard was developed in accordance with internationally recognized principles on standardization established in the Decision on Principles for the Development of International Standards, Guides and Recommendations issued by the World Trade Organization Technical Barriers to Trade (TBT) Committee.*

### 2. Referenced Documents

#### 2.1 ASTM Standards:<sup>2</sup>

- C670 Practice for Preparing Precision and Bias Statements for Test Methods for Construction Materials
- D140/D140M Practice for Sampling Asphalt Materials
- D3142/D3142M Test Method for Specific Gravity, API Gravity, or Density of Cutback Asphalts by Hydrometer Method
- D3289 Test Method for Density of Semi-Solid and Solid Asphalt Materials (Nickel Crucible Method)
- D3666 Specification for Minimum Requirements for Agencies Testing and Inspecting Road and Paving Materials
- D4311/D4311M Practice for Determining Asphalt Volume Correction to a Base Temperature
- E1 Specification for ASTM Liquid-in-Glass Thermometers
- E77 Test Method for Inspection and Verification of Thermometers
- E563 Practice for Preparation and Use of an Ice-Point Bath as a Reference Temperature
- E644 Test Methods for Testing Industrial Resistance Thermometers
- E879 Specification for Thermistor Sensors for General Purpose and Laboratory Temperature Measurements
- E1137/E1137M Specification for Industrial Platinum Resistance Thermometers

#### 2.2 Other:

- CRC Handbook of Chemistry and Physics

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D04 on Road and Paving Materials and is the direct responsibility of Subcommittee D04.47 on Miscellaneous Asphalt Tests.

Current edition approved Dec. 1, 2018. Published December 2018. Originally approved in 1920. Last previous edition approved in 2018 as D70 – 18. DOI: 10.1520/D0070-18A.

<sup>2</sup> For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, [www.astm.org](http://www.astm.org), or contact ASTM Customer Service at [service@astm.org](mailto:service@astm.org). For *Annual Book of ASTM Standards* volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

\*A Summary of Changes section appears at the end of this standard

Copyright © ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States

Copyright by ASTM Intl (all rights reserved); Mon Sep 23 16:33:26 EDT 2019 1  
Downloaded/printed by

FUNDACION UNIVERSIDAD DE AMERICA (FUNDACION UNIVERSIDAD DE AMERICA) pursuant to License Agreement. No further reproductions authorized.

3. Terminology

3.1 Definitions of Terms Specific to This Standard:

3.1.1 density—the mass per unit volume of a material.

3.1.2 relative density—the ratio of the mass of a given volume of a material to the mass of the same volume of water at the same temperature (see Note 3).

NOTE 3—Relative density is also described as specific gravity.

4. Summary of Test Method

4.1 The sample is placed in a standardized pycnometer. The pycnometer and sample are weighed, then the remaining volume is filled with water. The filled pycnometer is brought to the test temperature and weighed. The density of the sample is calculated from its mass and the mass of water displaced by the sample in the filled pycnometer.

5. Significance and Use

5.1 Values of density are used for converting volumes to units of mass, and for correcting measured volumes from the temperature of measurement to a standard temperature using Practice D4311/D4311M.

5.2 The quality of the results produced by this standard are dependent on the competence of the personnel performing the procedure and the capability, calibration, and maintenance of the equipment used. Agencies that meet the criteria of Specification D3666 are generally considered capable of competent and objective testing, sampling, inspection, etc. Users of this standard are cautioned that compliance with Specification D3666 alone does not completely ensure reliable results. Reliable results depend on many factors; following the suggestions of Specification D3666 or some similar acceptable guideline provides a means of evaluation and controlling some of these factors.

6. Apparatus

6.1 Pycnometer, glass, consisting of a cylindrical or conical vessel carefully ground to receive an accurately fitting glass stopper 22 to 26 mm [0.9 to 1.0 in.] in diameter. The stopper shall be provided with a hole 1.0 to 2.0 mm [0.04 to 0.08 in.] in diameter, centrally located in reference to the vertical axis. The top surface of the stopper shall be substantially plane and have no chips, and the lower surface shall be concave to allow

all air to escape through the bore. The height of the concave section shall be 4.0 to 18.0 mm [0.16 to 0.71 in.] at the center. The stoppered pycnometer shall have a capacity of 24 to 30 mL [0.95 to 1.18 in.] and shall weigh not more than 40 g [1.4 oz]. Suitable pycnometers are illustrated in Fig. 1.

6.2 Water Bath, constant-temperature, capable of maintaining the temperature within 0.1 °C [0.2 °F] of the test temperature. The water bath shall be equipped with a thermometer as described in 6.3.

6.3 Thermometer—The thermometer shall be one of the following:

6.3.1 A liquid-in-glass partial immersion thermometer of suitable range with subdivisions and maximum scale error of 0.1 °C [0.2 °F] which conforms to the requirements of Specification E1. Calibrate the thermometer in accordance with one of the methods in Test Method E77 or verify its original calibration at the ice point (Notes 4 and 5). A thermometer commonly used is an ASTM 63C.

NOTE 4—Practice E563 provides instructions on the preparation and use of an ice-point bath as a reference temperature.

NOTE 5—If the thermometer does not read 0.0 ± 0.1 °C [32.0 ± 0.2 °F] at the ice point, then the thermometer should be recalibrated.

6.3.2 A platinum resistance thermometer (PRT) with sensor which conforms to the requirements of Specification E1137/E1137M. The thermometer shall be calibrated annually as a single unit and have a 3- or 4-wire connection configuration. The sensing element shall be immersed to the depth specified by the manufacturer. Calibrate the PRT system (sensor and readout) in accordance with Test Methods E644 or verify its original calibration at the ice point (Notes 4 and 5). Corrections shall be applied to ensure accurate measurements within 0.1 °C [0.2 °F].

6.3.3 A thermistor thermometer with sensor which conforms to the requirements of Specification E879, calibrated annually as a single unit. The sensing element of the thermistor shall be completely immersed. Calibrate the thermistor thermometer system (sensor and readout) in accordance with Test Methods E644 or verify its original calibration at the ice point (Notes 4 and 5). Corrections shall be applied to ensure accurate measurements within 0.1 °C [0.2 °F].

6.4 Balance, capable of making the required measurements to an accuracy of at least 0.001 g [0.00001 oz].

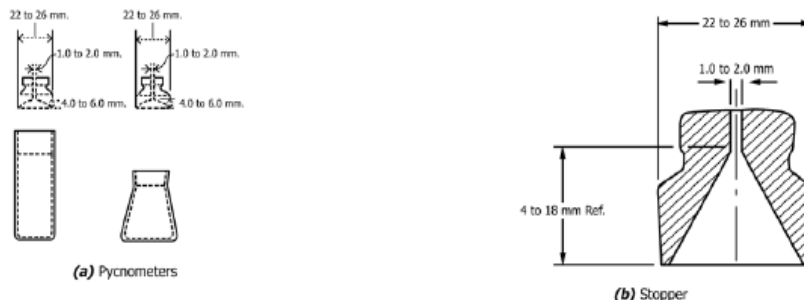


FIG. 1 Suitable Pycnometers and Stopper

6.5 *Beaker, 600-mL [20-fluid oz] or larger Griffin low-form beaker.*

6.6 *Tongs or Clean Nitrile (or Similar) Gloves, for placing and removing the pycnometer from the beaker.*

## 7. Materials

7.1 *Water*—Boiled and cooled distilled or deionized water, free of visual contaminants. Water greater than three days post boiling and cooling shall not be used (Note 7).

NOTE 6—Water should be discarded or re-boiled if bubbles are seen in the pycnometer during testing.

NOTE 7—As an alternative to using heat, a vacuum source to pull a negative pressure until the water boils without heat may be used. In this case, the water does not have to be cooled before use.

## 8. Sampling

8.1 Take samples in accordance with Practice D140/D140M. The sample shall be free of foreign substances.

8.2 Thoroughly mix the sample before removing a representative portion for testing.

## 9. Preparation of Apparatus

9.1 Partially fill a 600-mL [20-fluid oz] or larger Griffin low-form beaker with freshly boiled and cooled distilled or deionized water to a level that will allow the top of the pycnometer to be immersed to a depth of not less than 40 mm [1.6 in.].

9.2 Partially immerse the beaker in the water bath to a depth sufficient to allow the bottom of the beaker to be immersed to a depth of not less than 100 mm [3.9 in.], while the top of the beaker is above the water level of the bath. Utilize some method to ensure that the beaker does not tip over, while making sure that circulation of the water in the conditioning bath around the beaker is not restricted.

9.3 Maintain the temperature of the water bath within 0.1 °C [0.2 °F] of the test temperature as determined by the thermometer described in 6.3.

## 10. Standardization of Pycnometer

10.1 Perform each of the following steps for each test temperature at which the pycnometer will be used, handling the pycnometer only with tongs or gloves as described in 6.6:

10.1.1 Thoroughly clean, dry, and weigh the pycnometer to the nearest 0.001 g [0.00001 oz]. Designate this mass as *A*.

10.1.2 Remove the beaker from the water bath, if necessary. Fill the pycnometer with freshly boiled distilled or deionized water, placing the stopper loosely in the pycnometer. Place the pycnometer in the beaker and press the stopper firmly in place. Return the beaker to the water bath if previously removed.

10.1.3 Allow the pycnometer to remain in the water for a period of not less than 30 min. The water bath must be maintained within 0.1 °C [0.2 °F] of the test temperature as determined by the thermometer described in 6.3 during this time period. Remove the pycnometer and immediately dry the top of the stopper with one stroke of a dry towel (Note 8), then quickly dry the remaining outside area of the pycnometer and weigh to the nearest 0.001 g [0.00001 oz]. Designate the mass of the pycnometer plus water as *B*.

NOTE 8—Do not re-dry the top of the stopper even if a small droplet of water forms as a result of expansion. If the top is dried at the instant of removing the pycnometer from the water, the proper mass of the contents at the test temperature will be recorded. If moisture condenses on the pycnometer during weighing, quickly re-dry the outside of the pycnometer (excluding the top) before recording the mass.

## 11. Procedure

11.1 Perform each of the following steps, handling the pycnometer only with tongs or gloves as described in 6.6:

11.1.1 *Preparation of Sample*—Heat the sample with care, stirring to prevent local overheating, until the sample has become sufficiently fluid to pour. In no case should the temperature be raised to more than 55 °C [131 °F] above the expected softening point for tar, or to more than 110 °C [230 °F] above the expected softening point for asphalt. Do not heat for more than 120 min, and avoid incorporating air bubbles into the sample.

11.1.2 Pour enough sample into the clean, dry, warmed pycnometer to fill it about three-fourths of its capacity. Take precautions to keep the material from touching the sides of the pycnometer above the final level and prevent the inclusion of air bubbles (Note 9). Allow the pycnometer and its contents to cool to ambient temperature for a period of not less than 40 min and weigh with the stopper to the nearest 0.001 g [0.00001 oz]. Designate the mass of the pycnometer plus sample as *C*. The pycnometer shall be handled with only tongs or gloves during this entire process.

NOTE 9—If any air bubbles are inadvertently entrained, remove by brushing the surface of the asphalt in the pycnometer with a high “soft” flame of a Bunsen burner or torch. To avoid overheating, do not allow the flame to remain in contact with the asphalt more than a few seconds at any one time.

11.1.3 Remove the beaker from the water bath, if necessary. Fill the pycnometer containing the sample with freshly boiled distilled or deionized water, placing the stopper loosely in the pycnometer. Do not allow any air bubbles to remain in the pycnometer. Place the pycnometer in the beaker and press the stopper firmly in place. Return the beaker to the water bath if previously removed.

11.1.4 Allow the pycnometer to remain in the water bath for a period of not less than 30 min. Remove the pycnometer from the bath. Dry and weigh using the same technique and timing as that employed in 10.1.3. Designate this mass of pycnometer plus sample plus water as *D*.

## 12. Calculation

12.1 Calculate the relative density to the nearest 0.001 as follows:

$$\text{relative density} = (C - A) / [(B - A) - (D - C)] \quad (1)$$

where:

- A* = mass of pycnometer (plus stopper),
- B* = mass of pycnometer filled with water,
- C* = mass of pycnometer partially filled with asphalt, and
- D* = mass of pycnometer plus asphalt plus water.

12.2 Calculate density to the nearest 0.001 as follows:

$$\text{Density} = \text{relative density} \times W_T \quad (2)$$

TABLE 1 Precision of Relative Density Data for Semi-Solid Bituminous Materials

	Temperature °C [°F]	Single-Operator			Multilaboratory		
		Degrees of Freedom	(1S)	(D2S)	Degrees of Freedom	(1S)	(D2S)
Asphalt	15.6 [60.1]	54	0.0011	0.0032	24	0.0018	0.0051
	25.0 [77]	54	0.00080	0.0023	24	0.0024	0.0068
Soft tar pitch	15.6 [60.1]	72	0.0013	0.0038	27	0.0029	0.0083
	25.0 [77]	72	0.00083	0.0023	27	0.0017	0.0048
Pooled values	15.6 [60.1]	114	0.0013	0.0037	51	0.0024	0.0068
	25.0 [77]	114	0.00082	0.0023	51	0.0019	0.0053

where:

$W_T$  = density of water at the test temperature (Note 10).

NOTE 10—Density of water from CRC Handbook of Chemistry and Physics:

Temperature °C [°F]	Density of Water kg/m <sup>3</sup> (kg/L)	[Density of Water lb/ft <sup>3</sup> (lb/gal)]
15.6 [60.1]	999.0 (0.9990)	[62.37 (8.337)]
25.0 [77]	997.0 (0.9970)	[62.24 (8.321)]

13. Report

13.1 Report density to the nearest 1 kg/m<sup>3</sup> (0.001 kg/L) [0.05 lb/ft<sup>3</sup> (0.001 lb/gal)] and the test temperature.

14. Precision and Bias

14.1 *Single-Operator Precision*—The single-operator pooled standard deviation for the relative density (specific gravity) of semi-solid bituminous materials has been found to be 0.0013 at 15.6 °C and 0.00082 at 25.0 °C (see Table 1). Therefore, results of two properly conducted tests by the same operator on the same material should not differ by more than the following values (see Note 11):

Test Temperature, °C [°F]	Density, kg/m <sup>3</sup> (kg/L)
15.6 [60.1]	3.7 (0.0037)
25.0 [77]	2.3 (0.0023)

14.2 *Multilaboratory Precision*—The multilaboratory pooled standard deviation for the relative density (specific gravity) of semi-solid bituminous materials has been found to be 0.0024 at 15.6 °C and 0.0019 at 25.0 °C (see Table 1). Therefore, results of two properly conducted tests by two laboratories on samples of the same material should not differ by more than the following values (see Note 11):

Test Temperature, °C [°F]	Density, kg/m <sup>3</sup> (kg/L)
15.6 [60.1]	6.8 (0.0068)
25.0 [77]	5.4 (0.0054)

NOTE 11—These number represent, respectively, the (1S) and (D2S) limits as described in Practice C670.

14.3 *Bias*—No information can be presented on the bias of the procedure in this test method for measuring density because no material having an accepted reference value is available.

15. Keywords

15.1 density; pycnometer; relative density; specific gravity

SUMMARY OF CHANGES

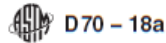
Committee D04 has identified the location of selected changes to this standard since the last issue (D70 – 18) that may impact the use of this standard. (Approved Dec. 1, 2018.)

- (1) Added new Note 2 and renumbered remaining notes.
- (2) Moved the contents of Note 7 into the body of the standard as mandatory language.

Committee D04 has identified the location of selected changes to this standard since the last issue (D70 – 17) that may impact the use of this standard. (Approved Apr. 1, 2018.)

- (1) Term ‘bituminous materials’ changed to ‘asphalt binder’ in Section 1.
- (2) SI units changed to combined SI/inch-pound units throughout.
- (3) Specifications D3666 and E879 added to Section 2.
- (4) Added new subsections 1.4 and 5.2.
- (5) Thermometer requirements updated in 6.3.2 and 6.3.3.
- (6) Wording updated throughout to specify that the pycnometer is to be handled with tongs or gloves at all times.

Committee D04 has identified the location of selected changes to this standard since the last issue (D70 – 09) that may impact the use of this standard. (Approved Dec. 15, 2017.)



## D70 – 18a

- (1) Term 'asphalt cement' changed to 'asphalt' in 1.1.
- (2) Units changed to SI only in 1.2.
- (3) Mercury caveat moved to Section 1.
- (4) Term 'calibrate' changed to 'standardize' throughout.
- (5) Thermometer wording changed to be more specific in 6.3.
- (6) Requirements for water updated in 7.1.
- (7) **Note 7** added to indicate that water can be boiled by applying negative pressure until it boils.
- (8) Rubber-covered tongs added to the apparatus in 6.6.
- (9) Maximum preheat time changed from 60 min to 120 min in 11.1.
- (10) ASTM standards **E77, E563, E644, and E1137/E1137M** added to Section 2.

*ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.*

*This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.*

*This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or [service@astm.org](mailto:service@astm.org) (e-mail); or through the ASTM website ([www.astm.org](http://www.astm.org)). Permission rights to photocopy the standard may also be secured from the Copyright Clearance Center, 222 Rosewood Drive, Danvers, MA 01923, Tel: (978) 646-2600; <http://www.copyright.com/>*



## ANEXO D

### PROCEDIMIENTO Y NORMA ASTM D1298-12B, MÉTODO DE PRUEBA ESTÁNDAR PARA DENSIDAD, DENSIDAD RELATIVA O GRAVEDAD API DEL PETRÓLEO Y PRODUCTOS DE PETRÓLEO LÍQUIDOS POR HIDRÓMETRO

- **Procedimiento Técnica con hidrómetro.**

1. Agitar la muestra invirtiendo el recipiente que la contenga durante minuto.
2. Colocar la muestra en la probeta, removiendo las burbujas de aire en la superficie. Se debe tomar una cantidad suficiente de muestra (más de 250 ml), que permita al hidrómetro flotar libremente y a la vez permitir una fácil lectura.
3. Introducir cuidadosamente el hidrómetro en la muestra, sin que este toque las paredes de la probeta hasta dos divisiones al inicio de la escala y soltarlo lentamente.
4. Dejar flotar libremente y durante el tiempo necesario para que el hidrómetro adquiera reposo y se pueda determinar la lectura en el punto en que la superficie de la muestra corta la escala vertical del hidrómetro.
5. Inmediatamente tomar la temperatura de la muestra, utilizando el termómetro del hidrómetro (si lo posee) o en un termómetro separado para realizar las correcciones necesarias.
6. Calentar la muestra a temperatura de 86°F, 104°F Y 122°F en el baño de María y repetir la determinación de la gravedad API a la temperatura correspondiente.

This international standard was developed in accordance with internationally recognized principles on standardization established in the Decision on Principles for the Development of International Standards, Guides and Recommendations issued by the World Trade Organization Technical Barriers to Trade (TBT) Committee.



Designation: D1298 – 12b (Reapproved 2017)



AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE

Manual of Petroleum Measurement Standards (MPMS), Chapter 9.1

## Standard Test Method for Density, Relative Density, or API Gravity of Crude Petroleum and Liquid Petroleum Products by Hydrometer Method<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation D1298; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

*This standard has been approved for use by agencies of the U.S. Department of Defense.*

### 1. Scope

1.1 This test method covers the laboratory determination using a glass hydrometer in conjunction with a series of calculations, of the density, relative density, or API gravity of crude petroleum, petroleum products, or mixtures of petroleum and nonpetroleum products normally handled as liquids, and having a Reid vapor pressure of 101.325 kPa (14.696 psi) or less. Values are determined at existing temperatures and corrected to 15 °C or 60 °F by means of a series of calculations and international standard tables.

1.2 The initial hydrometer readings obtained are uncorrected hydrometer readings and not density measurements. Readings are measured on a hydrometer at either the reference temperature or at another convenient temperature, and readings are corrected for the meniscus effect, the thermal glass expansion effect, alternative calibration temperature effects and to the reference temperature by means of the Petroleum Measurement Tables; values obtained at other than the reference temperature being hydrometer readings and not density measurements.

1.3 Readings determined as density, relative density, or API gravity can be converted to equivalent values in the other units or alternative reference temperatures by means of Interconversion Procedures (API MPMS Chapter 11.5), or Adjunct to D1250 Guide for Petroleum Measurement Tables (API MPMS Chapter 11.1), or both, or tables, as applicable.

1.4 The initial hydrometer readings determined in the laboratory shall be recorded before performing any calculations. The calculations required in Section 10 shall be applied to the

initial hydrometer reading with observations and results reported as required by Section 11 prior to use in a subsequent calculation procedure (ticket calculation, meter factor calculation, or base prover volume determination).

1.5 Annex A1 contains a procedure for verifying or certifying the equipment for this test method.

1.6 The values stated in SI units are to be regarded as standard.

1.6.1 *Exception*—The values given in parentheses are provided for information only.

1.7 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

1.8 *This international standard was developed in accordance with internationally recognized principles on standardization established in the Decision on Principles for the Development of International Standards, Guides and Recommendations issued by the World Trade Organization Technical Barriers to Trade (TBT) Committee.*

### 2. Referenced Documents

#### 2.1 ASTM Standards:<sup>2</sup>

- D1250 Guide for Use of the Petroleum Measurement Tables
- D4057 Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products
- D4177 Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products
- D5854 Practice for Mixing and Handling of Liquid Samples of Petroleum and Petroleum Products
- E1 Specification for ASTM Liquid-in-Glass Thermometers
- E100 Specification for ASTM Hydrometers

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D02 on Petroleum Products, Liquid Fuels, and Lubricants and the API Committee on Petroleum Measurement, and is the direct responsibility of Subcommittee D02.02/COMQ, the joint ASTM-API Committee on Hydrocarbon Measurement for Custody Transfer (Joint ASTM-API). This test method has been approved by the sponsoring committees and accepted by the Cooperating Societies in accordance with established procedures.

Current edition approved July 15, 2017. Published July 2017. Originally approved in 1953. Last previous edition approved in 2012 as D1298 – 12b. DOI: 10.1520/D1298-12BR17.

<sup>2</sup> For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, [www.astm.org](http://www.astm.org), or contact ASTM Customer Service at [service@astm.org](mailto:service@astm.org). For *Annual Book of ASTM Standards* volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

- 2.2 *API Standards*:<sup>3</sup>  
**MPMS Chapter 8.1** Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products (ASTM Practice D4057)  
**MPMS Chapter 8.2** Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products (ASTM Practice D4177)  
**MPMS Chapter 8.3** Mixing and Handling of Liquid Samples of Petroleum and Petroleum Products (ASTM Practice D5854)  
**MPMS Chapter 11.1** Temperature and Pressure Volume Correction Factors for Generalized Crude Oils, Refined Products and Lubricating Oils (Adjunct to ASTM D1250)  
**MPMS Chapter 11.5** Density/Weight/Volume Intraconversion
- 2.3 *Energy Institute Standards*:<sup>4</sup>  
**IP 389** Determination of wax appearance temperature (WAT) of middle distillate fuels by differential thermal analysis (DTA) or differential scanning calorimetry (DSC)  
**IP Standard Methods Book, Appendix A, Specifications – IP Standard Thermometers**
- 2.4 *ISO Standards*:<sup>5</sup>  
**ISO 649-1** Laboratory glassware – Density hydrometers for general purpose – Part 1: Specification
- 2.5 *ASTM Adjuncts*:  
 Adjunct to **D1250** Guide for Petroleum Measurement Tables (API **MPMS** Chapter 11.1)<sup>6</sup>

### 3. Terminology

#### 3.1 Definitions of Terms Specific to This Standard:

3.1.1 *API gravity, n*—a special function of relative density (specific gravity) 60/60 °F, represented by:

$$^{\circ}\text{API} = [141.5 / (\text{relative density } 60/60 \text{ }^{\circ}\text{F})] - 131.5 \quad (1)$$

3.1.1.1 *Discussion*—No statement of reference temperature is required, as 60 °F is included in the definition.

3.1.2 *cloud point, n*—temperature at which a cloud of wax crystals first appears in a liquid when it is cooled under specific conditions.

3.1.3 *density, n*—the mass of liquid per unit volume at 15 °C and 101.325 kPa with the standard unit of measurement being kilograms per cubic metre.

3.1.3.1 *Discussion*—Other reference temperatures, such as 20 °C, may be used for some products or in some locations. Less preferred units of measurement (for example, kg/L or g/mL) are still in use.

3.1.4 *hydrometer reading, n*—the point on the hydrometer scale at which the surface of the liquid cuts the scale.

3.1.4.1 *Discussion*—In practice for transparent fluids this can be readily determined by aligning the surface of the liquid on both sides of the hydrometer and reading the Hydrometer scale where these surface readings cut the scale (Hydrometer

Reading – Observed). For nontransparent fluids the point at which the liquid surface cuts the Hydrometer scale cannot be determined directly and requires a correction (Meniscus Correction). The value represented by the point (Meniscus Reading) at which the liquid sample rises above the main surface of the liquid subtracted from the value represented by where the main surface of the liquid cuts the Hydrometer scale is the amount of the correction or Meniscus correction. This meniscus correction is documented and then subtracted from the value represented by the Meniscus Reading to yield the Hydrometer Reading corrected for the Meniscus (Hydrometer Reading – Observed, Meniscus Corrected).

3.1.5 *observed values, n*—values observed at temperatures other than the specified reference temperature. These values are only hydrometer readings and not density, relative density (specific gravity), or API gravity at that other temperature.

3.1.6 *pour point, n*—lowest temperature at which a test portion of crude petroleum or petroleum product will continue to flow when it is cooled under specified conditions.

3.1.7 *relative density (specific gravity), n*—the ratio of the mass of a given volume of liquid at a specific temperature to the mass of an equal volume of pure water at the same or different temperature. Both reference temperatures shall be explicitly stated.

3.1.7.1 *Discussion*—Common reference temperatures include 60/60 °F, 20/20 °C, 20/4 °C. The historic deprecated term *specific gravity* may still be found.

3.1.8 *wax appearance temperature (WAT), n*—temperature at which waxy solids form when a crude petroleum or petroleum product is cooled under specified conditions.

### 4. Summary of Test Method

4.1 The sample is brought to a specified temperature and a test portion is transferred to a hydrometer cylinder that has been brought to approximately the same temperature. The appropriate hydrometer and thermometer, also at a similar temperature, are lowered into the test portion and allowed to settle. After temperature equilibrium has been reached, the hydrometer scale is read, and the temperature of the test portion is taken. The observed hydrometer reading is corrected for the meniscus effect, the thermal glass expansion effect, alternative calibration temperature effects and then reduced to the reference temperature by means of the volume correction factors or tables as applicable by use of the appropriate Adjunct to **D1250** Guide for Petroleum Measurement Tables (API **MPMS** Chapter 11.1) and observed temperature from the thermometer.

4.2 If necessary, the hydrometer cylinder and its contents are placed in a constant temperature bath to avoid excessive temperature variation during the test.

### 5. Significance and Use

5.1 Accurate determination of the density, relative density (specific gravity), or API gravity of petroleum and its products is necessary for the conversion of measured volumes to volumes or masses, or both, at the standard reference temperatures of 15 °C or 60 °F during custody transfer.

<sup>3</sup> Published as Manual of Petroleum Measurement Standards. Available from the American Petroleum Institute (API), 1220 L St., NW, Washington, DC 20005-4070, <http://www.api.org>.

<sup>4</sup> Available from Energy Institute, 61 New Cavendish St., London, W1G 7AR, U.K., <http://www.energyinst.org>.

<sup>5</sup> Available from American National Standards Institute (ANSI), 25 W. 43rd St., 4th Floor, New York, NY 10036, <http://www.ansi.org>.

<sup>6</sup> Available from ASTM International Headquarters. Order Adjunct No. AD/D1250. Original adjunct produced in 1983.

5.2 This procedure is most suitable for determining the density, relative density (specific gravity), or API gravity of low viscosity transparent liquids. This procedure can also be used for viscous liquids by allowing sufficient time for the hydrometer to reach temperature equilibrium, and for opaque liquids by employing a suitable meniscus correction. Additionally for both transparent and opaque fluids the readings shall be corrected for the thermal glass expansion effect and alternative calibration temperature effects before correcting to the reference temperature.

5.3 When used in connection with bulk oil measurements, volume correction errors are minimized by observing the hydrometer reading at a temperature close to that of the bulk oil temperature.

5.4 Density, relative density, or API gravity is a factor governing the quality and pricing of crude petroleum. However, this property of petroleum is an uncertain indication of its quality unless correlated with other properties.

5.5 Density is an important quality indicator for automotive, aviation and marine fuels, where it affects storage, handling and combustion.

6. Apparatus

6.1 *Hydrometers*, of glass, graduated in units of density, relative density, or API gravity as required, conforming to Specification E100 or ISO 649-1, and the requirements given in Table 1.

6.1.1 The user should ascertain that the instruments used for this procedure conform to the requirements set out above with respect to materials, dimensions, and scale errors. In cases where the instrument is provided with a calibration certificate issued by a recognized standardizing body, the instrument is classed as certified and the appropriate corrections for the meniscus effect, the thermal glass expansion effect, and alternative calibration temperature effects shall be applied to the observed readings prior to corrections. Instruments that satisfy the requirements of this test method, but are not provided with a recognized calibration certificate, are classed as uncertified.

6.2 *Thermometers*, having range, graduation intervals and maximum permitted scale error shown in Table 2 and conforming to Specification E1 or IP Appendix A.

6.2.1 Alternative measuring devices or systems may be used, provided that the total uncertainty of the calibrated system is no greater than that specified in 6.2. The stated

TABLE 1 Recommended Hydrometers

Units	Range		Scale <sup>a</sup>		Meniscus Correction
	Total	Each Unit	Interval <sup>a</sup>	Error <sup>a</sup>	
Density, kg/m <sup>3</sup> at 15 °C	600 - 1100	20	0.2	± 0.2	+0.3
	600 - 1100	50	0.5	± 0.3	+0.7
	600 - 1100	50	1.0	± 0.6	+1.4
Relative density, 60/60 °F	0.600 - 1.100	0.020	0.0002	± 0.0002	+0.0003
	0.600 - 1.100	0.050	0.0005	± 0.0003	+0.0007
	0.600 - 1.100	0.050	0.001	± 0.0006	+0.0014
Relative density, 60/60 °F	0.650 - 1.100	0.050	0.0005	± 0.0005	+0.0007
API Gravity	-1 - +101	12	0.1	± 0.1	-0.1

<sup>a</sup>Interval and Error relate to Scale.

TABLE 2 Recommended Thermometers

Scale	Range	Graduation Interval	Scale Error
°C	-1 - +38	0.1	± 0.1
°C	-20 - +102	0.2	± 0.15
°F	-5 - +215	0.5	± 0.25

repeatability and reproducibility values are not applicable if alternative fluids are used in the liquid-in-glass thermometers.

6.3 *Hydrometer Cylinder*, clear glass, or plastic (see 6.3.1). The inside diameter of the cylinder shall be at least 25 mm greater than the outside diameter of the hydrometer and the height shall be such that the appropriate hydrometer floats in the sample test portion with at least 25 mm clearance between the bottom of the hydrometer and the bottom of the cylinder.

6.3.1 Hydrometer cylinders constructed of plastic materials shall be resistant to discoloration or attack by oil samples and shall not affect the material being tested. They shall not become opaque under prolonged exposure to sunlight.

6.4 *Constant-Temperature Bath*, if required, of dimensions such that it can accommodate the hydrometer cylinder with the test portion fully immersed below the test portion liquid surface, and a temperature control system capable of maintaining the bath temperature within 0.25 °C of the test temperature throughout the duration of the test.

6.5 *Stirring Rod*, optional, of glass or plastic, approximately 400 mm in length.

7. Sampling

7.1 Unless otherwise specified, samples of non-volatile petroleum and petroleum products shall be taken by the procedures described in Practice D4057 (API MPMS Chapter 8.1) and D4177 (API MPMS Chapter 8.2).

7.2 Samples of volatile crude petroleum or petroleum products are preferably taken by Practice D4177 (API MPMS Chapter 8.2), using a variable volume (floating piston) sample receiver to minimize any loss of light components which may affect the accuracy of the density measurement. In the absence of this facility, extreme care shall be taken to minimize these losses, including the transfer of the sample to a chilled container immediately after sampling.

7.3 *Sample Mixing*—May be necessary to obtain a test portion representative of the bulk sample to be tested, but precautions shall be taken to maintain the integrity of the sample during this operation. Mixing of volatile crude petroleum or petroleum products containing water or sediments, or both, or the heating of waxy volatile crude petroleum or petroleum products may result in the loss of light components. The following subsections (7.3.1 to 7.3.4) will give some guidance on sample integrity maintenance.

7.3.1 *Volatile Crude Petroleum and Petroleum Products Having an RVP Greater than 50 kPa*—Mix the sample in its original closed container in order to minimize the loss of light components.

NOTE 1—Mixing volatile samples in open containers will lead to loss of light components and consequently affect the value of the density obtained.

**7.3.2 Waxy Crude Petroleum**—If the petroleum has an expected pour point above 10 °C, or a cloud point or WAT above 15 °C, warm the sample to a temperature that is sufficient for ensuring the material is fluid enough to provide adequate mixing without excessively heating the material that would otherwise compromise the integrity of the sample. Samples heated to 9 °C above its pour point, or 3 °C above its cloud point or WAT have been found to be suitable temperatures to warm samples prior to mixing. Whenever possible, mix the sample in its original closed container in order to minimize the loss of light components.

**7.3.3 Waxy Distillate**—Warm the sample to a temperature that is sufficient for ensuring the material is fluid enough to provide adequate mixing without excessively heating the material that would otherwise compromise the integrity of the sample. Samples heated to 3 °C above its cloud point or WAT have been found to be suitable temperatures to warm samples prior to mixing.

**7.3.4 Residual Fuel Oils**—Heat the sample to the test temperature prior to mixing (see 9.1.1 and Note 4).

7.4 Additional information on the mixing and handling of liquid samples will be found in Practice D5854 (API MPMS Chapter 8.3).

## 8. Apparatus Verification or Certification

8.1 Hydrometers and thermometers shall be verified in accordance with the procedures in Annex A1.

## 9. Procedure

### 9.1 Temperature of Test:

9.1.1 Bring the sample to the test temperature which shall be such that the sample is sufficiently fluid but not so high as to cause the loss of light components, nor so low as to result in the appearance of waxy solids in the test portion.

**Note 2**—The density, relative density or API gravity determined by the hydrometer is most accurate at or near the reference temperature.

**Note 3**—The volume and density, the relative density, and the API corrections in the volume correction tables are based on the average expansions of a number of typical materials. Since the same coefficients were used in compiling each set of tables, corrections made over the same temperature interval minimize errors arising from possible differences between the coefficient of the material under test and the standard coefficients. This effect becomes more important as temperatures diverge from the reference temperature.

**Note 4**—The hydrometer reading is obtained at a temperature appropriate to the physico-chemical characteristics of the material under test. This temperature is preferably close to the reference temperature, or when the value is used in conjunction with bulk oil measurements, within 3 °C of the bulk temperature (see 5.3).

9.1.2 For crude petroleum, bring the sample close to the reference temperature or, if wax is present, to 9 °C above its expected pour point or 3 °C above its expected cloud point or WAT, whichever is higher.

**Note 5**—For crude petroleum an indication of the WAT can be found using IP 389, with the modification of using 50  $\mu$ L  $\pm$  5  $\mu$ L of sample. The precision of WAT for crude petroleum using this technique has not been determined.

### 9.2 Density Measurement:

9.2.1 Bring the hydrometer cylinder and thermometer to within approximately 5 °C of the test temperature.

9.2.2 Transfer the sample to the clean, temperature-stabilized hydrometer cylinder without splashing, to avoid the formation of air bubbles, and minimize evaporation of the lower boiling constituents of more volatile samples. (**Warning**—Extremely flammable. Vapors may cause flash fire!)

9.2.3 Transfer highly volatile samples by siphoning or water displacement. (**Warning**—Do not siphon by mouth as it could result in ingestion of sample!)

9.2.3.1 Samples containing alcohol or other water-soluble materials should be placed into the cylinder by siphoning.

9.2.4 Remove any air bubbles formed after they have collected on the surface of the test portion, by touching them with a piece of clean filter paper or other suitable means before inserting the hydrometer.

9.2.5 Place the cylinder containing the test portion in a vertical position in a location free from air currents and where the temperature of the surrounding medium does not change more than 2 °C during the time taken to complete the test. When the temperature of the test portion differs by more than 2 °C from ambient, use a constant temperature bath to maintain an even temperature throughout the test duration.

9.2.6 Insert the appropriate thermometer or temperature measurement device and stir the test portion with a stirring rod, using a combination of vertical and rotational motions to ensure uniform temperature and density throughout the hydrometer cylinder. Record the temperature of the sample to the nearest 0.1 °C and remove the thermometer/temperature measuring device and stirring rod from the hydrometer cylinder.

**Note 6**—If a liquid-in-glass thermometer is used, this is commonly used as the stirring rod.

9.2.7 Lower the appropriate hydrometer into the liquid and release when in a position of equilibrium, taking care to avoid wetting the stem above the level at which it floats freely. For low viscosity transparent or translucent liquids observe the meniscus shape when the hydrometer is pressed below the point of equilibrium about 1 mm to 2 mm and allowed to return to equilibrium. If the meniscus changes, clean the hydrometer stem and repeat until the meniscus shape remains constant.

9.2.8 For opaque viscous liquids, allow the hydrometer to settle slowly into the liquid.

9.2.9 For low viscosity transparent or translucent liquids depress the hydrometer about two scale divisions into the liquid, and then release it, imparting a slight spin to the hydrometer on release to assist in bringing it to rest floating freely from the walls of the hydrometer cylinder. Ensure that the remainder of the hydrometer stem, which is above the liquid level, is not wetted as liquid on the stem affects the reading obtained.

9.2.10 Allow sufficient time for the hydrometer to come to rest, and for all air bubbles to come to the surface. Remove any air bubbles before taking a reading (see 9.2.12).

9.2.11 If the hydrometer cylinder is made of plastic, dissipate any static charges by wiping the outside with a damp cloth. (Static charges often build up on plastic cylinders and may prevent the hydrometer from floating freely.)

9.2.12 When the hydrometer has come to rest floating freely away from the walls of the cylinder, read the hydrometer scale

reading to the nearest one-fifth or one-tenth of a full scale division depending upon the number of subdivisions (that is, 5 or 10, respectively) that exist between a full scale division in accordance with 9.2.12.1 or 9.2.12.2.

9.2.12.1 For transparent liquids, record the hydrometer reading as the point on the hydrometer scale at which the principal surface of the liquid cuts the scale by placing the eye slightly below the level of the liquid and slowly raising it until the surface, first seen as a distorted ellipse, appears to become a straight line cutting the hydrometer scale (see Fig. 1).

9.2.12.2 For opaque liquids record the hydrometer reading at the point on the hydrometer scale to which the sample rises above its main surface, by observing with the eye slightly above the plane of the surface of the liquid (see Fig. 2). This reading requires a meniscus correction. This correction can be determined by one of two methods: (1) observe the height above the main surface of the liquid to which the sample rises on the hydrometer scale when the hydrometer in question is immersed in a transparent liquid having a surface tension similar to that of a sample under test; (2) uses the nominal values shown in Table 1. Document this value as the Meniscus correction.

NOTE 7—When testing opaque liquids using a metal hydrometer cylinder, accurate readings of the hydrometer scale can only be ensured if the liquid surface is within 5 mm of the top of the cylinder.

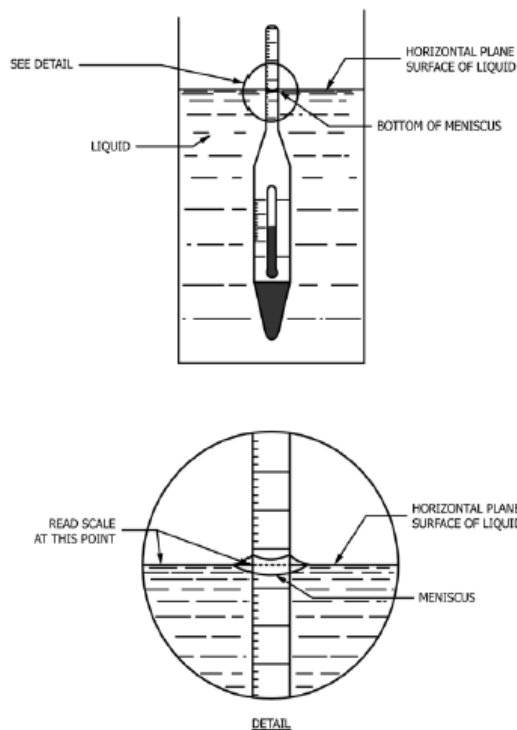


FIG. 1 Hydrometer Scale Reading for Transparent Liquids

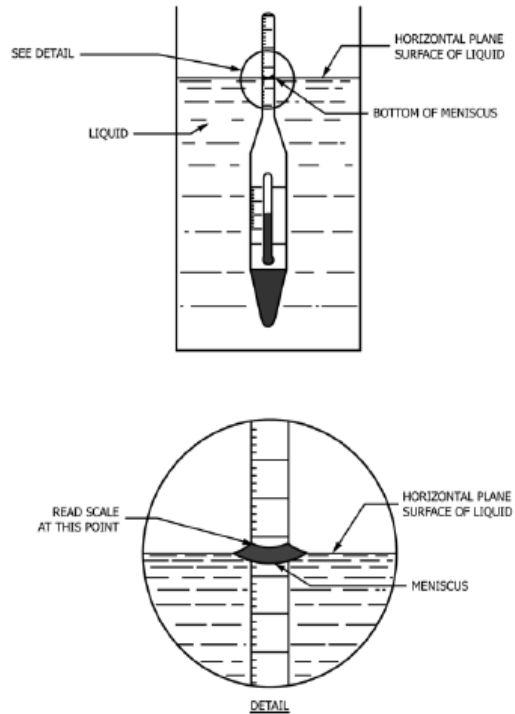


FIG. 2 Hydrometer Scale Reading for Opaque Fluids

9.2.13 Immediately after recording the hydrometer scale reading, carefully lift the hydrometer out of the liquid, insert the thermometer or temperature measurement device and stir the test portion vertically with the stirring rod. Record the temperature of the test portion to the nearest 0.1 °C. If this temperature differs from the previous reading (9.2.6) by more than 0.05 °C, repeat the hydrometer observations and thermometer observations until the temperature becomes stable within 0.05 °C. If a stable temperature cannot be obtained, place the hydrometer cylinder in a constant temperature bath and repeat the procedure from 9.1.

9.2.14 If the test temperature is higher than 38 °C, allow all hydrometers of the lead shot-in-wax type to drain and cool in a vertical position.

10. Calculation

10.1 Apply any relevant thermometer corrections to the temperature reading observed in 9.2.6 and 9.2.13 and record the average of those two temperatures to the nearest 0.1 °C.

10.2 Record the observed hydrometer scale readings to the nearest 0.1 kg/m<sup>3</sup> in density, 0.0001 g/mL, kg/L or relative density, or 0.1° API for transparent liquids.

10.2.1 For opaque samples, apply the relevant meniscus correction given in Table 1 or determine it as indicated in

9.2.12.2 to the observed hydrometer reading (9.2.12.2) as hydrometers are calibrated to be read at the principal surface of the liquid.

10.3 Apply any hydrometer correction identified in a calibration certificate to the observed reading and record the corrected hydrometer scale reading to the nearest 0.1 kg/m<sup>3</sup> in density, 0.0001 g/mL, kg/L or relative density, or 0.1 °API.

10.4 Application of the glass thermal expansion correction depends upon what version of Adjunct to D1250 Guide for Petroleum Measurement Tables (API MPMS Chapter 11.1) will be used to calculate the base density.

(a) The 1980 version of the Adjunct to D1250 Guide for Petroleum Measurement Tables (API MPMS Chapter 11.1) has the hydrometer glass thermal expansion correction included. Input into the VCF software requires the Hydrometer Reading – Observed or Hydrometer Reading – Observed, Meniscus Corrected in API, R.D., or kg/m<sup>3</sup> units from 9.2.12.2, observed temperature of the sample, and the built-in hydrometer glass thermal correction switch set to on (0) or off (1). It will return API or R.D. @ 60 °F or kg/m<sup>3</sup> @ 15 °C.

(b) The 2004 version of the Adjunct to D1250 Guide for Petroleum Measurement Tables (API MPMS Chapter 11.1) does not include the hydrometer glass thermal expansion correction, so that correction must be made before entering the software. Depending on the specific end use of the calculation results, the final value may be left rounded or unrounded.

The following steps are required to implement 10.4b:

**Step 1.** Convert the corrected hydrometer scale reading to density in kg/m<sup>3</sup> if necessary, using either Eq 2 or Eq 3.

Scale Units	Conversion	
API gravity		
$Density (kg/m^3) = (141.5 * 999.016) / (131.5 + °API)$ (2)		

Scale Units	Conversion	
Relative density		
$Density (kg/m^3) = R.D. * 999.016$ (3)		

Leave the result unrounded.

**Step 2.** Calculate the hydrometer thermal glass expansion correction factor using the appropriate equation below (t is observed temperature).

Correction for a Base Temperature (T<sub>b</sub>) of 60 °F:

$$HYC = 1.0 - [0.00001278 (t - 60)] - [0.000000062 (t - 60)^2]$$
 (4)

Correction for a Base Temperature (T<sub>b</sub>) of 15 °C:

$$HYC = 1.0 - [0.000023 (t - 15)] - [0.00000002 (t - 15)^2]$$
 (5)

Correction for a Base Temperature (T<sub>b</sub>) of 20 °C:

$$HYC = 1.0 - [0.000023 (t - 20)] - [0.00000002 (t - 20)^2]$$
 (6)

Leave the result unrounded.

**Step 3.** Multiply the density in kg/m<sup>3</sup> from Step 1 by the proper HYC from Step 2 to obtain the glass thermal expansion corrected hydrometer density reading.

$$kg/m^3_{mc} = kg/m^3 * HYC$$
 (7)

If the temperature was in degrees Celsius, skip to Step 5.

**Step 4a.** Convert the densities calculated in Step 3 that started as API Gravity or Relative Density (RD) to RD (Relative Density).

NOTE 8—The current C source code compiled dll and Excel Add-in has an omission and cannot use a kg/m<sup>3</sup> call with degree F.

$$R.D. = kg/m^3_{mc} / 999.016$$
 (8)

**Step 4b.** Input R.D. and degree F into section 11.1.6.2 of the Adjunct to D1250–04 Guide for Petroleum Measurement Tables (API MPMS Chapter 11.1–2004), which returns R.D. @ 60 °F.

NOTE 9—Pressure will have to be atmospheric gauge, or 0 psig as the Adjunct to D1250 Guide for Petroleum Measurement Tables (API MPMS Chapter 11.1) values are only valid at atmospheric pressure.

**Step 4c.** Convert the calculated R.D. value @ 60 °F to a calculated API Gravity @ 60 °F using Eq 9, if the original input was in API units.

$$API\ Gravity = (141.5 / R.D.) - 131.5$$
 (9)

**Step 5.** Input the density calculated in Step 3 in kg/m<sup>3</sup> HYC, degree C, base temperature (15 °C or 20 °C) into Section 11.1.7.2 of the Adjunct to D1250–04 Guide for Petroleum Measurement Tables (API MPMS Chapter 11.1–2004), which will return a calculated density in kg/m<sup>3</sup> units at the selected base temperature.

NOTE 10—Pressure will have to be atmospheric gauge, 0 psig, 101.325 kPa or 0 bar as the Adjunct to D1250 Guide for Petroleum Measurement Tables (API MPMS Chapter 11.1) values are only valid at atmospheric pressure.

c. Future versions of the Adjunct to D1250 Guide for Petroleum Measurement Tables (API MPMS Chapter 11.1) code will be corrected so that it can accept any combination of input units and return any combination of output units. When available, the Adjunct to D1250 Guide for Petroleum Measurement Tables (API MPMS Chapter 11.1) code can be accessed directly from Step 3 and return API @ 60 °F, R.D. @ 60 °F, and kg/m<sup>3</sup> at any selected base temperature.

Example 1:

Sample:	Crude Oil	
Observed Temperature:	77 °F	
Observed Hydrometer Reading:	33.2 API Gravity	
Base Temperature:	60 °F	
Step 1:	858.2924347296...	Eq 2, Eq 3
Step 2:	0.999780948...	Eq 4, Eq 5, Eq 6
Step 3:	858.104424227	Eq 7
Step 4a:	0.858949631...	Eq 8
Step 4b:	0.865678279...	
Step 4c1:	31.955643312...	Eq 9 unrounded
Step 4c2:	32.0°API	Eq 9 rounded

Example 2:

Sample:	Crude Oil	
Observed Temperature:	25.0 °C	
Observed Hydrometer Reading:	858.29 kg/m <sup>3</sup>	
Observed Pressure:	0 bar	
Base Temperature:	15 °C	
Step 1:	858.290000000...	no conversion necessary
Step 2:	0.999780000...	Eq 4
Step 3:	858.090876720...	Eq 7
Step 5.1:	865.207470082...	unrounded
Step 5.2:	865.21 kg/m <sup>3</sup>	rounded

Example 3:

Sample:	Crude Oil	
Observed Temperature:	77.0 °F	
Observed Hydrometer Reading (R.D.):	0.859138	
Observed Pressure	0 psig	
Base Temp:	60 °F	
Step 1:	858.292606208...	Eq 2, Eq 3

Step 2:	0.999780948...	Eq 4, Eq 5, Eq 6
Step 3:	858.104597667...	Eq 7
Step 4a:	0.858949804...	Eq 8
Step 4b:	0.865678451...	unrounded
Step 4c:	0.8657...	rounded

10.5 If the hydrometer has been calibrated at a temperature other than the reference temperature, use the equation below to correct the hydrometer scale reading:

$$\rho_r = \frac{\rho_t}{1 - [23 \times 10^{-6} (t - r) - 2 \times 10^{-8} (t - r)^2]} \quad (10)$$

where:

- $\rho_r$  = hydrometer reading at the reference temperature, r °C, and
- $\rho_t$  = hydrometer reading on the hydrometer scale whose reference temperature is t °C.

### 11. Report

11.1 Report the final value as density, in kilograms per cubic metre, at the reference temperature, to the nearest 0.1 kg/m<sup>3</sup>.

11.2 Report the final value as density, in kilograms per litre or grams per millilitre at the reference temperature, to the nearest 0.0001.

11.3 Report the final value as relative density, with no dimensions, at the two reference temperatures, to the nearest 0.0001.

11.4 Report the final value as API gravity to the nearest 0.1° API.

11.5 The reporting values have no precision or bias determination. It is up to the user to determine whether this test method provides results of sufficient accuracy for the intended purpose.

11.6 Certified hydrometers from a recognized standardizing body, such as NIST, report the output density as 'Density in Vacuo.'

### 12. Precision and Bias

12.1 *Precision*—The precision of the test method as determined by statistical examination of interlaboratory results is as follows:

12.1.1 *Repeatability*—The difference between two test results, obtained by the same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test material,

would in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the values in Table 3 only in 1 case in 20.

12.1.2 *Reproducibility*—The difference between two single and independent results obtained by different operators working in different laboratories on identical test material would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in 1 case in 20.

12.1.3 The repeatability and reproducibility values provided in Table 3 are not based on any interlaboratory round robin results. They should be considered historical numbers, the source of which can not be verified by either ASTM or API and have been in this document prior to the current slate of blended crude oils, RFG gasoline's and reformulated distillates. These values do not apply to the current calculation procedures and it is up to the user to determine whether this test method provides results of sufficient accuracy for the intended purpose.

12.2 *Bias*—Bias for this test method has not been determined. However, there should be no bias from absolute measurements, if the calibration of the hydrometer and the thermometer is traceable to International Standards, such as supplied by the National Institute of Standards and Technology.

### 13. Keywords

13.1 API gravity; crude petroleum; density; hydrometer; Petroleum Measurement Tables; petroleum products; relative density; specific gravity

TABLE 3 Precision Values

Product: Transparent Low-viscosity Liquids				
Parameter	Temperature Range, °C (°F)	Units	Repeatability	Reproducibility
Density	-2 to 24.5 (29 to 76)	kg/m <sup>3</sup> kg/L or g/mL	0.5 0.0005	1.2 0.0012
Relative Density	-2 to 24.5 (29 to 76)	NONE	0.0005	0.0012
API Gravity	(42 to 78)	°API	0.1	0.3
Product: Opaque Liquids				
Parameter	Temperature Range, °C (°F)	Units	Repeatability	Reproducibility
Density	-2 to 24.5 (29 to 76)	kg/m <sup>3</sup> kg/L or g/mL	0.6 0.0006	1.5 0.0015
Relative Density	-2 to 24.5 (29 to 76)	NONE	0.0006	0.0015
API Gravity	(42 to 78)	°API	0.2	0.5



ANNEX

(Mandatory Information)

A1. APPARATUS

A1.1 Apparatus Verification and Certification

A1.1.1 *Hydrometers*, shall either be certified or verified. Verification shall be either by comparison with a certified hydrometer (see 6.1.1) or by the use of a certified reference material (CRM) specific to the reference temperature used.

A1.1.1.1 The hydrometer scale shall be correctly located within the hydrometer stem by reference to the datum mark. If the scale has moved, reject the hydrometer.

A1.1.2 *Thermometers*, shall be verified at intervals of no more than six months for conformance with specifications. Either comparison with a referenced temperature measurement system traceable to an international standard, or a determination of ice point, is suitable.

*ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.*

*This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.*

*This standard is jointly copyrighted by ASTM International (ASTM), 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States, and the American Petroleum Institute (API), 1220 L Street NW, Washington DC 20005, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org). Permission rights to photocopy the standard may also be secured from the Copyright Clearance Center, 222 Rosewood Drive, Danvers, MA 01923, Tel: (978) 646-2600; <http://www.copyright.com/>*

## ANEXO E

### PROCEDIMIENTO Y NORMA ASTM D4007-11, MÉTODO DE PRUEBA ESTÁNDAR PARA AGUA Y SEDIMENTOS EN PETRÓLEO POR EL MÉTODO DE CENTRIFUGACIÓN

- **Procedimiento Técnica con centrifuga.**

1. Agitar la muestra invirtiendo el recipiente que la contenga durante 1 minuto.
2. Tomar una pequeña cantidad (Aproximadamente 60 ml) de muestra en el beaker de 100 ml o 250 ml.
3. En el tubo de centrífuga (de vidrio) de 50 ml o 100 ml, medir 25 ml de Varsol y 25 ml de la muestra. Agitar vigorosamente hasta que se mezclen por completo.
4. Repartir equitativamente la mezcla anterior en los dos tubos de centrífuga (de vidrio) de 25 ml. Esta operación se debe hacer lentamente, adicionando intercaladamente a los tubos y agitando antes de cada adición.
5. Adicionar una (1) gota de demulsificante a uno de los tubos y agitar nuevamente.
6. Limpiar los tubos antes de colocarlos en la centrífuga.
7. Colocarlos en los porta-tubos, uno frente al otro, para no desbalancear el equipo, y centrifugar durante seis (6) minutos. Llevar el regulador de velocidad de la centrífuga máximo hasta tres (3).
8. Transcurrido los 6 minutos, apagar la centrífuga, esperar que se detenga, abrirla y retirar los tubos.
9. Retirar los tubos y tomar la lectura de cada tubo y reportarla. (Lectura N°1).
10. Colocar los tubos al baño de María y calentar de 55°C a 60°C durante diez (10) minutos. Tomar de nuevo las lecturas y reportarlas. (Lectura N°2).
11. Centrifugar las muestras nuevamente durante un (1) minuto y reportar una vez más las lecturas. El tiempo debe tomarse cuando la centrifuga inicie su giro a velocidad plena. (Lectura N°3).



Designation: D4007 – 11 (Reapproved 2016)<sup>e1</sup>

Manual of Petroleum Measurement Standards (MPMS), Chapter 10.3

## Standard Test Method for Water and Sediment in Crude Oil by the Centrifuge Method (Laboratory Procedure)<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation D4007; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

<sup>e1</sup> NOTE—Subsection X1.3.3.2 was revised editorially in November 2016.

### 1. Scope

1.1 This test method describes the laboratory determination of water and sediment in crude oils by means of the centrifuge procedure. This centrifuge method for determining water and sediment in crude oils is not entirely satisfactory. The amount of water detected is almost always lower than the actual water content. When a highly accurate value is required, the revised procedures for water by distillation, Test Method D4006 (API MPMS Chapter 10.2) (Note 1), and sediment by extraction, Test Method D473 (API MPMS Chapter 10.1), shall be used.

NOTE 1—Test Method D4006 (API MPMS Chapter 10.2) has been determined to be the preferred and most accurate method for the determination of water.

1.2 The values stated in SI units are to be regarded as standard.

1.2.1 *Exception*—The values given in parentheses are for information only.

1.3 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.* Specific warning statements appear in 6.1, 8.3, and A1.5.4.

### 2. Referenced Documents

#### 2.1 ASTM Standards:<sup>2</sup>

- D95 Test Method for Water in Petroleum Products and Bituminous Materials by Distillation (API MPMS Chapter 10.5)
- D473 Test Method for Sediment in Crude Oils and Fuel Oils by the Extraction Method (API MPMS Chapter 10.1)
- D665 Test Method for Rust-Preventing Characteristics of Inhibited Mineral Oil in the Presence of Water
- D1796 Test Method for Water and Sediment in Fuel Oils by the Centrifuge Method (Laboratory Procedure) (API MPMS Chapter 10.6)
- D4006 Test Method for Water in Crude Oil by Distillation (API MPMS Chapter 10.2)
- D4057 Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products (API MPMS Chapter 8.1)
- D4177 Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products (API MPMS Chapter 8.2)
- D4928 Test Method for Water in Crude Oils by Coulometric Karl Fischer Titration (API MPMS Chapter 10.9)
- D5854 Practice for Mixing and Handling of Liquid Samples of Petroleum and Petroleum Products (API MPMS Chapter 8.3)
- E969 Specification for Glass Volumetric (Transfer) Pipets

#### 2.2 API Standards:<sup>3</sup>

- MPMS Chapter 8.1 Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products (ASTM Practice D4057)
- MPMS Chapter 8.2 Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products (ASTM Practice D4177)
- MPMS Chapter 8.3 Mixing and Handling of Liquid Samples of Petroleum and Petroleum Products (ASTM Practice D5854)

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D02 on Petroleum Products, Liquid Fuels, and Lubricants and the API Committee on Petroleum Measurement and is the direct responsibility of Subcommittee D02.02/COMQ, the joint ASTM-API Committee on Hydrocarbon Measurement for Custody Transfer (Joint ASTM-API). This test method has been approved by the sponsoring committees and accepted by the Cooperating Societies in accordance with established procedures.

Current edition approved June 1, 2016. Published July 2016. Originally approved in 1981. Last previous edition approved in 2011 as D4007 – 11<sup>1</sup>. DOI: 10.1520/D4007-11R16E01.

<sup>2</sup> For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, [www.astm.org](http://www.astm.org), or contact ASTM Customer Service at [service@astm.org](mailto:service@astm.org). For *Annual Book of ASTM Standards* volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

<sup>3</sup> Available from American Petroleum Institute (API), 1220 L. St., NW, Washington, DC 20005-4070. [www.api.org](http://www.api.org).

**MPMS Chapter 10.1** Determination of Sediment in Crude Oils and Fuel Oils by the Extraction Method (ASTM Test Method D473)

**MPMS Chapter 10.2** Determination of Water in Crude Oil by Distillation (ASTM Test Method D4006)

**MPMS Chapter 10.4** Determination of Sediment and Water in Crude Oil by the Centrifuge Method (Field Procedure)

**MPMS Chapter 10.5** Determination of Water in Petroleum Products and Bituminous Materials by Distillation (ASTM Test Method D95)

**MPMS Chapter 10.6** Determination of Water and Sediment in Fuel Oils by the Centrifuge Method (Laboratory Procedures) (ASTM Test Method D1796)

**MPMS Chapter 10.9** Test Method for Water in Crude Oils by Coulometric Karl Fischer Titration (ASTM Test Method D4928)

#### 2.3 IP Standard:<sup>4</sup>

Methods Book, Appendix B Specification for Methylbenzenes (Toluenes)

#### 2.4 ISO Standard:<sup>5</sup>

ISO 5272:1979 Toluene for Industrial Use—Specifications

### 3. Summary of Test Method

3.1 Equal volumes of crude oil and water-saturated toluene are placed into a cone-shaped centrifuge tube. After centrifugation, the volume of the higher density water and sediment layer at the bottom of the tube is read.

### 4. Significance and Use

4.1 The water and sediment content of crude oil is significant because it can cause corrosion of equipment and problems in processing. A determination of water and sediment content is required to measure accurately net volumes of actual oil in sales, taxation, exchanges, and custody transfers. It is not anticipated that this test method, which is written with a dedicated laboratory facility in mind, is likely to be used in field test rooms or sample rooms due to safety concerns for proper ventilation and handling.

4.2 This test method may not be suitable for crude oils that contain alcohols that are soluble in water. In cases where the impact on the results may be significant, the user is advised to consider using another test method, such as Test Method D4928 (API MPMS Chapter 10.9).

### 5. Apparatus

#### 5.1 Centrifuge:

5.1.1 A centrifuge capable of spinning two or more filled cone-shaped, 203 mm (8 in.) centrifuge tubes at a speed that can be controlled to give a relative centrifugal force (rcf) of a minimum of 600 at the tip of the tubes shall be used (see 5.1.6).

5.1.2 The revolving head, trunnion rings, and trunnion cups, including the cushions, shall be soundly constructed to withstand the maximum centrifugal force capable of being deliv-

ered by the power source. The trunnion cups and cushions shall firmly support the tubes when the centrifuge is in motion. The centrifuge shall be enclosed by a metal shield or case strong enough to eliminate danger if any breakage occurs.

5.1.3 The centrifuge shall be heated and controlled thermostatically to avoid unsafe conditions. It shall be capable of maintaining the sample temperature during the entire run at 60 °C ± 3 °C (140 °F ± 5 °F). The thermostatic control shall be capable of maintaining the temperature within these limits and operate safely if there is a flammable atmosphere.

5.1.4 Electric powered and heated centrifuges must meet all safety requirements for use in hazardous areas.

5.1.5 Calculate the necessary minimum speed of the rotating head in revolutions per minute ( $r/min$ ) as follows:

$$r/min = 1335 \sqrt{rcf/d} \quad (1)$$

where:

rcf = relative centrifugal force and

$d$  = diameter of swing measured between tips of opposite tubes when in rotating position, mm, or

$$r/min = 265 \sqrt{rcf/d} \quad (2)$$

where:

rcf = relative centrifugal force and

$d$  = diameter of swing measured between tips of opposite tubes when in rotating position, in.

5.1.6 Calculate the relative centrifugal force from a measured speed ( $r/min$ ) as follows:

$$rcf = d \left( \frac{r/min}{1335} \right)^2 \quad (3)$$

where:

$d$  = diameter of swing measured between tips of opposite tubes when in rotating position, mm, or

$$rcf = d \left( \frac{r/min}{265} \right)^2 \quad (4)$$

where:

$d$  = diameter of swing measured between tips of opposite tubes when in rotating position, in.

5.2 **Centrifuge Tubes**—Each centrifuge tube shall be a 203 mm (8 in.) cone-shaped tube, conforming to dimensions given in Fig. 1 and made of thoroughly annealed glass. The graduations, numbered as shown in Fig. 1, shall be clear and distinct, and the mouth shall be constricted in shape for closure with a cork. Scale error tolerances and the smallest graduations between various calibration marks are given in Table 1 and apply to calibrations made with air-free water at 20 °C (68 °F), when reading the bottom of the shaded meniscus. The accuracy of the graduations on the centrifuge tube shall be volumetrically verified, before use of the tube. The verification shall include calibration at each mark up to the 0.25 mL mark (as shown in Fig. 2), and at the 0.5 mL, 1.0 mL, 1.5 mL, 2.0 mL, 50.0 mL, and 100 mL marks. The tube shall not be used if the scale error at any mark exceeds the applicable tolerance from Table 1.

<sup>4</sup> Available from Energy Institute, 61 New Cavendish St., London, WIG 7AR, U.K., <http://www.energyinst.org.uk>

<sup>5</sup> Available from American National Standards Institute (ANSI), 25 W. 43rd St., 4th Floor, New York, NY 10036, <http://www.ansi.org>.

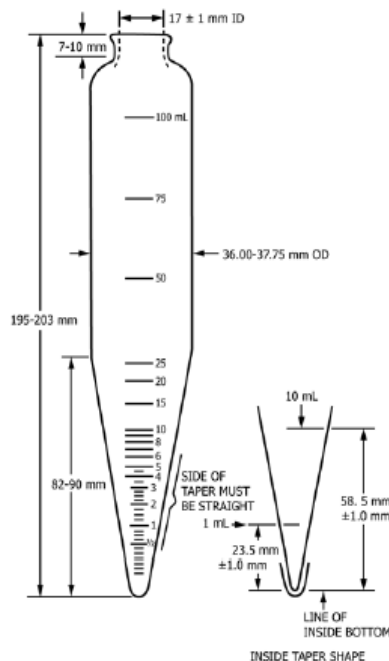


FIG. 1 Eight-Inch (203 mm) Centrifuge Tube

TABLE 1 Centrifuge Tube Calibration Tolerances for 203 mm (8 in.) Tube

Range, mL	Subdivision, mL	Volume Tolerance, mL
0 to 0.1	0.05	±0.02
Above 0.1 to 0.3	0.05	±0.03
Above 0.3 to 0.5	0.05	±0.05
Above 0.5 to 1.0	0.10	±0.05
Above 1.0 to 2.0	0.10	±0.10
Above 2.0 to 3.0	0.20	±0.10
Above 3.0 to 5.0	0.5	±0.20
Above 5.0 to 10	1.0	±0.50
Above 10 to 25	5.0	±1.00
Above 25 to 100	25.0	±1.00

5.3 *Bath*—The bath shall be either a solid metal block bath or a liquid bath of sufficient depth for immersing the centrifuge tube in the vertical position to the 100 mL mark. Means shall be provided for maintaining the temperature at 60 °C ± 3 °C (140 °F ± 5 °F). For some crude oils, temperatures of 71 °C ± 3 °C (160 °F ± 5 °F) may be required to melt wax crystals in crude oils. For these crude oils, the test temperature shall be maintained high enough to ensure the absence of wax crystals.

5.4 *50 mL Pipet*, Class A, or equivalent volume dispensing device, capable of delivering a volume of 50 mL ± 0.05 mL (see Specification E969) for use in the test.

## 6. Solvent

6.1 *Toluene*—Reagent grade conforming to the specifications of the Committee on Analytical Reagents of the American

Chemical Society (ACS)<sup>6</sup> or to Grade 2 of ISO 5272 or conforming to the EI Specification for Methylbenzenes (Toluenes). (Warning—Flammable. Keep away from heat, sparks, and open flame. Vapor harmful. Toluene is toxic. Particular care must be taken to avoid breathing the vapor and to protect the eyes. Keep container closed. Use with adequate ventilation. Avoid prolonged or repeated contact with the skin.)

6.1.1 Typical characteristics for this reagent are:

Assay	99.5+ %
Color (APHA)	10
Boiling range (initial to dry point)	2.0 °C
(Recorded boiling point 110.6 °C)	
Residue after evaporation	0.001 % max – wt/wt
Substances darkened by H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	passes test
Sulfur compounds (as S)	0.003 % max – wt/wt
Water (H <sub>2</sub> O) (by Karl Fischer titration)	0.03 % max – wt/wt

6.1.2 The solvent shall be water-saturated at 60 °C ± 3 °C (140 °F ± 5 °F) (see 5.3) but shall be free of suspended water. See Annex A1 for the solvent-water saturation procedure.

6.2 *Demulsifier*—A demulsifier should be used to promote the separation of water from the sample and to prevent its clinging to the walls of the centrifuge tube. The recommended stock solution is 25 % demulsifier to 75 % toluene. For some crude oils a different ratio of demulsifier to toluene may be required. Demulsifiers used in the concentration and quantity recommended will not add to the water and sediment volume determined. The solution must be stored in a dark bottle that is tightly closed.

## 7. Sampling

7.1 Sampling is defined as all steps required to obtain an aliquot of the contents of any pipe, tank, or other system and to place the sample into the laboratory test container.

7.2 Only representative samples obtained as specified in Practices D4057 (API MPMS Chapter 8.1) and Practice D4177 (API MPMS Chapter 8.2) shall be used for this test method.

7.3 *Sample Mixing*—is typically required to obtain a test portion representative of the bulk sample to be tested, but precautions shall be taken to maintain the integrity of the sample during this operation. Mixing of volatile crude petroleum containing water or sediments, or both, may result in the loss of light components. Additional information on the mixing and handling of liquid samples can be found in Practice D5854 (API MPMS Chapter 8.3).

## 8. Procedure

8.1 Fill each of two centrifuge tubes (5.2) to the 50 mL mark with sample directly from the sample container. Using a pipet or other suitable volume transfer device (see 5.4), add 50 mL ± 0.05 mL of toluene, which has been water saturated at 60 °C (140 °F) or 71 °C (160 °F) (see 5.3). Read the top of the meniscus at both the 50 mL and 100 mL marks. Add 0.2 mL of

<sup>6</sup> Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications, American Chemical Society, Washington, DC. For Suggestions on the testing of reagents not listed by the American Chemical Society, see *Annual Standards for Laboratory Chemicals*, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K., and the *United States Pharmacopoeia and National Formulary*, U.S. Pharmacopoeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.

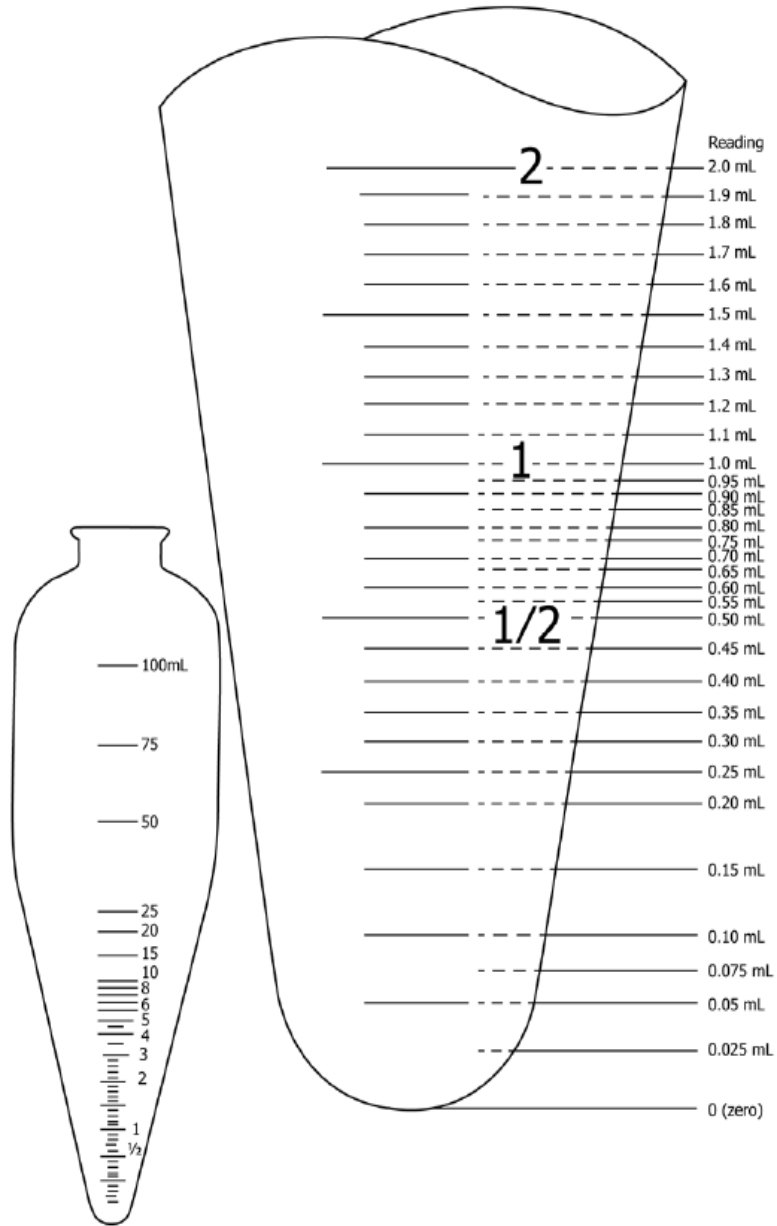


FIG. 2 Procedure for Reading Water and Sediment When Using an ASTM 100-mm Cone-Shaped Centrifuge Tube

demulsifier solution (6.2) to each tube, using a 0.2 mL pipet or other suitable volume transfer device, such as an automatic pipettor. Stopper the tube tightly and invert the tubes ten times to ensure that the oil and solvent are uniformly mixed.

8.2 In the case where the crude oil is very viscous and mixing of the solvent with the oil would be difficult, the solvent may be added to the centrifuge tube first to facilitate mixing. Take care to not fill the centrifuge tube past the 100 mL mark with the sample.

8.3 Loosen the stoppers slightly and immerse the tubes to the 100 mL mark for at least 15 min in the bath maintained at 60 °C ± 3 °C (140 °F ± 5 °F) (see 5.3). Secure the stoppers and again invert the tubes ten times to ensure uniform mixing of oil and solvent. (Warning—The vapor pressure at 60 °C (140 °F) is approximately double that at 40 °C (104 °F).)

8.4 Place the tubes in the trunnion cups on opposite sides of the centrifuge to establish a balanced condition. (If the tubes cannot be counter-balanced by eye, place them, in their trunnion cups, on either side of a balance and equalize their masses by the addition of water to the trunnion cups.) Retighten the corks and spin for 10 min at a minimum relative centrifugal force of 600 calculated from the equation given in 5.1.6.

8.5 Immediately after the centrifuge comes to rest following the spin, read and record the combined volume of water and sediment at the bottom of each tube, to the nearest 0.05 mL from 0.1 mL to 1 mL graduations, and to the nearest 0.1 mL above 1 mL graduations. Below 0.1 mL, estimate to the nearest 0.025 mL (refer to Fig. 2). Return the tubes without agitation to the centrifuge and spin for another 10 min at the same rate.

8.6 Repeat this operation until the combined volume of water and sediment remains constant for two consecutive readings. In general, not more than two spinnings are required.

8.7 The temperature of the sample during the entire centrifuging procedure shall be maintained at 60 °C ± 3 °C (140 °F ± 5 °F) (see 5.3).

8.8 To avoid the danger of tubes breaking in the cups, care must be taken that the tubes are bedded onto the bottom cushion so that no part of the tube is in contact with the rim of the cup.

9. Calculation

9.1 Record the final volume of water and sediment in each tube. If the difference between the two readings is greater than one subdivision on the centrifuge tube (see Table 1) or 0.025 mL for readings of 0.10 mL and below, the readings are inadmissible and the determination shall be repeated.

9.2 Express the sum of the two admissible readings as the percentage by volume of water and sediment; report the results as shown in Table 2.

10. Precision and Bias

10.1 Precision—The precision of this test method, as determined by statistical examination of interlaboratory test results in the range from 0.01 % to 1.0 %, is described in 10.1.1 and 10.1.2.

TABLE 2 Expression of Results, mL

Tube 1	Tube 2	Total Percent Water and Sediment, % (V/V)
No visible water and sediment	No visible water and sediment	0.00
No visible water and sediment	0.025	0.025
0.025	0.025	0.05
0.025	0.05	0.075
0.05	0.05	0.10
0.05	0.075	0.125
0.075	0.075	0.15
0.075	0.10	0.175
0.10	0.10	0.20
0.10	0.15	0.25

10.1.1 Repeatability—The difference between two test results, obtained by the same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test material, would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following value in only one case in twenty:

- From 0.0 % to 0.3 % water, see Fig. 3.
- From 0.3 % to 1.0 % water, repeatability is constant at 0.12.

10.1.2 Reproducibility—The difference between two single and independent test results obtained by different operators working in different laboratories on identical test material, would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following value in only one case in twenty:

- From 0.0 % to 0.3 % water, see Fig. 3.
- From 0.3 % to 1.0 % water, reproducibility is constant at 0.28.

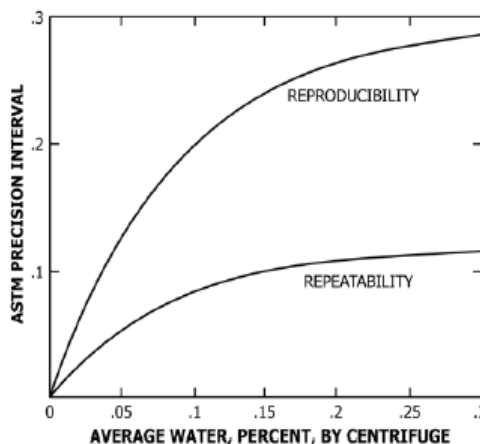


FIG. 3 Basic Sediment and Water Precision

10.2 *Bias*—The procedure in this test method has no bias because the value of water and sediment can be defined only in terms of a test method.

**11. Keywords**

11.1 centrifuge; centrifuge tube; crude oil; laboratory procedure; sampling; sediment and water; solvent

**ANNEX**

**(Mandatory Information)**

**A1. PROCEDURE TO WATER-SATURATE TOLUENE**

**A1.1 Scope**

A1.1.1 This method is satisfactory for the water saturation of toluene to be used for determination of water and sediment in crude oils by the centrifuge method.

**A1.2 Significance**

A1.2.1 Fig. A1.1 shows that water is soluble in toluene to a significant extent. The percentage of water that will dissolve increases as the temperature is increased from about 0.03 % at 21 °C (70 °F) to about 0.17 % at 70 °C (158 °F). Toluene, as normally supplied, is relatively dry and if used in an as-received condition, will dissolve a portion of or even all of any water present in a crude oil sample. This would reduce the

apparent sediment and water level in the crude sample. To determine water and sediment accurately by centrifuge on a crude oil sample, the toluene must first be saturated at the centrifuge test temperature.

**A1.3 Reagents**

A1.3.1 *Toluene*—Reagent grade conforming to the specifications of the Committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society (ACS)<sup>6</sup> or to Grade 2 of ISO 5272, or conforming to the EI Specification for Methylbenzenes (Toluenes).

A1.3.2 *Water*, either distilled or tap water.

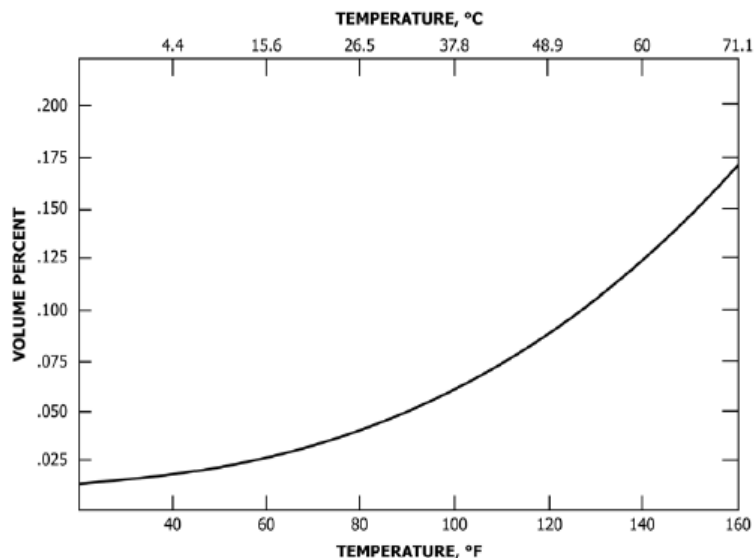


FIG. A1.1 Solubility of Water in Toluene



**A1.4 Apparatus**

A1.4.1 *Liquid-Heating Bath*, of sufficient depth for immersing a 1 qt or 1 L bottle to its shoulder. Means shall be provided for maintaining the temperature at 60 °C ± 3 °C (140 °F ± 5 °F) (see 5.3).

A1.4.2 *Glass Bottle*, 1 qt or 1 L, with screw top.

**A1.5 Procedure**

A1.5.1 Adjust the heating bath to the temperature at which the centrifuge test is to be run. Maintain the bath temperature to ±3 °C (±5 °F).

A1.5.2 Fill the glass bottle with 700 mL to 800 mL of toluene. Add sufficient water (at least 2 mL but not more than 25 mL) to maintain a visual indication of excess water. Screw the cap on the bottle and shake vigorously for 30 s.

A1.5.3 Loosen the cap and place the bottle in the bath for 30 min. Remove the bottle, tighten the cap, and shake cautiously for 30 s.

A1.5.4 Repeat the above procedure (A1.5.3) 3 times. (Warning—The vapor pressure of toluene at 60 °C (140 °F) is approximately twice that at 38 °C (100 °F).)

A1.5.5 Allow the bottle with the water-toluene mixture to sit in the bath 48 h before using. This will ensure complete equilibrium between the toluene and the free water as well as complete saturation at the desired temperature. If it is necessary to use the water-saturated toluene before the 48 h equilibration time has been completed, the solvent must be poured into centrifuge tubes and centrifuged in the same equipment at the same relative centrifuge force and temperature that is used for the centrifuge test. The toluene must be carefully pipetted from the centrifuge tube so that any free water that may be in the bottom of the tube is not disturbed.

A1.5.6 Saturation is time- and temperature-dependent. It is recommended that bottles of the toluene-water mixture be kept at test temperature in the bath at all times so that saturated solvent will be available whenever tests are to be run.

**APPENDIX**

**(Nonmandatory Information)**

**X1. PRECISION AND ACCURACY OF METHODS FOR DETERMINING WATER IN CRUDE OILS**

**X1.1 Summary**

X1.1.1 This round-robin testing program has shown that the distillation method as practiced is somewhat more accurate than the centrifuge method. The average correction for the distillation method is about 0.06, whereas the centrifuge correction is about 0.10. However, this correction is not constant nor does it correlate well with the measured concentration.

X1.1.2 There is a slight improvement in the precision of the distillation method over the present Test Method D95 (API MPMS Chapter 10.5): 0.08 repeatability versus 0.1, and 0.11 versus 0.2 for reproducibility. These figures are applicable from 0.1 % to 1 % water content, the maximum level studied in this program.

X1.1.3 The precision of the centrifuge method is worse than the distillation method: repeatability is 0.12 and the reproducibility is 0.28.

**X1.2 Introduction**

X1.2.1 In view of the economic importance of measuring the water content of crude oils precisely and accurately, a working group of API/ASTM Joint Subcommittee on Static Petroleum Measurement undertook the evaluation of two methods for determining water in crudes. A distillation method, Test Method D95 (API MPMS Chapter 10.5), and a centrifuge method, Test Method D1796 (API MPMS Chapter 10.6), were evaluated in this program. Both methods were modified slightly in an attempt to improve the precision and accuracy.

**X1.3 Experimental Procedure**

X1.3.1 *Samples*—The following seven crude oils were obtained for this program:

Crude	Source
San Ardo	Texaco
Arabian Light	Mobil
Alaskan	Williams Pipe Line
Arabian Heavy	Exxon
Minas	Texaco
Fosterlon	Koch Industries
Nigerian	Gulf

By removing all water or adding known amounts of water to the above crudes, 21 samples were prepared for testing. Each crude oil was represented at three levels of water concentration. The entire concentration range studied was from zero to 1.1 % water. These expected values were used to determine the accuracy of the test procedures.

**X1.3.2 Sample Preparation:**

X1.3.2.1 The crude oils were received from the suppliers in barrels. After mixing by rolling and turning, two 5 gal samples and one 250 mL sample were taken from each barrel. The Minas crude had to be heated to 150 °F with a barrel heater before samples could be drawn. The 250 mL samples of each crude, as received, were used to establish the base case in water content. Each sample was analyzed by Test Method D95 (API MPMS Chapter 10.5) to determine the water content. These starting points are shown in Table X1.1.

X1.3.2.2 To obtain “water-free” samples of crude oil, one 5 gal sample of each of two crudes was distilled over the

TABLE X1.1 Base Case—Water Content of Crudes

Crude Oil	% H <sub>2</sub> O
San Ardo	0.90
Arabian Light	0.15
Alaskan	0.25
Arabian Heavy	0.10
Minas	0.50
Fosterlon	0.30
Nigerian	<0.05

temperature range of initial to 300 °F vapor temperature. This distillation was done using a 15 theoretical plate column at 1:1 reflux ratio.

X1.3.2.3 “Spiking” samples to a known water concentration was done using synthetic sea water (as described in Test Method D665). The mixing and homogenization was done with a static blender. The complete listing of samples with their expected water contents is shown in Table X1.2.

X1.3.2.4 The samples for each cooperater were bottled so that the entire sample had to be used for a given test. In this way, any effect due to settling or stratification of water was eliminated.

X1.3.2.5 Samples were coded to mask the presence of duplicates and a table of random numbers dictated the running order of tests.

X1.3.2.6 The participating laboratories were:

- Chevron Research Co.
- Exxon Research and Engineering Co.
- Mobil Research and Development Corp.
- Texaco, Inc.
- Shell
- Charles Martin, Inc.
- Gulf Research and Development Co.

X1.3.3 Test Modifications—The base methods studied were modified slightly in an effort to improve the performance. The modifications were as follows:

X1.3.3.1 Test Method D95 (API MPMS Chapter 10.5)—Sample size was standardized at 200 g and the solvent volume was increased to maintain the original solvent/sample ratio.

X1.3.3.2 Test Method D1796 (API MPMS Chapter 10.6)—A heated centrifuge (held near 140 °F) and use of a demulsifier were mandatory. Eight-inch centrifuge tubes were also specified. Toluene saturated with water at 60 °C (140 °F) was the only permissible solvent.

#### X1.4 Results and Discussion

##### X1.4.1 Accuracy:

X1.4.1.1 Accuracy or bias is defined as the closeness of the measured value to the “true value.” Since there is no independent absolute method available to determine this true value for these samples, some other means must be used. Two options were considered:

- (1) Select one laboratory and one method as the “reference system” and define these results as the true value; or
- (2) Spike samples with known amounts of water. The measured difference between the original and unspiked samples can be compared to the known added water to determine the bias (accuracy). Both approaches were investigated in this study.

X1.4.1.2 Since API MPMS Chapter 10.4 defines the base method as a combination of Test Method D95 (API MPMS Chapter 10.5) and Test Method D473 (API MPMS Chapter 10.1), it was decided that data obtained by Test Method D95 (API MPMS Chapter 10.5) in one laboratory would be the “true value.” Table X1.3 shows the expected value compared to each sample average using this criterion. Both methods are biased on the low side. However, the distillation test method, Test Method D95 (API MPMS Chapter 10.5) appears less biased than the centrifuge method. Since the bias is not the same in every laboratory (Table X1.4), it is not possible to recommend inclusion of a correction factor in the methods. This data treatment suggests that the centrifuge method, on the average, yields results about 0.06 % lower than the distillation method. The respective biases are -0.13 for the centrifuge method and -0.07 for the distillation method.

X1.4.1.3 A more reliable estimate of bias may be obtained if consideration is given only to those samples to which water

TABLE X1.2 Water Content of Crude Oil Samples

Crude Source	%H <sub>2</sub> O		
	Found	Added	Expect
San Ardo	0.90	0	0.90
		dried	0.0
		dried + 0.4	0.40
Arabian Light	0.15	0	0.15
		0.10	0.25
		0.90	1.05
Alaskan	0.25	0	0.25
		0.20	0.45
		0.80	1.05
Arabian Heavy	0.10	0	0.10
		dried	0.0
		dried + 0.1	0.10
Minas	0.50	0	0.50
		0.10	0.60
		0.50	1.00
Fosterlon	0.30	0	0.30
		0.20	0.50
		0.80	1.10
Nigerian	0.05	0	<0.05
		0.40	0.45
		0.80	0.85

TABLE X1.3 Determination of Water in Crude Oils, % H<sub>2</sub>O

Expected	Distillation		Centrifuge
	Expected	Distillation	
0.90	0.90	0.79	
0.0	0.04	0.05	
0.40	0.42	0.021	
0.15	0.10	0.12	
0.25	0.21	0.13	
1.05	0.86	0.78	
0.25	0.21	0.14	
0.45	0.39	0.32	
1.05	0.92	0.98	
0.10	0.11	0.04	
0.0	0.06	0.02	
0.10	0.18	0.10	
0.50	0.45	0.34	
0.60	0.53	0.47	
1.00	0.96	0.97	
0.30	0.18	0.07	
0.50	0.33	0.20	
1.10	0.86	0.77	
0.05	0.02	0.01	
0.45	0.35	0.32	
0.85	0.65	0.65	

**TABLE X1.4 Corrections to be Applied to Measured Values to Obtain "True" Water Content**

Method	Laboratory	Correction	
D1796 (API MPMS Chapter 10.6) Centrifuge	C	+ 0.152±0.095	
	E	+ 0.029±0.125	
	M	+ 0.196±0.135	
	T	+ 0.196±0.100	
	S	+ 0.160±0.122	
	I	+ 0.116±0.126	
	G	+ 0.121±0.115	
	Average	+ 0.132	
	D95 (API MPMS Chapter 10.5) Distillation	C	+ 0.777±0.082
		E	+ 0.048±0.078
M		+ 0.082±0.077	
T		+ 0.064±0.079	
S		+ 0.077±0.107	
I		+ 0.061±0.112	
G		+ 0.072±0.096	
Average		+ 0.069	

Laboratory	Sample	Rejected Value	Substituted Value
1	14	0.75	0.53
3	3	0.35, 0.54	0.445
2	11	0.34	0.06
6	13	0.66	0.45
6	15	1.37	0.85

was added. In this case, the measured differences between the unspiked sample and the spiked sample compared to the actual water added would be indicative of the bias. Table X1.5 shows these differences for each method. On this basis the centrifuge bias has improved slightly, while the distillation method bias is about the same. The difference between the two methods is now 0.04 rather than 0.06. It should be noted that bias is greatest with both methods at higher water content.

**X1.4.2 Precision:**

X1.4.2.1 To estimate the precision of the tests, the data were analyzed following the ASTM guidelines published as RR:D02-1007.

X1.4.2.2 Seven laboratories participated in the round robin. Basic sediment and water was measured on 21 crude oil samples in duplicate by the distillation test method, Test Method D95 (API MPMS Chapter 10.5) and the centrifuge test method, Test Method D1796 (API MPMS Chapter 10.6). The raw data are presented in Table X1.6.

X1.4.3 Test for Outliers—Procedures for rejecting outliers recommended in ASTM RR:D02-1007, "Manual on Determining Precision Data for ASTM Methods on Petroleum Products and Lubricants," were followed.

X1.4.3.1 Distillation Method—The following table lists the outliers rejected and the substituted values:

X1.4.3.2 Centrifuge Method—The data from Laboratory 5 were rejected outright because incorrect-size centrifuge tubes were used (letter, Shell Oil to E. N. Davis, cc: Tom Hewitt, February 9, 1979). Statistical tests showed that Laboratory 5's data did not belong to the same population as the other data.

(1) Laboratory 2's data were also suspect and did not appear to belong to the same population as the other data. However, it was learned that Laboratory 2's results were closest to actual levels of water added to the samples. There is, therefore, a dilemma on whether or not to reject Laboratory 2's data. As a compromise, precision was calculated with and without Laboratory 2's results. The following table lists the outliers rejected and the substituted values when Laboratory 2's results are retained:

Laboratory	Sample	Rejected Value	Substituted Value
2	2	0.19	0.06
2	7	0.42	0.20
2	21	0.85	0.61
6	6	0.65	0.85
6	15	1.59, 1.44	0.922

(2) With Laboratory 2's results omitted, only Laboratory 6's results listed above were rejected.

**X1.4.4 Calculation of Repeatability and Reproducibility:**

X1.4.4.1 Repeatability and reproducibility were obtained by fitting curves of the appropriate precision of the results on each sample versus the mean value of each sample. An equation of the form:

$$S = A \bar{x}(1 - e^{-bx}) \tag{X1.1}$$

where:

- S = precision,
- $\bar{x}$  = sample mean, and
- A and b = are constants.

was found to best fit the data. The values of the constants A and b were calculated by regression analysis of the linear logarithmic equation:

$$\log S = \log A / \log(1 - e^{-bx}) \tag{X1.2}$$

X1.4.4.2 The standard deviation for repeatability for each sample was calculated from pair-wise (repeat pairs) variances pooled across the laboratories. The standard deviation for reproducibility was calculated from the variance of the mean values of each pair. This variance is equal to the sum of two variances, the variance  $\sigma_L^2$  due to differences between laboratories and the variance due to repeatability error  $\sigma_r^2$  divided by the number of replicates:

$$\sigma_r^2 = \sigma_L^2/n + \sigma_L^2(n = 2) \tag{X1.3}$$

Using the data calculated above for each sample, the values listed in Table X1.7 for the constants in Eq X1.1 were obtained. The values of precision calculated by Eq X1.1 were multiplied by 2.828 ( $2 \times \sqrt{2}$ ) to convert them to the ASTM-defined repeatability and reproducibility.

**TABLE X1.5 Bias of Methods Estimated from Spiked Samples**

Water Added, <sup>A</sup> %	D95 (API MPMS Chapter 10.5)		D1796 (API MPMS Chapter 10.6)	
	Found	$\Delta$	Found	$\Delta$
0.10	0.10	0	0.05	-0.05
0.10	0.08	-0.02	0.00	-0.10
0.10	0.10	0	0.10	0
0.20	0.16	-0.04	0.16	-0.04
0.20	0.15	-0.05	0.12	0.00
0.40	0.39	-0.01	0.16	-0.24
0.40	0.33	-0.07	0.30	-0.10
0.50	0.49	-0.01	0.52	+ 0.02
0.80	0.70	-0.10	0.73	-0.07
0.80	0.70	-0.10	0.70	-0.10
0.80	0.64	-0.16	0.63	-0.17
0.90	0.76	-0.14	0.69	-0.21
Average		-0.06		-0.10

<sup>A</sup> Equal water additions shown are to different crude oils.

**TABLE X1.6 Round-Robin Results of Water in Crude Oils by ASTM D95 (API MPMS Chapter 10.5) and ASTM D1796 (API MPMS Chapter 10.6)**

Laboratories		Distillation Test Method ASTM D95 (API MPMS Chapter 10.5)																				
		Samples																				
		1	9	15	6	18	2	11	19	3	8	13	14	17	20	21	4	5	7	10	12	16
1		0.86	0.90	0.91	0.91	0.88	0.00	0.02	0.00	0.40	0.39	0.46	0.75	0.25	0.35	0.67	0.10	0.15	0.20	0.16	0.13	0.18
		0.86	0.92	0.92	0.86	0.85	0.01	0.02	0.02	0.39	0.40	0.46	0.53	0.38	0.33	0.66	0.09	0.21	0.21	0.20	0.13	0.15
2		0.90	0.94	0.99	0.90	0.90	0.05	0.34	0.04	0.43	0.40	0.48	0.53	0.39	0.35	0.70	0.09	0.25	0.25	0.18	0.11	0.20
		0.91	0.94	1.00	0.92	0.90	0.06	0.06	0.04	0.48	0.40	0.47	0.58	0.36	0.30	0.69	0.11	0.24	0.25	0.19	0.14	0.20
3		0.80	0.94	0.98	0.85	0.90	0.05	0.00	0.00	0.35	0.38	0.45	0.43	0.35	0.33	0.65	0.07	0.20	0.23	0.18	0.05	0.15
		0.85	0.94	0.88	0.83	0.90	0.02	0.03	0.00	0.54	0.40	0.43	0.55	0.33	0.33	0.65	0.10	0.15	0.23	0.15	0.07	0.16
4		0.93	0.92	0.89	0.90	0.88	0.07	0.02	0.00	0.42	0.40	0.42	0.52	0.35	0.35	0.66	0.10	0.19	0.23	0.18	0.10	0.20
		0.93	0.90	0.91	0.89	0.90	0.07	0.02	0.04	0.42	0.39	0.43	0.52	0.33	0.35	0.67	0.10	0.20	0.19	0.16	0.11	0.19
5		0.87	0.88	0.87	0.86	0.86	0.07	0.07	0.05	0.39	0.41	0.42	0.51	0.23	0.39	0.65	0.11	0.21	0.21	0.21	0.16	0.20
		0.86	0.92	0.83	0.80	0.80	0.07	0.09	0.04	0.39	0.40	0.37	0.47	0.35	0.35	0.60	0.12	0.20	0.24	0.24	0.18	0.16
6		0.98	0.94	0.85	0.79	0.74	0.04	0.02	0.00	0.58	0.39	0.45	0.44	0.36	0.38	0.61	0.11	0.24	0.23	0.20	0.07	0.24
		1.01	0.94	1.37	0.84	0.89	0.01	0.00	0.01	0.48	0.80	0.66	0.56	0.30	0.39	0.66	0.13	0.25	0.24	0.21	0.05	0.18
7		0.91	0.88	0.97	0.85	0.80	0.05	0.01	0.01	0.42	0.40	0.41	0.53	0.34	0.36	0.64	0.05	0.18	0.18	0.15	0.18	0.18
		0.97	0.92	1.03	0.84	0.80	0.02	0.13	0.01	0.39	0.35	0.45	0.47	0.35	0.38	0.65	0.15	0.20	0.23	0.15	0.11	0.15
		Centrifuge Test Method D1796 (API MPMS Chapter 10.6)																				
Laboratories		Samples																				
		1	9	15	6	18	2	11	19	3	8	13	14	17	20	21	4	5	7	10	12	16
1		0.82	0.90	0.87	0.80	0.70	0.05	0.02	0.00	0.23	0.25	0.38	0.48	0.19	0.27	0.65	0.02	0.07	0.05	0.03	0.02	0.02
		0.79	0.89	0.88	0.81	0.74	0.05	0.02	0.02	0.23	0.31	0.35	0.41	0.17	0.29	0.61	0.02	0.06	0.06	0.03	0.02	0.04
2		1.03	1.09	1.06	0.74	0.95	0.19	0.07	0.00	0.19	0.40	0.50	0.58	0.38	0.45	0.61	0.15	0.20	0.20	0.20	0.06	0.20
		0.88	1.11	1.12	0.74	1.00	0.06	0.05	0.00	0.31	0.43	0.58	0.60	0.34	0.50	0.85	0.21	0.37	0.42	0.17	0.06	0.04
3		0.65	0.80	0.90	0.70	0.70	0.07	0.00	0.00	0.10	0.30	0.30	0.42	0.06	0.20	0.60	0.02	0.02	0.07	0.02	0.00	0.02
		0.60	0.85	0.90	0.60	0.70	0.07	0.00	0.02	0.10	0.34	0.40	0.50	0.10	0.20	0.45	0.02	0.02	0.12	0.02	0.00	0.02
4		0.73	0.95	0.88	0.85	0.80	0.00	0.00	0.00	0.18	0.27	0.33	0.46	0.15	0.30	0.63	0.00	0.10	0.10	0.05	0.00	0.05
		0.79	1.00	0.90	0.75	0.70	0.00	0.00	0.00	0.16	0.27	0.40	0.45	0.15	0.27	0.55	0.00	0.06	0.13	0.05	0.00	0.05
5		0.69	1.55	0.51	0.87	0.83	0.01	0.03	0.03	0.18	0.21	0.16	0.30	0.21	0.39	0.72	0.75	0.13	0.01	0.21	0.03	0.05
		0.76	1.10	0.87	0.93	0.41	0.01	0.05	0.02	0.30	0.54	0.20	0.07	0.19	0.01	0.69	0.06	0.11	0.02	0.09	0.03	0.12
6		0.72	0.75	1.59	0.85	0.65	0.07	0.05	0.05	0.35	0.33	0.25	0.52	0.20	0.45	0.75	0.05	0.15	0.05	0.05	0.05	0.05
		0.86	0.90	1.44	0.65	0.65	0.09	0.05	0.05	0.32	0.25	0.38	0.52	0.25	0.38	0.80	0.10	0.10	0.13	0.10	0.05	0.10
7		0.88	1.00	0.85	0.85	0.70	0.00	0.00	0.05	0.15	0.20	0.30	0.40	0.25	0.23	0.63	0.10	0.18	0.25	0.20	0.00	0.18
		0.90	0.85	0.80	0.80	0.80	0.00	0.00	0.05	0.10	0.35	0.30	0.35	0.13	0.25	0.60	0.18	0.20	0.30	0.15	0.00	0.10

**TABLE X1.7 Constants (see Eq X1.1)**

Constant	Distillation Method 7 Laboratories				Centrifuge Method		
	Repeatability		Reproducibility		6 Laboratories		5 Laboratories
	Repeatability	Reproducibility	Repeatability	Reproducibility	Repeatability	Reproducibility	
<i>b</i>	47.41	47.41	11.23	11.23	17.87	17.87	
<i>A</i>	0.2883	0.0380	0.0441	0.1043	0.0437	0.0658	

X1.4.4.3 The curves of repeatability and reproducibility for the distillation method in the range 0% to 0.09% water are shown in Fig. X1.1. These data are also tabulated in Table X1.8. The curves for the centrifuge method in the range 0 to 0.2% water are shown in Fig. X1.2 (five-laboratory case) and Fig. X1.3 (six-laboratory case).

X1.4.4.4 For higher levels of water the limiting repeatabilities and reproducibilities are listed in Table X1.9.

X1.4.4.5 It should be pointed out that at the lowest water levels, the precision "statements" for some of the analyses do not permit any pair of results to be considered suspect. This is because the precision interval exceeds twice the mean value.

For example, in Fig. X1.1, the repeatability at 0.03% water is 0.061%. It is not possible to observe a difference of more than 0.06 and still average 0.03. Thus, a pair of observations of 0.00 and 0.06 are acceptable.

X1.4.4.6 Analyses of variance were performed on the data without regard to any functionality between water level and precision. The following repeatabilities and reproducibilities were found:

Method	Repeatability	Reproducibility
Distillation (seven laboratories)	0.08	0.11
Centrifuge (six laboratories)	0.12	0.28

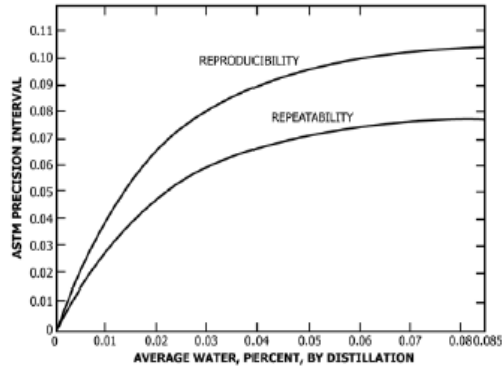


FIG. X1.1 Basic Sediment and Water Precision for ASTM Test Method D95 (API MPMS Chapter 10.5) Distillation (Based on Seven Laboratories)

TABLE X1.8 ASTM Precision Intervals: ASTM D95 (API MPMS Chapter 10.5) (7 Laboratories)

% Water	Repeatability	Reproducibility	% Water
0.000	0.000	0.000	0.000
0.005	0.017	0.023	0.005
0.010	0.030	0.041	0.010
0.015	0.041	0.055	0.015
0.020	0.049	0.066	0.020
0.025	0.056	0.075	0.025
0.030	0.061	0.082	0.030
0.035	0.065	0.087	0.035
0.040	0.068	0.091	0.040
0.045	0.071	0.095	0.045
0.050	0.073	0.097	0.050
0.055	0.074	0.100	0.055
0.060	0.075	0.101	0.060
0.065	0.076	0.103	0.065
0.070	0.077	0.104	0.070
0.075	0.078	0.104	0.075
0.080	0.078	0.105	0.080
0.085	0.079	0.106	0.085
0.090	0.079	0.106	0.090
0.095	0.079	0.106	0.095
0.100	0.079	0.107	0.100
0.105	0.079	0.107	0.105
0.110	0.080	0.107	0.110
0.115	0.080	0.107	0.115
0.120	0.080	0.107	0.120
0.125	0.080	0.107	0.125
0.130	0.080	0.107	0.130

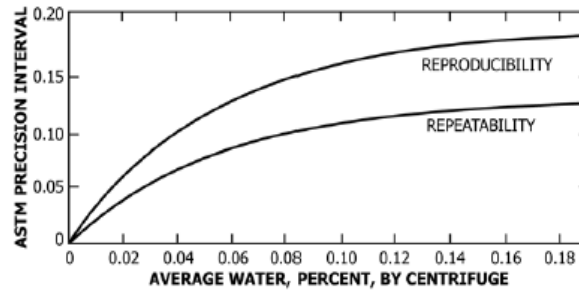


FIG. X1.2 Basic Sediment and Water Precision for ASTM Test Method D1796 (API MPMS Chapter 10.6) Centrifuge (Based on Five Laboratories)

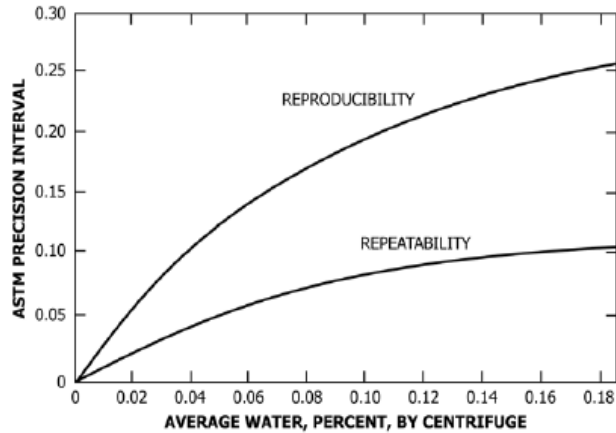


FIG. X1.3 Basic Sediment and Water Precision for ASTM Test Method D1796 (API MPMS Chapter 10.6) Centrifuge (Based on Six Laboratories)

TABLE X1.9 Limiting Repeatabilities and Reproducibilities

Method	Repeatability		Reproducibility	
	Range of Concentration, %	Value, %	Range of Concentration, %	Value, %
Distillation	≥0.085	0.08	≥0.085	0.105
Centrifuge (five-laboratory case)	≥0.155	0.12	≥0.325	0.19
Centrifuge (six-laboratory case)	≥0.235	0.12	≥0.315	0.29

These values are almost exactly the same as the limiting values obtained by curve fitting.

**X1.5 Conclusions and Recommendations**

X1.5.1 Data obtained in seven-laboratory round robin on measurement of basic sediment and water by the distillation test method, Test Method D95 (API MPMS Chapter 10.5) and the centrifuge test method, Test Method D1796 (API MPMS Chapter 10.6) in 21 crude oil samples were examined. The conclusions are:

*X1.5.1.1 Distillation Method:*

- (1) Precision is related to water content up to about 0.10 % water.
- (2) In the range from 0.01 to 0.10, repeatability varies from 0.020 to 0.078 and reproducibility from 0.041 to 0.105.
- (3) Above 0.1 % water, the repeatability is 0.08 and the reproducibility is 0.11.


*X1.5.1.2 Centrifuge Method:*

- (1) Repeatability is related to water content up to about 0.2 % water and reproducibility up to about 0.3 %.
- (2) In the range 0.01 to 0.2, repeatability varies from 0.01 to 0.11 and reproducibility in the range 0.02 to 0.3 from 0.03 to 0.28.

X1.5.2 It is recommended that:

- X1.5.2.1 Precision should be presented as a graph in the range where precision varies with water content.
- X1.5.2.2 Precision should be presented as a statement where the precision is constant.

X1.5.3 In view of what appears to be lower bias and better precision, Test Method D95 (API MPMS Chapter 10.5) should be the specified method for use in critical situations.

 D4007 – 11 (2016)<sup>e1</sup>

*ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.*

*This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.*

*This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org). Permission rights to photocopy the standard may also be secured from the Copyright Clearance Center, 222 Rosewood Drive, Danvers, MA 01923, Tel: (978) 646-2600; <http://www.copyright.com/>*

## ANEXO F

### PROCEDIMIENTO Y NORMA ASTM D4006-16, MÉTODO DE PRUEBA ESTÁNDAR PARA AGUA EN PETRÓLEO CRUDO POR DESTILACIÓN

- **Procedimiento Agua por destilación.**
  1. Agitar la muestra invirtiendo el recipiente que la contenga durante 1 minuto.
  2. Tomar una pequeña cantidad (aproximadamente 60 ml) de muestra en el beaker de 100 ml o 250 ml.
  3. En la probeta de 25 ml, medir 25 ml de la muestra (FFE).
  4. Medir 50 ml de Tolueno en la probeta de 50 ml.
  5. Vaciar la muestra (FFE) en el balón del Dean & Stark y lavar la probeta de 25 ml con pequeñas porciones del tolueno medido. Vaciar cada porción de lavado en el balón y el exceso limpio adicionarlo completamente.
  6. Armar el equipo de destilación, conectando las mangueras a la fuente de agua y al condensador. La entrada de agua al condensador se hace por la parte inferior.
  7. El orden en que el Dean & Stark se arma es desde la parte inferior hacia la parte superior.
  8. Fijar el balón en la pinza, para que no quede contra el calentador, se ubica unos 4 centímetros por encima.
  9. Fijar la trampa de agua en el balón y en la pinza correspondiente, teniendo muy en cuenta que las partes esmeriladas deben hacer un buen empalme para que no exista fuga.
  10. Ubicar el condensador conectado a la trampa y con su pinza. Se debe tener presente que la punta del condensador debe estar lo más lejos posible de la salida de los gases e igualmente las partes esmeriladas deben hacer un buen sello para evitar fugas de gases.
  11. Circular agua por el condensador de una manera suave (no es necesario abrir toda la válvula).



12. Iniciar el calentamiento (llevar el controlador de calentamiento hasta la máxima rata de calentamiento, de manera que se observe ebullición en la superficie de la muestra en el balón de destilación, entonces bajar la graduación hasta que obtenga una ebullición constante y suave).
13. Continuar el calentamiento hasta que la lectura del agua en la trampa permanezca constante (se requiere al menos de 1½ a 2 horas).
14. Suspender el calentamiento llevando la rata de calentamiento a 0, ubicar la placa protectora debajo del balón y dejar enfriar. Mientras el equipo se está enfriando NO suspender la circulación de agua por el condensador.
15. Una vez el equipo se encuentre frio, suspender la circulación de agua por el condensador y desmontarlo.
16. Bajar las gotas de agua que se hayan adherido a las paredes de la trampa con el alambre de cobre y tomar la lectura del volumen de agua.
17. Desarmar el equipo y vaciar tanto el Tolueno de la trampa como la mezcla Tolueno – Petróleo.

This international standard was developed in accordance with internationally recognized principles on standardization established in the Decision on Principles for the Development of International Standards, Guides and Recommendations issued by the World Trade Organization Technical Barriers to Trade (TBT) Committee.



Designation: D4006 – 16<sup>ε1</sup>

## Manual of Petroleum Measurement Standards (MPMS), Chapter 10.2

### Standard Test Method for Water in Crude Oil by Distillation<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation D4006; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reappraisal. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reappraisal.

*This standard has been approved for use by agencies of the U.S. Department of Defense.*

<sup>ε1</sup> NOTE—Subsections 5.1 and X1.3.3.2 were revised editorially in November 2016.

#### 1. Scope\*

1.1 This test method covers the determination of water in crude oil by distillation.

1.2 The values stated in SI units are to be regarded as standard. No other units of measurement are included in this standard.

1.3 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.* For specific warning statements, see 6.1 and A1.1.

#### 2. Referenced Documents

##### 2.1 ASTM Standards:<sup>2</sup>

D95 Test Method for Water in Petroleum Products and Bituminous Materials by Distillation (API MPMS Chapter 10.5)

D473 Test Method for Sediment in Crude Oils and Fuel Oils by the Extraction Method (API MPMS Chapter 10.1)

D665 Test Method for Rust-Preventing Characteristics of Inhibited Mineral Oil in the Presence of Water

<sup>1</sup>This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D02 on Petroleum Products, Liquid Fuels, and Lubricants and the API Committee on Petroleum Measurement and is the direct responsibility of Subcommittee D02.02/COMQ, the joint ASTM-API Committee on Hydrocarbon Measurement for Custody Transfer (Joint ASTM-API). This test method has been approved by the sponsoring committees and accepted by the Cooperating Societies in accordance with established procedures.

Current edition approved June 1, 2016. Published July 2016. Originally approved in 1981. Last previous edition approved in 2012 as D4006 – 11 (2012)<sup>ε1</sup>. DOI: 10.1520/D4006-16E01.

<sup>2</sup>For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, [www.astm.org](http://www.astm.org), or contact ASTM Customer Service at [service@astm.org](mailto:service@astm.org). For *Annual Book of ASTM Standards* volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

D1796 Test Method for Water and Sediment in Fuel Oils by the Centrifuge Method (Laboratory Procedure) (API MPMS Chapter 10.6)

D4057 Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products (API MPMS Chapter 8.1)

D4177 Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products (API MPMS Chapter 8.2)

D4928 Test Method for Water in Crude Oils by Coulometric Karl Fischer Titration (API MPMS Chapter 10.9)

E123 Specification for Apparatus for Determination of Water by Distillation

##### 2.2 API Standards:

MPMS Chapter 8.1 Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products (ASTM Practice D4057)

MPMS Chapter 8.2 Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products (ASTM Practice D4177)

MPMS Chapter 10.1 Test Method for Sediment in Crude Oils and Fuel Oils by the Extraction Method (ASTM Test Method D473)

MPMS Chapter 10.4 Determination of Water and/or Sediment in Crude Oil by the Centrifuge Method (Field Procedure)

MPMS Chapter 10.5 Test Method for Water in Petroleum Products and Bituminous Materials by Distillation (ASTM Test Method D95)

MPMS Chapter 10.6 Test Method for Water and Sediment in Fuel Oils by the Centrifuge Method (Laboratory Procedure) (ASTM Test Method D1796)

MPMS Chapter 10.9 Test Method for Water in Crude Oils by Coulometric Karl Fischer Titration (ASTM Test Method D4928)

#### 3. Summary of Test Method

3.1 The sample is heated under reflux conditions with a water immiscible solvent which co-distills with the water in the

\*A Summary of Changes section appears at the end of this standard

© Jointly copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2969, USA and the American Petroleum Institute (API), 1220 L Street NW, Washington DC 20005, USA

Copyright by ASTM Intl (all rights reserved); Mon Sep 23 16:43:37 EDT 2019 1

Downloaded/printed by

FUNDACION UNIVERSIDAD DE AMERICA (FUNDACION UNIVERSIDAD DE AMERICA) pursuant to License Agreement. No further reproductions authorized.

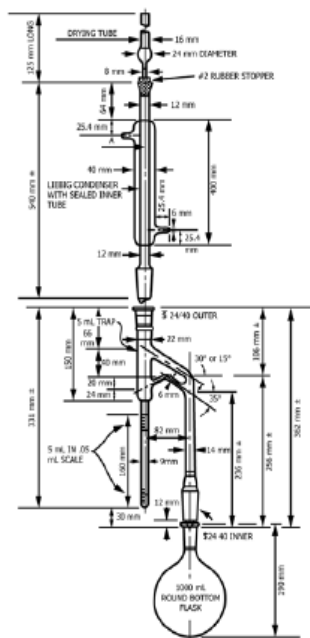


FIG. 1 Distillation Apparatus

sample. Condensed solvent and water are continuously separated in a trap—the water settles in the graduated section of the trap, and the solvent returns to the distillation flask.

4. Significance and Use

4.1 A knowledge of the water content of crude oil is important in the refining, purchase, sale, or transfer of crude oils.

4.2 This test method may not be suitable for crude oils that contain alcohols that are soluble in water. In cases where the impact on the results may be significant, the user is advised to consider using another test method, such as Test Method D4928 (API MPMS Chapter 10.9).

5. Apparatus

5.1 The preferred apparatus, shown in Fig. 1, consists of a glass distillation flask, a condenser, a graduated glass trap, and a heater. Other types of distillation apparatus are specified in Specification E123. Any of these apparatus will be acceptable for this test method provided it can be demonstrated that they operate within the precision established with the preferred apparatus.

5.1.1 *Distillation Flask*—A 1000 mL round-bottom, glass, distillation flask fitted with a 24/40 female taper joint shall be used. This flask receives a 5 mL calibrated, graduated water trap with 0.05 mL graduations. The trap will be fitted with a 400 mm Liebig condenser. A drying tube filled with desiccant (to prevent entrance of atmospheric moisture) is placed on top of the condenser.

5.1.2 *Heater*—Any suitable gas or electric heater that can uniformly distribute heat to the entire lower half of the flask may be used. An electric heating mantle is preferred for safety reasons.

5.1.3 The apparatus used in this test will be accepted when satisfactory results are obtained by the calibration technique described in Section 8.

6. Solvent

6.1 *Xylene*—reagent grade (Warning—Extremely flammable. Vapor harmful. See Annex A1.) A solvent blank will be established by placing 400 mL of solvent in the distillation apparatus and testing as outlined in Section 9. The blank will be determined to the nearest 0.025 mL and used to correct the volume of water in the trap as in Section 10.

6.2 The xylene used in this procedure is generally a mixture of ortho, meta, and para isomers and may contain some ethyl benzene. The typical characteristics for this reagent are:

Color (APHA)	not more than 10
Boiling range	137 °C to 144 °C
Residue after evaporation	0.002 %
Sulfur compounds (as S)	0.003 %
Substances darkened by H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Color pass test
Water (H <sub>2</sub> O)	0.02 %
Heavy metals (as Pb)	0.1 ppm
Copper (Cu)	0.1 ppm
Iron (Fe)	0.1 ppm
Nickel (Ni)	0.1 ppm
Silver (Ag)	0.1 ppm

7. Sampling, Test Samples, and Test Units

7.1 Sampling is defined as all steps required to obtain an aliquot of the contents of any pipe, tank, or other system and to place the sample into the laboratory test container.

7.1.1 *Laboratory Sample*—Only representative samples obtained as specified in Practice D4057 (API MPMS Chapter 8.1) and Practice D4177 (API MPMS Chapter 8.2) shall be used for this test method.

7.1.2 *Preparation of Test Samples*—The following sample handling procedure shall apply in addition to those covered in 7.1.1.

7.1.2.1 The sample size shall be selected as indicated below based on the expected water content of the sample:

Expected Water Content, weight or volume %	Approximate Sample Size, g or mL
50.1–100.0	5
25.1– 50.0	10
10.1– 25.0	20
5.1– 10.0	50
1.1– 5.0	100
0.5– 1.0	200
less than 0.5	200

7.1.2.2 If there is any doubt about the uniformity of the mixed sample, determinations should be made on at least three test portions and the average result reported as the water content.

7.1.2.3 To determine water on a volume basis, measure mobile liquids in a 5 mL, 10 mL, 20 mL, 50 mL, 100 mL, or 200 mL calibrated, graduated cylinder (NBS Class A) depending on the sample size indicated in 7.1.2.1. Take care to pour the sample slowly into the graduated cylinder to avoid entrapment of air and to adjust the level as closely as possible to the

appropriate graduation. Carefully pour the contents of the cylinder into the distillation flask and rinse the cylinder five times with portions of xylene equivalent to one-fifth of the capacity of the graduated cylinder and add the rinsings to the flask. Drain the cylinder thoroughly to ensure complete sample transfer.

7.1.2.4 To determine water on a mass basis, weigh a test portion of sample in accordance with 7.1.2.1, pouring the sample directly into the distillation flask. If a transfer vessel (beaker or cylinder) must be used, rinse it with at least five portions of xylene and add the rinsings to the flask.

## 8. Calibration

8.1 Calibrate both the trap and the entire assembly prior to initial use and after any equipment changes as indicated in 8.1.1 – 8.1.3. Additionally, calibrate both the trap and the entire assembly periodically, at a frequency not to exceed yearly.

8.1.1 Verify the accuracy of the graduation marks on the trap by adding 0.05 mL increments of distilled water, at 20 °C, from a 5 mL microburet or a precision micro-pipet readable to the nearest 0.01 mL. If there is a deviation of more than 0.050 mL between the water added and water observed, reject the trap or recalibrate.

8.1.2 Also calibrate the entire apparatus. Put 400 mL of dry (0.02 % water maximum) xylene in the apparatus and test in accordance with Section 9. When complete, discard the contents of the trap and add 1.00 mL ± 0.01 mL of distilled water from the buret or micro-pipet, at 20 °C, directly to the distillation flask and test in accordance with Section 9. Repeat 8.1.2 and add 4.50 mL ± 0.01 mL directly to the flask. The assembly of the apparatus is satisfactory only if trap readings are within the tolerances specified here:

Limits Capacity of Trap at 20 °C, mL	Volume of Water Added at 20 °C, mL	Permissible for Recovered Water at 20 °C, mL
5.00	1.00	1.00 ± 0.025
5.00	4.50	4.50 ± 0.025

8.1.3 A reading outside the limits suggests malfunctioning due to vapor leaks, too rapid boiling, inaccuracies in graduations of the trap, or ingress of extraneous moisture. These malfunctions must be eliminated before repeating 8.1.2.

## 9. Procedure

9.1 The precision of this test method can be affected by water droplets adhering to surfaces in the apparatus and therefore not settling into the water trap to be measured. To minimize the problem, all apparatus must be chemically cleaned at least daily to remove surface films and debris which hinder free drainage of water in the test apparatus. More frequent cleaning is recommended if the nature of the samples being run causes persistent contamination.

9.1.1 To determine water on a volume basis, proceed as indicated in 7.1.2.3. In addition to the xylene added to rinse the oil sample transfer device, add sufficient xylene to the flask to make the total xylene volume 400 mL.

9.1.2 To determine water on a mass basis, proceed as indicated in 7.1.2.4. In addition to the xylene added to rinse the oil sample transfer device, add sufficient xylene to the flask to make the total xylene volume 400 mL.

9.2 A magnetic stirrer is the most effective device to reduce bumping. Glass beads or other boiling aids, although less effective, have been found to be useful.

9.3 Assemble the apparatus as shown in Fig. 1, making sure all connections are vapor and liquid-tight. It is recommended that glass joints not be greased. Insert a drying tube containing an indicating desiccant into the end of the condenser to prevent condensation of atmospheric moisture inside the condenser. Circulate water, between 20 °C and 25 °C, through the condenser jacket.

9.4 Apply heat to the flask. The type of crude oil being evaluated can significantly alter the boiling characteristics of the crude-solvent mixture. Heat should be applied slowly during the initial stages of the distillation (approximately ½ h to 1 h) to prevent bumping and possible loss of water from the system. (Condensate shall not proceed higher than three quarters of the distance up the condenser inner tube (Point A in Fig. 1).) To facilitate condenser wash-down, the condensate should be held as close as possible to the condenser outlet. After the initial heating, adjust the rate of boiling so that the condensate proceeds no more than three quarters of the distance up the condenser inner tube. Distillate should discharge into the trap at the rate of approximately 2 drops to 5 drops per second. Continue distillation until no water is visible in any part of the apparatus, except in the trap, and the volume of water in the trap remains constant for at least 5 min. If there is a persistent accumulation of water droplets in the condenser inner tube, flush with xylene. (A jet spray washing tube, see Fig. 2, or equivalent device is recommended.) The addition of an oil-soluble emulsion breaker at a concentration of 1000 ppm to the xylene wash helps dislodge the clinging water drops. After flushing, redistill for at least 5 min (the heat must be shut off at least 15 min prior to wash-down to prevent bumping). After wash-down, apply heat slowly to prevent bumping. Repeat this procedure until no water is visible in the condenser and the volume of water in the trap remains constant for at least 5 min. If this procedure does not dislodge the water, use the TFE-fluorocarbon scraper, pick shown in Fig. 2, or equivalent device to cause the water to run into the trap.

9.5 When the carryover of water is complete, allow the trap and contents to cool to 20 °C. Dislodge any drops of water adhering to the sides of the trap with the TFE-fluorocarbon scraper or pick and transfer them to the water layer. Read the volume of the water in the trap. The trap is graduated in 0.05 mL increments, but the volume is estimated to the nearest 0.025 mL.

## 10. Calculation

10.1 Calculate the water in the sample as follows:

$$\text{Volume \%} = \frac{(A - B)}{C} \times 100 \quad (1)$$

$$\text{Volume \%} = \frac{(A - B)}{(M/D)} \times 100 \quad (2)$$

$$\text{Mass \%} = \frac{(A - B)}{M} \times 100 \quad (3)$$

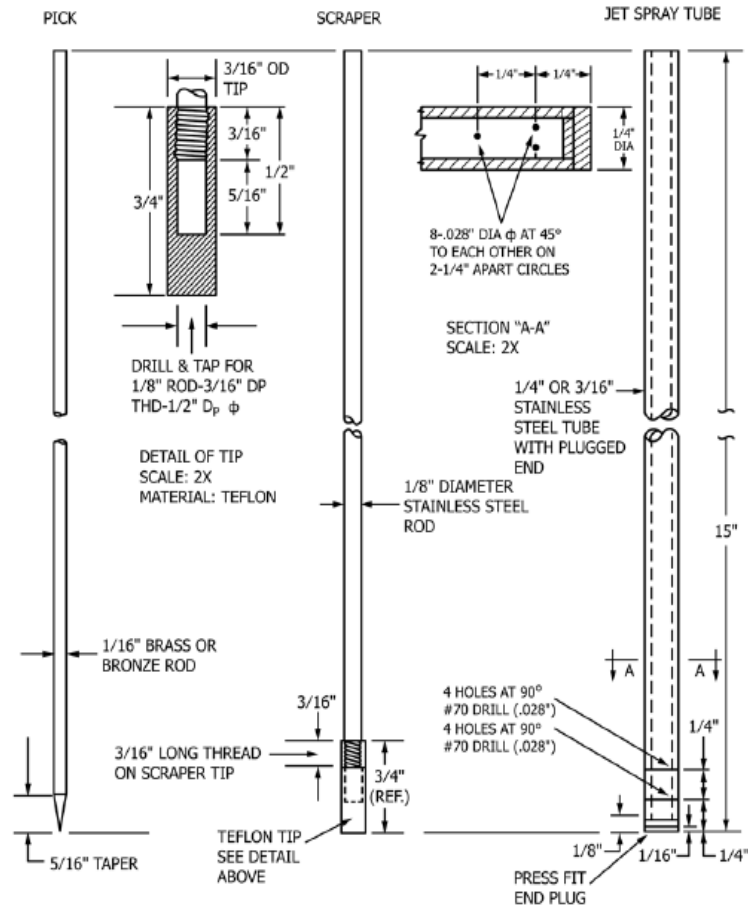


FIG. 2 Pick, Scraper, and Jet Spray Tube for Distillation Apparatus

where:

A = mL of water in trap,

B = mL of solvent blank,

C = mL of test sample,

M = g of test sample, and

D = density of sample, g/mL.

Volatile water-soluble material, if present, may be measured as water.

## 11. Report

11.1 Report the result as the water content to the nearest 0.025 %, reporting water content of less than 0.025 % as 0 %, and reference this Test Method D4006 (API MPMS Chapter 10.2) as the procedure used.

## 12. Precision and Bias

12.1 The precision of this test method, as obtained by statistical examination of interlaboratory test results in the range from 0.01 % to 1.0 %, is described in 12.1.1 and 12.1.2.

12.1.1 *Repeatability*—The difference between successive test results, obtained by the same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test material, would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following value in only one case in twenty:

From 0.0 % to 0.1 % water, see Fig. 3.

Greater than 0.1 % water, repeatability is constant at 0.08.

12.1.2 *Reproducibility*—The difference between the two single and independent test results obtained by different operators working in different laboratories on identical test material, would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following value in only one case in twenty:

From 0.0 % to 0.1 % water, see Fig. 3.

Greater than 0.1 % water, reproducibility is constant at 0.11.

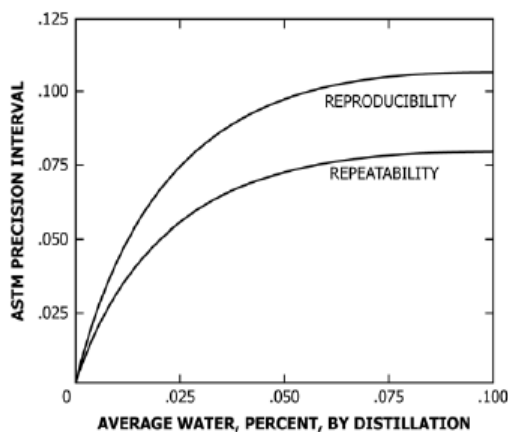


FIG. 3 Basic Sediment and Water Precision

13. Keywords

13.1 crude oil; distillation; water

ANNEX

(Mandatory Information)

A1. WARNING STATEMENT

A1.1 Xylene

A1.1.1 Keep away from heat, sparks, and open flame.  
 A1.1.2 Keep container closed.

A1.1.3 Use with adequate ventilation.  
 A1.1.4 Avoid breathing of vapor or spray mist.  
 A1.1.5 Avoid prolonged or repeated contact with skin.

APPENDIX

(Nonmandatory Information)

XI. PRECISION AND BIAS OF TEST METHODS FOR DETERMINING WATER IN CRUDE OILS

X1.1 Summary

X1.1.1 This round-robin testing program has shown that the distillation test method as practiced is somewhat more accurate than the centrifuge test method. The average correction for the distillation test method is about 0.06, whereas the centrifuge correction is about 0.10. However, this correction is not constant nor does it correlate well with the measured concentration.

X1.1.2 There is a slight improvement in the precision of the distillation test method over the present Test Method D95 (API MPMS Chapter 10.5): 0.08 versus 0.1 for repeatability and 0.11 versus 0.2 for reproducibility. These figures are applicable from 0.1 % to 1 % water content; the maximum level studied in this program.

X1.1.3 The precision of the centrifuge test method is worse than the distillation: repeatability is about 0.12 and the reproducibility is 0.28.

X1.2 Introduction

X1.2.1 In view of the economic importance of measuring the water content of crude oils precisely and accurately, a working group of API/ASTM Joint Committee on Static Petroleum Measurement (COSM) undertook the evaluation of two test methods for determining water in crudes. A distillation test method (Test Method D95 (API MPMS Chapter 10.5)), and a centrifuge test method (Test Method D1796 (API MPMS Chapter 10.6)) were evaluated in this program. Both test

**TABLE X1.2 Base Case—Water Content of Crudes**

Crude Oil	% H <sub>2</sub> O
San Ardo	0.90
Arabian Light	0.15
Alaskan	0.25
Arabian Heavy	0.10
Minas	0.50
Fosterlon	0.30
Nigerian	<0.05

methods were modified slightly in an attempt to improve the precision and accuracy.

### X1.3 Experimental

**X1.3.1 Samples**—The following seven crude oils were obtained for this program:

Crude	Source
San Ardo	Texaco
Arabian Light	Mobil
Alaskan	Williams Pipe Line
Arabian Heavy	Exxon
Minas	Texaco
Fosterlon	Koch Industries
Nigerian	Gulf

By removing all water or adding known amounts of water to the above crudes, 21 samples were prepared for testing. Each crude oil was represented at three levels of water concentration. The entire concentration range studied was from zero to 1.1 % water. These expected values were used to determine the accuracy of the test procedures.

#### X1.3.2 Sample Preparation:

**X1.3.2.1** The crude oils were received from the suppliers in barrels. After mixing by rolling and tuming, two 5 gal samples and one 250 mL sample were taken from each barrel. The Minas crude had to be heated to 66 °C (150 °F) with a barrel heater before samples could be drawn. The 250 mL samples of each crude, as received, were used to establish the base case in water content. Each sample was analyzed by Test Method D95 (API MPMS Chapter 10.5) to determine the water content. These starting points are shown in Table X1.1.

**X1.3.2.2** To obtain “water-free” samples of crude oil, one 5 gal sample of each of two crudes was distilled over the temperature range of initial to 300 °F vapor temperature. This distillation was done using a 15 theoretical plate column at 1:1 reflux ratio.

**X1.3.2.3** “Spiking” samples to a known water concentration was done using synthetic sea water (as described in Test Method D665). The mixing and homogenization was done with a static blender. The complete listing of samples with their expected water contents is shown in Table X1.2.

**X1.3.2.4** The samples for each cooperater were bottled so that the entire sample had to be used for a given test. In this way, any effect due to settling or stratification of water was eliminated.

**X1.3.2.5** Samples were coded to mask the presence of duplicates and a table of random numbers dictated the running order of tests.

**X1.3.2.6** The participating laboratories were:

**TABLE X1.3 Water Content of Crude Oil Samples**

Crude Source	%H <sub>2</sub> O		
	Found	Added	Expect
San Ardo	0.90	0	0.90
		dried	0.0
		dried + 0.4	0.40
Arabian Light	0.15	0	0.15
		0.10	0.25
		0.90	1.05
Alaskan	0.25	0	0.25
		0.20	0.45
		0.80	1.05
Arabian Heavy	0.10	0	0.10
		dried	0.0
		dried + 0.1	0.10
Minas	0.50	0	0.50
		0.10	0.60
		0.50	1.00
Fosterlon	0.30	0	0.30
		0.20	0.50
		0.80	1.10
Nigerian	0.05	0	<0.05
		0.40	0.45
		0.80	0.85

Chevron Research Co.  
Exxon Research and Engineering Co.  
Mobil Research and Development Corp.  
Texaco, Inc.  
Shell  
Charles Martin, Inc.  
Gulf Research and Development Co.

**X1.3.3 Test Modifications**—The base test methods studied were modified slightly in an effort to improve the performance. The modifications were as follows:

**X1.3.3.1 Test Method D95 (API MPMS Chapter 10.5)**—Sample size was standardized at 200 g and the solvent volume was increased to maintain the original solvent/sample ratio.

**X1.3.3.2 Test Method D1796 (API MPMS Chapter 10.6)**—A heated centrifuge (held near 60 °C (140 °F)) and use of a demulsifier were mandatory. Eight-inch centrifuge tubes were also specified. Toluene saturated with water at 140 °F was the only permissible solvent.

### X1.4 Results and Discussion

#### X1.4.1 Accuracy:

**X1.4.1.1 Accuracy or bias** is defined as the closeness of the measured value to the “true value.” Since there is no independent absolute test method available to determine this true value for these samples, some other means must be used. Two options were considered:

- (1) Select one laboratory and one test method as the “reference system” and define these results as the true value, or
- (2) Spike samples with known amounts of water. The measured difference between the original and unspiked samples can be compared to the known added water to determine the bias (accuracy). Both approaches were investigated in this study.

**X1.4.1.2** Since Test Method API MPMS Chapter 10.4 defines the base test method as a combination of Test Methods D95 (API MPMS Chapter 10.5) and D473 (API MPMS Chapter 10.1), it was decided that data obtained by Test Method D95 (API MPMS Chapter 10.5) in one laboratory would be the “true value.” Table X1.3 shows the expected

**TABLE X1.5 Determination of Water in Crude Oils, % H<sub>2</sub>O**

Expected	Distillation	Centrifuge
0.90	0.90	0.79
0.0	0.04	0.05
0.40	0.42	0.021
0.15	0.10	0.12
0.25	0.21	0.13
1.05	0.86	0.78
0.25	0.21	0.14
0.45	0.39	0.32
1.05	0.92	0.98
0.10	0.11	0.04
0.0	0.06	0.02
0.10	0.18	0.10
0.50	0.45	0.34
0.60	0.53	0.47
1.00	0.96	0.97
0.30	0.18	0.07
0.50	0.33	0.20
1.10	0.86	0.77
0.05	0.02	0.01
0.45	0.35	0.32
0.85	0.65	0.65

value compared to each sample average using this criterion. It can be seen that both test methods are biased low. However, the distillation test method (Test Method D95 (API MPMS Chapter 10.5)) appears less biased than the centrifuge. Since the bias is not the same in every laboratory (Table X1.4), it is not possible to recommend inclusion of a correction factor in the test methods. This data treatment suggests that the centrifuge test method, on the average, yields results about 0.06 % lower than the distillation. The respective biases are -0.13 for the centrifuge and -0.07 for the distillation test method.

X1.4.1.3 A more reliable estimate of bias may be obtained if consideration is given only to those samples to which water was added. In this case, the measured differences between the unspiked sample and the spiked sample compared to the actual water added would be indicative of the bias. Table X1.5 shows these differences for each test method. On this basis the centrifuge bias has improved slightly, while the distillation is about the same. The difference between the two test methods is now 0.04 rather than 0.06. It should be noted that bias is greatest with both test methods at higher water contents.

**X1.4.2 Precision:**

X1.4.2.1 To estimate the precision of the tests, the data were analyzed following the ASTM guidelines published as Research Report RR:D02-1007, "Manual on Determining Precision Data for ASTM Methods on Petroleum Products" (1973).<sup>3</sup>

X1.4.2.2 Seven laboratories participated in the round robin. Basic sediment and water was measured on 21 crude oil samples in duplicate by the distillation test method (Test Method D95 (API MPMS Chapter 10.5)) and the centrifuge test method (Test Method D1796 (API MPMS Chapter 10.6)). The raw data are presented in Table X1.6.

X1.4.3 Test for Outliers—Procedures for rejecting outliers recommended in ASTM RR:D02-1007, "Manual on Determining Precision Data for ASTM Methods on Petroleum Products and Lubricants" were followed.<sup>3</sup>

<sup>3</sup> Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR:D02-1007.

**TABLE X1.6 Corrections to be Applied to Measured Values to Obtain "True" Water Content**

Test Method	Laboratory	Correction
<b>D1796 (API MPMS Chapter 10.6)</b>		
Centrifuge	C	+ 0.152 ± 0.095
	E	+ 0.029 ± 0.125
	M	+ 0.196 ± 0.135
	T	+ 0.196 ± 0.100
	S	+ 0.160 ± 0.122
	I	+ 0.116 ± 0.126
	G	+ 0.121 ± 0.115
<b>D95 (API MPMS Chapter 10.5)</b>		
Distillation	Avg	+ 0.132
	C	+ 0.777 ± 0.082
	E	+ 0.048 ± 0.078
	M	+ 0.082 ± 0.077
	T	+ 0.064 ± 0.079
	S	+ 0.077 ± 0.107
	I	+ 0.061 ± 0.112
G	+ 0.072 ± 0.096	
Average		+ 0.069

**TABLE X1.7 Bias of Test Methods Estimated from Spiked Samples**

Water Added, <sup>a</sup> %	D95 (API MPMS Chapter 10.5)		D1796 (API MPMS Chapter 10.6)	
	Found	Δ	Found	Δ
0.10	0.10	0	0.05	-0.05
0.10	0.08	-0.02	0.00	-0.10
0.10	0.10	0	0.10	0
0.20	0.16	-0.04	0.16	-0.04
0.20	0.15	-0.05	0.12	0.00
0.40	0.39	-0.01	0.16	-0.24
0.40	0.33	-0.07	0.30	-0.10
0.50	0.49	-0.01	0.52	+ 0.02
0.80	0.70	-0.10	0.73	-0.07
0.80	0.70	-0.10	0.70	-0.10
0.80	0.64	-0.16	0.63	-0.17
0.90	0.76	-0.14	0.69	-0.21
Average		-0.06		-0.10

<sup>a</sup> Equal water additions shown are to different crude oils.

X1.4.3.1 Distillation Test Method—The following table lists the outliers rejected and the substituted values:

Laboratory	Sample	Rejected Value	Substituted Value
1	14	0.75	0.53
3	3	0.35, 0.54	0.445
2	11	0.34	0.06
6	13	0.66	0.45
6	15	1.37	0.85

**X1.4.3.2 Centrifuge Test Method:**

(1) The data from Laboratory 5 were rejected outright because incorrect-size centrifuge tubes were used (letter, Shell Oil to E. N. Davis, cc: Tom Hewitt, February 9, 1979). Statistical tests showed that Laboratory 5's data did not belong to the same population as the other data.

(2) Laboratory 2's data were also suspect and did not appear to belong to the same population as the other data. However, it was learned that Laboratory 2's results were closest to actual levels of water added to the samples. There is, therefore, a dilemma on whether or not to reject Laboratory 2's data. As a compromise, precision was calculated with and without Laboratory 2's results. The following table lists the



**TABLE X1.8 Round-Robin Results of Water in Crude Oils by ASTM D95 (API MPMS Chapter 10.5) and ASTM D1796 (API MPMS Chapter 10.6)**

Laboratories	Distillation Test Method ASTM D95 (API MPMS Chapter 10.5)																				
	Samples																				
	1	9	15	6	18	2	11	19	3	8	13	14	17	20	21	4	5	7	10	12	16
1	0.86	0.90	0.91	0.91	0.88	0.00	0.02	0.00	0.40	0.39	0.46	0.75	0.25	0.35	0.67	0.10	0.15	0.20	0.16	0.13	0.18
	0.86	0.92	0.92	0.86	0.85	0.01	0.02	0.02	0.39	0.40	0.46	0.53	0.38	0.33	0.66	0.09	0.21	0.21	0.20	0.13	0.15
2	0.90	0.94	0.99	0.90	0.90	0.06	0.34	0.04	0.43	0.40	0.48	0.53	0.39	0.35	0.70	0.09	0.25	0.25	0.18	0.11	0.20
	0.91	0.94	1.00	0.92	0.90	0.06	0.06	0.04	0.48	0.40	0.47	0.58	0.36	0.30	0.69	0.11	0.24	0.25	0.19	0.14	0.20
3	0.80	0.94	0.98	0.85	0.90	0.05	0.00	0.00	0.35	0.38	0.45	0.43	0.35	0.33	0.65	0.07	0.20	0.23	0.18	0.05	0.15
	0.85	0.94	0.98	0.83	0.90	0.02	0.03	0.00	0.54	0.40	0.43	0.55	0.33	0.33	0.65	0.10	0.15	0.23	0.15	0.07	0.16
4	0.93	0.92	0.89	0.90	0.88	0.07	0.02	0.00	0.42	0.40	0.42	0.52	0.35	0.35	0.66	0.10	0.19	0.23	0.18	0.10	0.20
	0.93	0.90	0.91	0.89	0.90	0.07	0.02	0.04	0.42	0.39	0.43	0.52	0.33	0.35	0.67	0.10	0.20	0.19	0.16	0.11	0.19
5	0.87	0.88	0.87	0.86	0.86	0.07	0.07	0.05	0.39	0.41	0.42	0.51	0.23	0.39	0.65	0.11	0.21	0.21	0.21	0.16	0.20
	0.86	0.92	0.83	0.80	0.80	0.07	0.09	0.04	0.39	0.40	0.37	0.47	0.35	0.35	0.60	0.12	0.20	0.24	0.24	0.18	0.16
6	0.98	0.94	0.85	0.79	0.74	0.04	0.02	0.00	0.58	0.39	0.45	0.44	0.36	0.38	0.61	0.11	0.24	0.23	0.20	0.07	0.24
	1.01	0.94	1.37	0.84	0.89	0.01	0.00	0.01	0.48	0.80	0.66	0.56	0.30	0.39	0.66	0.13	0.25	0.24	0.21	0.05	0.18
7	0.91	0.88	0.97	0.85	0.80	0.05	0.01	0.01	0.42	0.40	0.41	0.53	0.34	0.36	0.64	0.05	0.18	0.18	0.15	0.18	0.18
	0.97	0.92	1.03	0.84	0.80	0.02	0.13	0.01	0.39	0.35	0.45	0.47	0.35	0.38	0.65	0.15	0.20	0.23	0.15	0.11	0.15
	Centrifuge Test Method D1796 (API MPMS Chapter 10.6)																				
Laboratories	Samples																				
	1	9	15	6	18	2	11	19	3	8	13	14	17	20	21	4	5	7	10	12	16
1	0.82	0.90	0.87	0.80	0.70	0.05	0.02	0.00	0.23	0.25	0.38	0.48	0.19	0.27	0.65	0.02	0.07	0.05	0.03	0.02	0.02
	0.79	0.89	0.88	0.81	0.74	0.05	0.02	0.02	0.23	0.31	0.35	0.41	0.17	0.29	0.61	0.02	0.06	0.06	0.03	0.02	0.04
2	1.03	1.09	1.06	0.74	0.95	0.19	0.07	0.00	0.19	0.40	0.50	0.58	0.38	0.45	0.61	0.15	0.20	0.20	0.20	0.06	0.20
	0.88	1.11	1.12	0.74	1.00	0.06	0.05	0.00	0.31	0.43	0.58	0.60	0.34	0.50	0.85	0.21	0.37	0.42	0.17	0.06	0.04
3	0.65	0.80	0.90	0.70	0.70	0.07	0.00	0.00	0.10	0.30	0.30	0.42	0.06	0.20	0.60	0.02	0.02	0.07	0.02	0.00	0.02
	0.60	0.85	0.90	0.60	0.70	0.07	0.00	0.02	0.10	0.34	0.40	0.50	0.10	0.20	0.45	0.02	0.02	0.12	0.02	0.00	0.02
4	0.73	0.95	0.88	0.85	0.80	0.00	0.00	0.00	0.18	0.27	0.33	0.46	0.15	0.30	0.63	0.00	0.10	0.10	0.05	0.00	0.05
	0.79	1.00	0.90	0.75	0.70	0.00	0.00	0.00	0.16	0.27	0.40	0.45	0.15	0.27	0.55	0.00	0.06	0.13	0.06	0.00	0.05
5	0.69	1.55	0.51	0.87	0.83	0.01	0.03	0.03	0.18	0.21	0.16	0.30	0.21	0.39	0.72	0.75	0.13	0.01	0.21	0.03	0.05
	0.76	1.10	0.87	0.93	0.41	0.01	0.05	0.02	0.30	0.54	0.20	0.07	0.19	0.01	0.69	0.06	0.11	0.02	0.09	0.03	0.12
6	0.72	0.75	1.59	0.85	0.65	0.07	0.06	0.05	0.35	0.33	0.25	0.52	0.20	0.45	0.75	0.05	0.15	0.05	0.05	0.05	0.05
	0.86	0.90	1.44	0.65	0.65	0.09	0.05	0.05	0.32	0.25	0.38	0.52	0.25	0.38	0.80	0.10	0.10	0.13	0.10	0.05	0.10
7	0.88	1.00	0.85	0.85	0.70	0.00	0.00	0.05	0.15	0.20	0.30	0.40	0.25	0.23	0.63	0.10	0.18	0.25	0.20	0.00	0.18
	0.90	0.85	0.80	0.80	0.80	0.00	0.00	0.05	0.10	0.35	0.30	0.36	0.13	0.25	0.60	0.18	0.20	0.30	0.15	0.00	0.10

outliers rejected and the substituted values when Laboratory 2's results are retained:

Laboratory	Sample	Rejected Value	Substituted Value
2	2	0.19	0.05
2	7	0.42	0.20
2	21	0.85	0.61
6	6	0.65	0.85
6	15	1.59, 1.44	0.922

With Laboratory 2's results omitted, only Laboratory 6's results listed above were rejected.

**X1.4.4 Calculation of Repeatability and Reproducibility**—Repeatability and reproducibility were obtained by fitting curves of the appropriate precision of the results on each sample versus the mean value of each sample. An equation of the form:

$$S = A \bar{x} (1 - e^{-bx}) \tag{X1.1}$$

where:

$S$  = precision,

$\bar{x}$  = sample mean, and

$A$  and  $b$  are constants.

was found to best fit the data. The values of the constants  $A$  and  $b$  were calculated by regression analysis of the linear logarithmic equation:

$$\log S = \log A / \log(1 - e^{-bx}) \tag{X1.2}$$

**X1.4.4.1** The standard deviation for repeatability for each sample was calculated from pair-wise (repeat pairs) variances pooled across the laboratories. The standard deviation for reproducibility was calculated from the variance of the mean values of each pair. This variance is equal to the sum of two variances, the variance  $\sigma_L^2$  due to differences between laboratories and the variance due to repeatability error  $\sigma_r^2$  divided by the number of replicates:

$$\sigma_r^2 = \sigma_r^2/n + \sigma_L^2 (n = 2) \tag{X1.3}$$

Using the data calculated above for each sample, the following values for the constants in Eq X1.1 were obtained:

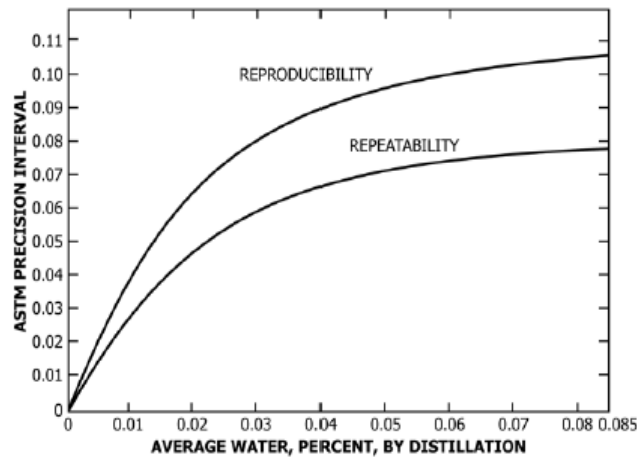


FIG. X1.1 Basic Sediment Water Precision for ASTM Test Method D95 (API MPMS Chapter 10.5) Distillation Method (Based on Seven Laboratories)

	Distillation Test Method 7 Laboratories	
	Repeatability	Reproducibility
Constant	47.41	47.41
b	0.2883	0.0380
A		
	Centrifuge Test Method 6 Laboratories	
	Repeatability	Reproducibility
Constant	11.23	11.23
b	0.0441	0.1043
A		
	5 Laboratories	
	Repeatability	Reproducibility
Constant	17.87	17.87
b	0.0437	0.0658
A		

TABLE X1.12 ASTM Precision Intervals: ASTM D95 (API MPMS Chapter 10.5) (7 Laboratories)

% Water	Repeatability	Reproducibility	% Water
0.000	0.000	0.000	0.000
0.005	0.017	0.023	0.005
0.010	0.030	0.041	0.010
0.015	0.041	0.055	0.015
0.020	0.049	0.066	0.020
0.025	0.056	0.075	0.025
0.030	0.061	0.082	0.030
0.035	0.065	0.087	0.035
0.040	0.068	0.091	0.040
0.045	0.071	0.095	0.045
0.050	0.073	0.097	0.050
0.055	0.074	0.100	0.055
0.060	0.075	0.101	0.060
0.065	0.076	0.103	0.065
0.070	0.077	0.104	0.070
0.075	0.078	0.104	0.075
0.080	0.078	0.105	0.080
0.085	0.079	0.106	0.085
0.090	0.079	0.106	0.090
0.095	0.079	0.106	0.095
0.100	0.079	0.107	0.100
0.105	0.079	0.107	0.105
0.110	0.080	0.107	0.110
0.115	0.080	0.107	0.115
0.120	0.080	0.107	0.120
0.125	0.080	0.107	0.125
0.130	0.080	0.107	0.130

The values of precision calculated by Eq X1.1 were multiplied by 2.828 ( $2 \times \sqrt{2}$ ) to convert them to the ASTM-defined repeatability and reproducibility.

X1.4.4.2 The curves of repeatability and reproducibility for the distillation test method in the range 0 to 0.09 % water are shown in Fig. X1.1. These data are also tabulated in the Table X1.7. The curves for the centrifuge test method in the range 0 % to 0.2 % water are shown in Fig. X1.2 (five-laboratory case) and Fig. X1.3 (six-laboratory case).

X1.4.4.3 For higher levels of water the limiting repeatabilities and reproducibilities are:

Test Method	Repeatability	
	Range of Concentration, %	Value, %
Distillation	≥0.085	0.08
Centrifuge (five-laboratory case)	≥0.155	0.12
Centrifuge (six-laboratory case)	≥0.235	0.12
Test Method	Reproducibility	
	Range of Concentration, %	Value, %
Distillation	≥0.085	0.105
Centrifuge (five-laboratory case)	≥0.325	0.19
Centrifuge (six-laboratory case)	≥0.315	0.29

X1.4.4.4 It should be pointed out that at the lowest water levels, the precision “statements” for some of the analyses do

not permit any pair of results to be considered suspect. This is because the precision interval exceeds twice the mean value. For example, in Fig. X1.1, the repeatability at 0.03 % water is 0.061 %. It is not possible to observe a difference of more than 0.06 and still average 0.03. Thus, a pair of observations of 0.00 and 0.06 are acceptable.

X1.4.4.5 Analyses of variance were performed on the data without regard to any functionality between water level and precision. The following repeatabilities and reproducibilities were found:

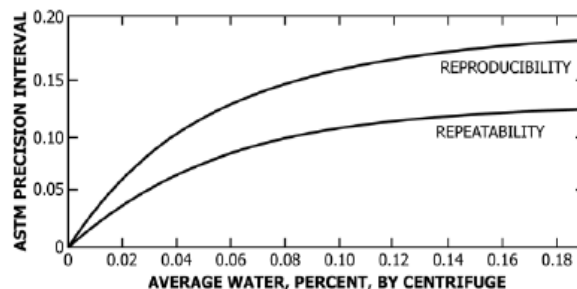


FIG. X1.2 Basic Sediment and Water Precision for ASTM Test Method D1796 (API MPMS Chapter 10.6) Centrifuge Method (Based on Five Laboratories)

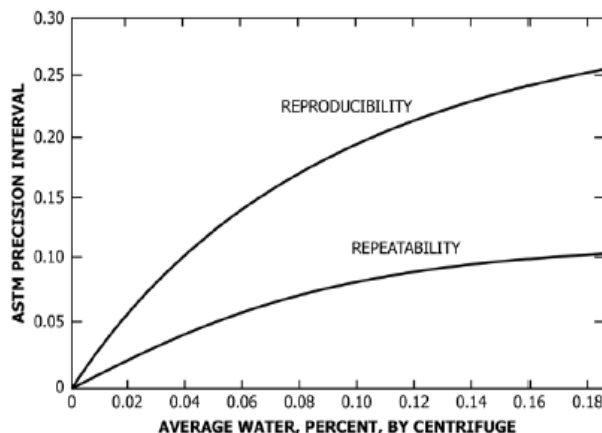


FIG. X1.3 Basic Sediment and Water Precision for ASTM Test Method D1796 (API MPMS Chapter 10.6) Centrifuge Method (Based on Six Laboratories)

Test Method	Repeatability	Reproducibility
Distillation (seven laboratories)	0.08	0.11
Centrifuge (six laboratories)	0.12	0.28

X1.4.4.6 These values are almost exactly the same as the limiting values obtained by curve fitting.

**X1.5 Conclusions and Recommendations**

X1.5.1 Data obtained in seven-laboratory round robin on measurement of basic sediment and water by the distillation test method (Test Method D95 (API MPMS Chapter 10.5)) and the centrifuge test method (Test Method D1796 (API MPMS Chapter 10.6)) in 21 crude oil samples were examined. The conclusions are:

*X1.5.1.1 Distillation Test Method:*

- (1) Precision is related to water content up to about 0.08 % water.
- (2) In the range from 0.01 to 0.08, repeatability varies from 0.020 to 0.078 and reproducibility from 0.041 to 0.105.

- (3) Above 0.1 % water, the repeatability is 0.08 and the reproducibility is 0.11.

*X1.5.1.2 Centrifuge Test Method:*

- (1) Repeatability is related to water content up to about 0.2 % water and reproducibility up to about 0.3 %.
- (2) In the range 0.01 to 0.2, repeatability varies from 0.01 to 0.11 and reproducibility in the range 0.02 to 0.3 from 0.03 to 0.28.

X1.5.2 It is recommended that:

- X1.5.2.1 Precision should be presented as a graph in the range where precision varies with water content.
- X1.5.2.2 Precision should be presented as a statement where the precision is constant.

X1.5.3 In view of what appears to be lower bias and better precision, Test Method D95 (API MPMS Chapter 10.5) should be the specified test method for use in critical situations.



SUMMARY OF CHANGES

Subcommittee D02.02.08 has identified the location of selected changes to this standard since the last issue (D4006 – 11 (2012)<sup>e1</sup>) that may impact the use of this standard. (June 1, 2016.)

(1) Revised subsection 9.1.

*ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.*

*This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.*

*This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org). Permission rights to photocopy the standard may also be secured from the Copyright Clearance Center, 222 Rosewood Drive, Danvers, MA 01923, Tel: (978) 646-2600; <http://www.copyright.com/>*

## ANEXO G

### PROCEDIMIENTO EMPLEADO PARA LA REALIZACIÓN DE PRUEBAS DE BOTELLA

Inicialmente, se deben tener en cuenta los siguientes aspectos:

- Contar con muestras representativa de la emulsión a tratar.
- Disponer de cantidades apropiadas de los agentes demulsificantes.
- Obtener muestras frescas para evitar estabilización de la emulsión por envejecimiento.

El procedimiento para el desarrollo de pruebas de Botella en el caso particular del Fluido Fuera de Especificaciones de la Estación “A” deberá desarrollarse por cada muestra a evaluar en la medida que se realice el procedimiento para la recuperación de crudo como se expone a continuación:

1. Tomar muestra compuesta con fluido fuera de especificaciones del tanque de almacenamiento que contenga el bache de FFE que se desee tratar.
2. Caracterizar la mezcla de crudo preparada (%BS&W, Gravedad API) a fin de definir cual deberá ser el volumen efectivo máximo a separar mediante tratamiento químico.
3. Preparar una serie de botellas graduadas con 100 ml del fluido emulsionado.
4. Ubicar las muestras en baño de maría con temperatura controlada a 185°F durante el desarrollo de la prueba.
5. Dosificar producto o la combinación de productos según recomendaciones técnicas del ingeniero de tratamiento químico (100 – 1000 ppm), asegurándose de mantener una de las botellas sin dosificación de producto químico (blanco o referencia). La **Ecuación 17**, permite determinar el volumen de demulsificante en microlitros para ser agregado en cada una de las muestras durante el desarrollo de la prueba.

**Ecuación 17.** Determinación de volumen de demulsificante.

$$ppm = \frac{\mu L}{L}$$

**Fuente:** elaboración propia.

6. Homogenizar las muestras mediante agitación constante, asegurándose de aplicar como mínimo 200 strokes por muestra a una misma velocidad.
  7. Mantener temperatura de las muestras a 185°F en el Baño María durante la realización de la prueba.
  8. Iniciar seguimiento y evaluación de caída de agua, asegurándose de reportar los valores correspondientes a separación efectiva de agua en términos de volumen en la **Tabla 49**, conforme se estipula en los tiempos tabulados según el formato.
  9. Realizar lecturas THIEF de la calidad de crudo a nivel de Tope e interfase, y centrifugar para evaluar en cada caso el contenido de agua/Emulsión/sedimento.
  10. Al mismo tiempo que se realicen los THIEF para el crudo tratado en la prueba, se deberá registrar en el formato **Tabla 49**, la calidad de agua separada e interface que se visualice en cada Botella analizada.
- Nota:** La prueba podrá darse por terminada al tiempo en que se obtenga la separación máxima de agua y sedimentos de cada muestra según la caracterización realizada inicialmente.
11. Una vez terminada la prueba Identificar el mejor producto demulsificante para la mezcla compuesta, de acuerdo al volumen de agua separada en la muestra con relación al tiempo.
  12. Repetir para la nueva muestra el procedimiento desde el Ítem 4 al número 11.

**Tabla 49.** Formato de registro para el desarrollo de pruebas de botella.

WATER DROP TEST															THIEF	MIXED	Remarks			
Date:	Settling time:	B. S.	With slug	Agitation: Mec																
Field:	API gravity:	H2O	H2O	% Hot																
Co. :	Temperature:	H2O	WATER DROP																	
Est :	TDS of water																			
Wash Water :		Agitation	MAN	200 STK											Time from first agitation					
No	Compound	PPM Compound	Quality	Time from first agitation											Without slug	With slug	Without slug	With slug		
			Water Interf.	10	20	1	2	3	4	5	H2O	B.S.	H2O	H2O	B.S.	H2O				
1																				
2																				
3																				
4																				
5																				
6																				
7																				
8																				
9																				
10																				
11																				
12																				
13																				
14																				
15																				
16																				
17																				
18																				
19																				
20																				

**Fuente:** elaboración propia, con base en Formato de registro Water Drop Test Cepsa Colombia S.A. Puerto Gaitán, Meta. 2019.