

# LABORATOIRE

## **Laboratoire:**

### **1. Introduction:**

Le service contrôle fait partie de la direction exploitation.

Il est composé de cinq laboratoires, dont chacun d'eux est situé dans chaque module de traitement.

Le personnel de chaque laboratoire est composé d'un ingénieur, et chimistes.

### **2. Rôle de laboratoire:**

Le laboratoire de contrôle effectue les analyses des produits finis et des autres produits utilisés lors de traitement du gaz naturel.

Ces analyses sont effectuées pour vérifier la conformité des produits ou spécifications données et détecter les anomalies de fonctionnement de processe pour optimiser les paramètres. Le laboratoire travaille en étroite collaboration avec le service exploita

### **3. Procédure du travail dans le train de traitement de gaz:**

Au niveau de train de traitement de gaz les laborantins suivent les étapes de travail suivantes:

#### **1. Mode opératoire :**

- 1- On raccorde la bouteille ou raccord d'échantillonnage puis, l'ouverture en grande la vanne d'entrée de la bouteille.
- 2- On ouvrir légèrement la première vanne de processe puis très peu la seconde vanne pour permettre au gaz liquéfié de circuler doucement, puis on charge la petite quantité d'échantillon dans la bouteille.(Pour s'assurer de la quantité chargée, mesurer le poids de la bouteille sur une balance).
- 3- On ferme la seconde vanne de processe et la vanne d'entrée de la bouteille, Puis débrancher celle-ci dégager le gaz échantillon pour permettre à la bouteille évacuer l'air.
- 4- On répète les points 1 et 2 de ce mode opératoire cependant remplir la bouteille à 70 -80% de son volume total.
- 5- On ferme toutes les vannes de processe et les vannes de la bouteille, en prêtant attention à la pression restée dans le raccord.

#### **Les analyses :**

A/ les analyse quotidiennes.

B/ les analyses Hebdomadaires.

C/ les analyses mensuelles.

**✚ La sécurité dans le laboratoire:****1/ Généralité:****1-1 Gaz inflammable:**

Les échantillons à analyser et les réactifs qui sont utilisés au cours des analyse de laboratoire dans les industries de pétrole et de gaz naturel sont, à l'exception de quelques exemples, des produits

Inflammables ou toxiques par conséquent, les opérateurs doivent connaître les propriétés des échantillons et des réactifs qu'il manipule, les modes opératoires généraux de manipulation sont indiqués dans les lignes qui suivent :

L'hydrogène gazeux s'accumule à la partie supérieure des salles, et par conséquent la ventilation doit être effectuée à partir des plafonds. Les gaz se dégageant des chromatographes en phase gazeuse doivent être chassés à l'extérieur au moyen d'une conduite convenable. En cas de fuites à l'intérieur, supprimer toute source d'ignition et ventiler complètement.

Le GPL s'accumule à la partie basse des salles et s'évacué par les caniveaux car sa densité est supérieure à la celle de l'air. Par conséquent, la ventilation doit être effectué du plancher.

**2-1 Liquide inflammable et substances toxiques:**

En cas général, les produits pétroliers et les solvants organiques s'enflamment aisément et par conséquent, ils doivent être isolés de toutes sources d'ignition. (Les condensât, les alcools, les éthers.....).

Le port de gant en caoutchouc et de et de lunettes de protection sont recommandés lorsque l'on manipule des matériaux qui risquent d'empoisonner où d'enflammer l'or qu'ils viennent au contact de la peau.

**3-1 Substances acides et basiques:**

Il est nécessaire de porter des lunettes de protection lorsque l'on manipule des substances acides ou basiques. Une basse ou un acide en solution déci normale est suffisant pour créer un accident lorsqu'il pénètre dans les yeux. Pour pipeter de telle solution, ne jamais aspirer directement mais utiliser une poire en caoutchouc.

**4-1 Manipulation des appareils en verre et de verrier :**

Dans les laboratoires, les accidents provoqués par le verre sont fréquents, et par conséquent, toujours vérifier si les appareils en verre ne présentent pas de fissures ou ne

sont pas cassés avant de les utiliser. Lorsque l'on travaille à la coupe de verre ou des tubes, toujours porter des gants en caoutchouc ou en coton épais.

### **+ Activités principales:**

#### **+ 1-CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE :**

**Norme :** voir tableau de spécifications.

**Objet :** cette méthode permet la détermination complète de la composition d'un gaz naturel, la composition du gaz à analyser est comparée à celle d'un gaz standard analysé dans les mêmes conditions et dont la composition est connue.

Les composants du gaz naturel sont physiquement séparés par chromatographie en phase gazeuse (CPG).



Photo d'un chromatographe HP assisté par ordinateur

#### **Sommaire de la méthode :**

C'est une méthode de séparation basée sur la migration différentielle des constituants d'un mélange à analyser.

Cette méthode nécessite une phase mobile et une phase stationnaire.

**a-Phase mobile :**

La phase mobile ou gaz vecteur (He, H<sub>2</sub> et N<sub>2</sub>) sert à transporter l'échantillon le long du chromatographe à savoir :

- Vanne d'injection
- Colonne remplie ou capillaire
  - Détecteur TCD ou FID

**b- Phase stationnaire :**

La phase stationnaire liquide (huile de silicone DC-200 et DC-500) imbibée sur Un support (Chromosorb PAW) et garnie dans une colonne remplie ou sous film Dans une colonne capillaire.

**c- Système d'injection :**

Il s'agit d'une vanne d'injection à voies multiples (dans notre cas 6 voies). La température de l'injecteur doit dépasser celle de la colonne de 30°C au moins.

Avant d'injecter le GPL, Propane et Butane (échantillons composés de deux Phases ; gaz et liquide) il faut transformer la phase liquide en phase gazeuse grâce A un bain marie (température du bain  $\approx 70^{\circ}\text{C}$ ).

**d-Four :**

Bain d'air chauffé par une résistance électrique régulée par un thermostat et homogénéisé par ventilateur.

Le four travaille de deux façons :

- Isotherme : la température est constante le long de toute l'analyse
- Programmée : la température varie de 1°C/mn à 20°C/mn dans une plage de temps bien définie au cours de l'analyse.

**e-Colonne :**

La partie la plus délicate en chromatographie est la colonne, elle mesure 9 à 12 m de longueur et 5 mm de diamètre.

Le rôle de la colonne est de séparer les constituants du mélange gazeux, la séparation se fait grâce au partage des constituants entre la phase stationnaire et la phase mobile selon l'affinité de chaque constituant, c'est pour cette raison que l'on parle de chromatographie de partition.

**f-Détecteur :**

La détection est basée sur la différence des propriétés physico-chimiques des constituants du mélange gazeux.

Le rôle du détecteur sert à identifier qualitativement et quantitativement les constituants séparés par la colonne.

Le détecteur utilisé est le TCD (détecteur à conductivité thermique) basé sur le principe du pont de Winston à cataromètre.

**g-Intégrateur enregistreur :**

L'intégrateur enregistreur est un instrument supplémentaire du chromatographe, il exploite le signal transmis par le détecteur et calcule la surface intégrée de chaque constituant voir même la composition molaire du mélange gazeux.

**h-Objectif de la chromatographie :**

-Analyse qualitative : c'est l'identification des constituants qui se base sur le temps de rétention qui est spécifique pour chaque constituant.

-Analyse quantitative : c'est la quantification des constituants qui se base sur La surface du pic de chaque constituant.

**A/ Détermination de l'eau dans les produits pétroliers (Liquide et Gaz):****AMPEROMETRIE (APPAREIL KARL FISHER)**

Cette méthode couvre la détermination de la teneur en eau les produits pétroliers (liquide et gaz) pour les teneurs comprises entre 1 ppm et 5,0% en poids.

**a) Résumé de la méthode:**

Dans cette méthode combinant la coulométrie au titrage par la méthode Karl Fisher, l'échantillon est mélangé avec une solution pyridine méthanol contenant un excès D'ion (I) et du SO<sub>2</sub>, l'iode produit à l'anode par électrolyse réagit avec l'eau. Dans ce cas, l'iode est produit directement en proportion à la quantité d'électricité suivant la loi de faraday:



Par ailleurs, comme le montre l'équation suivante, il existe une relation stœchiométrique dans la réaction entre une molécule d'eau et une molécule d'iode, telle que 10.71 coulombs équivalent à 1 mg d'eau.



En appliquant ce principe, il est possible de déterminer la quantité d'eau en mg H<sub>2</sub>O directement à partir de la quantité d'électricité produite par l'électrolyse.

**b) Appareillage:**

- électrolyseur et cellule d'électrolyse.
- Seringue d'injection d'échantillon.
- Entonnoir.
- Bouchon en caoutchouc silicone

**c) Réactifs:**

- Solution génératrice ou solution anodique appelée aquamicron A.
- Solution de cathode, ou aquamicron C (Solution cathodique).
- Solution de contrôle, ou solution de régénération de l'aquamicron A (méthanol).
- Graisse.
- Silicagel

**d) Mode opératoire:**

A. On mettre l'appareil en service et laisser stabiliser, tout en ajustant la vitesse d'agitation de façon que la solution ne fasse pas d'éclaboussures dans la cuve d'électrolyse.

B. détermine le blanc de l'appareille, et raccorder le système d'injection de l'échantillon à la cellule de titrage

C. On fait circuler doucement l'échantillon gazeux à travers la cellule (volume de l'échantillon à introduire, température, valeur de blanc de l'appareil). Puis à l'aide du système de robinet injecter le volume nécessaire de l'échantillon.

D. l'Appareil suit automatiquement l'électrolyse, et indique la valeur du courant de blanc de l'appareil, ainsi en micro grammes (N.B :  $H_2O$  (p.p.m)=  $X_{(\mu g)} \times 1,24(1+T/273)$ ).

**B/ Détermination de la teneur en vapeur d'eau dans les combustibles gazeux par mesure du point de Rosée hydrocarbure:**



b) **Définition des termes:** le point de Rosée de l'eau dans les combustibles gazeux est la température à laquelle le gaz saturé de vapeur d'eau à la pression du moment.

**c) Appareillage:**

1-Appareil de mesure du point de rosée: utiliser l'appareille du point de rosée du service des mines.

2-Thermomètre.

3-Récepteur réfrigérant.

4-Réactif: réfrigérant convenable pour obtenir la température voulue

**d) Mode opératoire:**

- a- prélever un échantillon représentatif du gaz à analyser.
  - b- Introduire le gaz directement dans l'appareil de détermination du point de Rosée au moyen d'un tube convenable.
  - c- Introduire l'échantillon gazeux par la vanne.
  - d. le gaz réfrigérant liquéfié est introduit dans l'enceinte réfrigérant  
En ouvrant momentanément.
  - e- noter la température lorsque de la rosée est déposée sur le miroir d'impact.
- e) **calcul et rapport:** Apparaître et disparaître de la rosée est considéré comme le point de Rosée.

**2/Analyse du GPL par CPG:**

L'analyse chromatographique de GPL, s'effectue de la même façon que celle du gaz sec sauf ici :

L'échantillon est préchauffé à travers un capillaire dans un bain d'eau à 80C° et aussi pour l'analyse quantitative du GPL les facteurs de correction sont déterminés à partir d'un GPL standard.

1. La composition déterminée par GPL et utilisée pour calculer certaines propriétés physiques du GPL comme la densité

**3/ Détermination de la densité des condensât par la méthode à hydromètre :****A. Etendu de la méthode :**

Cette méthode couvre les déterminations au laboratoire, au moyen d'un hydromètre en verre, de la densité du pétrole brut et des produits pétroliers , normalement manipulent à l'état liquide et ayant une tension de vapeur REID (T.V.R) de 1.8 kg/cm<sup>2</sup> ou moins. Des valeurs sont mesurées à une température convenable (12-18C°) et les lectures de la densité sont ramenées à 15/4 C°.

**B. Mode opératoire :**

- A. On règle la température de l'échantillon à 15 C° ou approchant.
- B. On transfère l'échantillon dans une éprouvette propre sans l'éclaboussure pour éviter la formation de bulles d'air.
- C. L'agitation de l'échantillon avec un thermomètre puis on lit température à 0.1.
- D. Faire descendre lentement un hydromètre propre de l'échantillon.

E. On donne une petite pousse sur l'hydromètre et le laisser remonter jusqu'à ce qu'il repose et flotte librement à l'écart des parois de l'éprouvette.

F. On estime la lecture de l'hydromètre à 0.0001.

**D. Calcul et rapport :**

Les valeurs obtenues au point 4 seront traduites en valeur à 15/4 C° suivant le tableau prescrite.

**T.V.R de condensât :**

La tension de vapeur REID est le point d'équilibre entre les deux phases vapeur/liquide à l'aide de déséquilibre de température.

**Tension de vapeur Reid (T.V.R)**



**A. Mode opératoire :**

-On remplit la chambre d'échantillon avec le condensât refroidit entre (0-4 C°) pour perdre pas les vapeurs dégagé par le condensât, on la connecte à la chambre d'air, puis on plonge l'appareil dans un bain thermostatique à 37.8 C°, puis on agite périodiquement jusqu'à ce que la pression se stabilise, l'ors que la chambre d'air est à une température déterminée (37.8 C°), enregistre la lecture du manomètre comme une T.V.R (kg/cm<sup>2</sup>).

**✚ 4 / Analyse de glycol :****A-Méthode de détermination de pH de l'éthylène glycol:**

Cette méthode couvre la détermination de pH de l'éthylène glycol.

Le pH c'est le potentiel hydrogène d'une solution aqueuse (eau, glycol) pour la méthode de pH-mètre.

**PH-METRE :****A. Appareillage:**

PH-mètre est constitué de deux électrodes, la première de référence et la seconde de verre d'analyse.

**B. Mode opératoire:**

a- On verse 150 ml de l'échantillon dans un bêcher gradué, on ajoute 150 ml d'eau, avec l'agitation périodiquement de bêcher; la température finale doit être de  $20 \pm 0,2$  C°.

**✚ 5 / Analyses des eaux:**

Les analyse des eaux sont effectuées au laboratoire du Module (0) par la méthode titrimétrie pour cela on prélevé des échantillons des eaux de chaque collecteur E<sub>4</sub>, E<sub>5</sub>, W<sub>7</sub>, ainsi que les fonds des ballons V12<sub>(A)</sub>, V12<sub>(B)</sub> et V12<sub>(C)</sub>, pour déterminer les caractéristiques suivantes et permettre un bon suivi de l'injection des inhibiteurs de corrosion.

**A/ Détermination du pH:**

On procède avec le même appareillage que celui de l'MEG et avec un mode opératoire spécifique, détaillé ci-dessus.

**▪ Mode opératoire**

On prélève de l'échantillon quelque ml qu'on verse dans un bêcher, avec l'agitation, on attend la stabilisation de la valeur du pH qui est inscrite sur l'écran. Lors de chaque analyse de pH, on rince les électrodes dans l'eau distillée pour donner un bon contact entre les électrodes et la solution à analyser.

On prélève de l'échantillon quelque ml qu'on verse dans un bêcher, avec l'agitation, on attend la stabilisation de la valeur du pH qui est inscrite sur l'écran. Lors de chaque analyse de pH, on rince les électrodes dans l'eau distillée pour donner un bon contact entre les électrodes et la solution à analyser.

**B/ Détermination de la salinité (Na cl) dans l'eau:**

C'est la concentration de Na cl dans l'eau.

**DOSAGE VOLUMETRIQUE****a) Les réactifs:**

Eau distillée

Nitrate d'argent  $\text{AgNO}_3$  0,1N

Chromate de potassium  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  5%

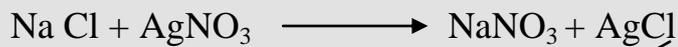
**b) Mode opératoire**

A. l'aide d'une pipette de 10 ml On mesure le volume d'eau à étudier que l'on verse dans un bêcher.

B. On complète à 50 ml l'aide de l'eau distillée.

C. L'agitation 2 à 4 gouttes de solution de  $K_2CrO_4$  à 5%.

Bien mélanger et le titrage au moyen d'une solution de  $AgNO_3$  0,1 N jusqu'au virage du jaune au brun au claire.



c) **Calcul :**

$$\text{Teneur en sel en (mg/l)} = V_1 \times 58,5 \times 0,1 / V_{2(\text{ech})}$$

V1: volume verse de  $AgNO_3$

V2: volume de la prise d'échantillon.

### **C/ Détermination de la teneur en fer dans l'eau par titration avec la solution E.D.T.A. (éthyle diamine tétra acétique) 0,02 g/ml:**

#### **1. Les réactifs:**

Acide nitrique  $HNO_3$  Conc.

Acide Sulfosalicylique  $C_7H_6O_6S$  1%

Acétate de sodium  $CH_3COONa$  1%

Persulfate d'ammonium

E.D.T.A  $C_{10}H_{16}N_2O_8$  0,02 g/ml

#### **2. Mode opératoire:**

A. Mettre en volume de 25 ml d'échantillon dans un bêcher de 100 ml.

B. On Ajoute 2 à 3 ml d'acide nitrique concentrée ( $HNO_3$ ) pour oxyder les sels Fe (II) en Fe (III), On chauffe sur la plaque chauffante, travailler sous la hotte.

C. Après refroidissement, on prélève 10ml d'échantillon, et on ajoute 20ml d'eau distillée en plus, quelques gouttes d'acide sulfosalicylique comme indicateur colorée,

D. On ajoute 2 à 3 ml d'acétate de sodium pour maintenir le pH entre 2 et 3, en fin on ajoute quelques cristaux de persulfate d'ammonium comme catalyseur,

E. Titrer avec la solution E.D.T.A 0,02 g/ml jusqu' virage du pourpre au jaune très clair, lire exactement le volume verse.

#### **3. Calcul:**

$$\text{Teneur en fer en (mg/l)} = (V_{E.D.T.A} \times N_{E.D.T.A} \times M_{Fe}) / V_{ech}$$

V: Volume E.D.T.A verse.

**6/ Analyse de pétrole brut :**

Le pétrole brut qui provient de CTH (Centre de traitement de l'huile) CTH<sub>(1,2,3,4)</sub> et sud, et analysé uniquement au laboratoire du Module (0), les analyses permettent de déterminer les caractéristiques :

**A/ la Salinité :****1/ Mode opératoire :**

- A. On mélange une quantité d'eau distillée chauffée avec une même quantité de brut et on agite le mélange.
- B. On prélève 10ml de la phase lourde (aqueuse), on ajoute un indicateur coloré  $K_2CrO_4$
- C. On titre avec le  $AgNO_3$  (exactement comme le titrage de la salinité de l'eau). jusqu'au virage du jaune au brun au clair.

**2/ Calcul:**

$$\text{Teneur en sel en (mg/l)} = V_1 \times 58,5 \times 0,1 / V_2(\text{ech})$$

V1: volume versé de  $AgNO_3$

V2: volume de la prise d'échantillon.

**B/ La densité :**

Pour mesurer la densité du brut on remplit une éprouvette d'échantillon dans laquelle on plonge un densimètre et le thermomètre puis on lit la valeur de la densité et la température. Pour cette opération on utilise deux densimètres l'un pour les huiles légères (0,750-0,800) comme le CTH<sub>4</sub> et l'autre pour les huiles lourdes (0,800-0,850). Puis on corrige la densité finale (15/4 °C), en utilisant une table de corrélation qui se trouve au niveau de laboratoire

**C/ Le B.S.W: (Bottom sediment waters)**

C'est la détermination de la quantité du résidu ainsi que la quantité d'eau refermée dans l'échantillon (%) on détermine le B.S.W à l'aide d'une centrifugeuse.

**7/ LA VISCOSITE CINEMATIQUE**

**Norme :** D445

**Objectif :**

La présente analyse a pour objectif de décrire une méthode normalisée pour mesurer la viscosité cinématique des produits liquides.

**Définition :**

La viscosité d'un liquide caractérise la résistance qu'opposent les molécules de ce dernier à une force tendant à les déplacer par glissement les unes contre les autres au sein de ce liquide.

La viscosité cinématique est exprimée en stokes (St), avec un sous-multiple très employé est le centistokes (cSt) ou mm<sup>2</sup>/seconde (1 cSt = 1 mm<sup>2</sup>/S)

NB : Viscosité (cps) = Densité (20°C) \*Viscosité (cst)

**Appareillage :**

- Un bain viscosimétrique Thermostaté.
- Des viscosimètres Ubbelohde à différentes constantes.



**Viscosimètre Ubbelhoud****Mode opératoire :**

- Régler la température du bain à 40°C et attendre la stabilisation.
- Remplir le viscosimètre entre les deux repères puis le plonger dans le bain.
- Avant de commencer l'analyse, attendre que la température de l'échantillon atteigne la température de bain.
- Brancher les tubes connectés sur la pompe à vide au tube viscosimétrique.
- La pompe à vide aspire le liquide dans le tube capillaire jusqu'au remplissage, laisser le liquide descendre par gravité à travers le capillaire.
- A l'aide d'un chronomètre mesurer le temps de passage du- liquide entre les deux repères fixés sur le tube.
- La viscosité du liquide est donnée par le produit de la constante du capillaire et le temps exprimé en secondes.

**Expression des résultats**

Le résultat de l'analyse est une cst