

NORME ISO
INTERNATIONALE 13503-3

Deuxième édition
2022-04

**Industries du pétrole et du gaz
naturel — Fluides de complétion et
matériaux —**

**Partie 3:
Essais de saumures denses**

*Petroleum and natural gas industries — Completion fluids and
materials —
Part 3: Testing of heavy brines*

[ISO 13503-3:2022](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7488832d-12dc-41e3-bc2e-dd20bd27b739/iso-13503-3-2022)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7488832d-12dc-41e3-bc2e-dd20bd27b739/iso-13503-3-2022>



Numéro de référence
ISO 13503-3:2022(F)

© ISO 2022

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13503-3:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7488832d-12dc-41e3-bc2e-dd20bd27b739/iso-13503-3-2022>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2022

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Compléments à l'API RP 13J, 5^e édition (2014)	2
4.1 Généralités	2
4.2 Méthode de détermination de la teneur en fer	2
4.3 Méthode de détermination des concentrations de carbonate et de bicarbonate	2
4.3.1 Généralités	2
4.3.2 Détermination de la concentration de carbonate par titrage dans l'échantillon de titrage	2
4.3.3 Calcul de la fraction de carbonate dans l'échantillon de titrage	3
4.3.4 Calcul de la concentration de bicarbonate dans l'échantillon de titrage	5
4.3.5 Calcul de la concentration totale de carbonate et de bicarbonate	5
4.3.6 Calcul des concentrations de carbonate et de bicarbonate dans l'échantillon d'origine (avant ajustement du pH)	5
4.4 Méthode de détermination de la température de cristallisation	7
4.4.1 Généralités	7
4.4.2 Application et mode opératoire	7
4.4.3 Préparation des substances d'ensemencement	7
4.4.4 Sélection des substances d'ensemencement	8
4.4.5 Détermination de la CT approximative	11
4.4.6 Détermination de la CT exacte	12
4.5 Méthode de mesure du pH des saumures de formiate	15

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7488832d-12dc-41e3-bc2e-dd20bd27b739/iso-13503-3-2022>

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 67, *Matériel, équipement et structures en mer pour les industries pétrolière, pétrochimique et du gaz naturel*, sous-comité SC 3, *Fluides de forage et de complétion, et ciments à puits*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 12, *Matériel, équipement et structures en mer pour les industries du pétrole, de la pétrochimie et du gaz naturel*, du Comité européen de normalisation (CEN) conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO13503-3:2005), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Le présent document complète l'API RP 13J, 5^e édition (2014).

Les exigences techniques du présent document et de l'API RP 13J étaient jusqu'à présent identiques. Entre temps, l'API RP 13J a subi une révision technique donnant lieu à l'API RP 13J, 5^e édition (2014). La présente édition de l'ISO 13503 a pour objet sa mise à jour en faisant référence à la nouvelle édition de l'API RP 13J en vigueur et en incluant des contenus supplémentaires.

Les principales modifications sont les suivantes:

- la méthode de mesure de la température de cristallisation des saumures de formiate est décrite dans le présent document et diffère de la méthode décrite dans l'API RP 13J, 5^e édition (2014) en raison de la nature spécifique des saumures de formiate;
- la méthode de mesure du pH dans les saumures de formiate est décrite dans le présent document et diffère de la méthode décrite dans l'API RP 13J, 5^e édition (2014), car la méthode recommandée par l'API n'est pas adaptée aux saumures de formiate;

- la méthode de détermination des concentrations de carbonate et de bicarbonate dans les saumures de formiate est décrite dans le présent document et diffère de la méthode de la capacité tampon de l'API RP 13J, 5^e édition (2014), car la méthode recommandée par l'API n'est pas adaptée aux saumures de formiate.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 13503 se trouve sur le site web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 13503-3:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7488832d-12dc-41e3-bc2e-dd20bd27b739/iso-13503-3-2022>

Introduction

La température de cristallisation est une propriété importante des fluides de construction de puits et d'intervention utilisés par temps froid et/ou sous haute pression. L'API RP 13J, 5^e édition (2014) définit la température de cristallisation d'une saumure comme la température à laquelle des cristaux apparaissent dans une solution de saumure d'une masse volumique donnée lorsque celle-ci est refroidie. La définition de la température de cristallisation d'une saumure fournie par l'API RP 13J, 5^e édition (2014) ne convient pas aux saumures de formiate en raison de la surfusion prééminente et des cristaux de formiate de potassium en phase métastable qui peuvent se former à des températures bien inférieures à la température de cristallisation des cristaux de formiate de potassium stables.

Les saumures de formiate, en particulier les saumures de formiate de potassium et de césium et leurs mélanges, se comportent très différemment de la plupart des autres saumures en raison de forts effets cinétiques qui compliquent les mesures de la température de cristallisation. Les facteurs suivants compliquent les mesures de la température de cristallisation dans les saumures de formiate:

- les températures de cristallisation peuvent être très basses et peuvent être inférieures à la capacité de refroidissement de l'équipement de mesure;
- une quantité importante de surfusion;
- existence de cristaux de formiate de potassium métastables qui se forment dans les saumures de formiate riches en potassium.

L'API RP 13J, 5^e édition (2014) recommande de mesurer le pH d'une saumure concentrée sur un échantillon pur, bien que de nombreuses raisons indiquent que cette approche est erronée, notamment le fait que les formules de Debye-Hückel et des tampons (étalons) de pH sont bien en dehors de sa plage de validité. Cela entraîne des résultats de pH incohérents, ambigus et dénués de sens. La dilution d'un échantillon de saumure avant une mesure de pH élimine ces problèmes.

L'API RP 13J, 5^e édition (2014) recommande de mesurer la capacité tampon d'une saumure concentrée par un titrage standard au carbonate afin de mesurer la capacité tampon combinée du carbonate et de l'hydroxyde, suivi d'un titrage à un «pH cible» de 7,5 sélectionné de manière aléatoire (mesuré dans la saumure non diluée). En choisissant un pH cible aussi bas (correspondant à un pH d'environ 6 dans une saumure diluée), le point final du second titrage se trouve dans la partie de la courbe de titrage masquée par l'équilibre formiate/acide formique et ne convient pas pour déterminer la concentration de bicarbonate, ce qui se traduit par des résultats incohérents et ambigus concernant la concentration de bicarbonate. Ces problèmes peuvent être éliminés en utilisant une méthode combinant une mesure du pH, un éventuel ajustement du pH et un titrage à la phénolphthaléine. Les concentrations de carbonate/bicarbonate sont calculées à partir de ces données.

Industries du pétrole et du gaz naturel — Fluides de complétion et matériaux —

Partie 3: Essais de saumures denses

1 Domaine d'application

Le présent document couvre les propriétés physiques, les contaminants potentiels et les procédures d'essai des fluides de saumure dense fabriqués pour être utilisés comme fluides de forage, de complétion et de reconditionnement des puits de gaz et de pétrole.

Le présent document complète l'API RP 13J, 5^e édition (2014), dont les exigences sont applicables sauf exception spécifiée dans le présent document.

Le présent document décrit des méthodes de détermination du pH des saumures de formiate, des concentrations de carbonate/bicarbonate et de la température de cristallisation à la pression ambiante plus adaptées que celles fournies par l'API RP 13J, 5^e édition (2014).

Le présent document est destiné aux fabricants, aux sociétés de service et aux utilisateurs finaux de saumures denses.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

API RP 13J, 5^e édition (2014), *Testing of heavy brines*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et les définitions de l'API RP 13J, 5^e édition (2014) ainsi que les suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>

3.1 température de cristallisation CT

température à laquelle les cristaux et le liquide existent en équilibre stable

Note 1 à l'article: Cette définition prévaut sur la description de la température de cristallisation dans l'API RP 13J, 5^e édition (2014), 7.1.3.

4 Compléments à l'API RP 13J, 5^e édition (2014)

4.1 Généralités

Les exigences de l'API RP 13J, 5^e édition (2014) doivent s'appliquer, avec les exceptions spécifiées de [4.2](#) à [4.5](#).

4.2 Méthode de détermination de la teneur en fer

Les exigences de l'Article 11 de l'API RP 13J, 5^e édition (2014) doivent s'appliquer avec l'exception suivante:

La méthode de détermination de la teneur en fer ne doit pas être utilisée sur les saumures de formiate.

4.3 Méthode de détermination des concentrations de carbonate et de bicarbonate

4.3.1 Généralités

Les exigences de l'Article 13 de l'API RP 13J, 5^e édition (2014) doivent s'appliquer avec les exceptions suivantes:

- la méthode de détermination de la capacité tampon ne doit pas être utilisée avec les saumures de formiate;
- la méthode de détermination des concentrations de carbonate et de bicarbonate décrite de [4.3.2](#) à [4.3.6](#) doit être appliquée.

Les concentrations de carbonate et de bicarbonate peuvent être mesurées dans toutes les saumures de formiate mono-sel et mélangées:

- saumure de formiate de sodium;
- saumure de formiate de potassium;
- saumure de formiate de césium;
- mélanges de saumure de formiate de sodium/potassium;
- mélanges de saumures de formiate de potassium/césium.

4.3.2 Détermination de la concentration de carbonate par titrage dans l'échantillon de titrage

Les étapes suivantes doivent être exécutées:

- a) si l'échantillon est contaminé par des solides, il doit être filtré à l'aide d'un filtre-presse API et d'azote gazeux. Le CO₂ gazeux ne doit pas être utilisé;
- b) l'échantillon doit être dilué avec 9 volumes d'eau déionisée. Il est recommandé d'utiliser 5 ml de saumure et 45 ml d'eau déionisée;
- c) le pH de l'échantillon de saumure dilué (échantillon original) doit être mesuré avec une électrode en verre étalonnée, puis enregistré;
- d) si le pH mesuré n'est pas compris entre 9,5 et 11,0, il doit être ajusté entre 10,0 et 10,5 avec un acide fort (HCl, HNO₃ ou H₂SO₄) ou une base forte (NaOH ou KOH). S'il est compris entre 9,5 et 11,0, mais en dehors de la plage de 10,0 à 10,5, il est recommandé de l'ajuster à la plage de 10,0 à 10,5 à l'aide d'un acide fort (HCl, HNO₃ ou H₂SO₄) ou d'une base forte (NaOH ou KOH);
- e) l'échantillon, appelé échantillon de titrage, doit être titré jusqu'à pH = 8,2 à l'aide de HCl, HNO₃ ou H₂SO₄ (0,2 N est la concentration la plus adaptée pour les saumures de formiate utilisées sur

le terrain). On l'obtient en ajoutant goutte à goutte une solution acide et en enregistrant le volume ajouté et le pH de l'échantillon;

- f) lorsque le pH de l'échantillon atteint 8,2, le volume d'acide utilisé doit être enregistré (V_{acide}). La concentration de carbonate dans l'échantillon de titrage doit être calculée à l'aide de la [Formule \(1\)](#):

$$[\text{CO}_3^{2-}]_{\text{titr}} = C_{\text{acide}} \times V_{\text{acide}} / V_{\text{saumure}} \quad (1)$$

où

$[\text{CO}_3^{2-}]_{\text{titr}}$ est la concentration de carbonate, en mol/l, dans l'échantillon de titrage;

C_{acide} est la concentration de HCl, HNO₃ ou H₂SO₄, en N, utilisée pour le titrage;

V_{acide} est le volume de HCl, HNO₃ ou H₂SO₄, en ml, utilisé pour le titrage;

V_{saumure} est le volume de saumure, en ml, avant dilution.

4.3.3 Calcul de la fraction de carbonate dans l'échantillon de titrage

4.3.3.1 Généralités

La fraction de carbonate dans l'échantillon de titrage doit être calculée. Le calcul dépend du type de saumure de formiate.

4.3.3.2 Saumures de formiate mono-sel

La fraction de carbonate doit être calculée à l'aide de la [Formule \(2\)](#):

$$f_{\text{carb}}(\text{pH}) = e^{[a+(b \times \ln(\text{pH})+c)/\text{pH}^2]} \quad (2)$$

où $f_{\text{carb}}(\text{pH})$ est la fraction molaire du tampon qui est un carbonate en fonction du pH.

Tableau 1 — Paramètres a, b et c de la [Formule \(2\)](#) pour les saumures de formiate de sodium, de potassium et de césium

Type de saumure	a	b	c	Page de validité du pH
formiate de sodium	-2,36	12,22	-23 029	8,20 à 11,48
formiate de potassium	-12,29	3 383	-6 638	
formiate de césium	-12,55	3 496	-6 881	

4.3.3.3 Mélange de formiate Na/K

Les étapes suivantes doivent être suivies:

- a) la fraction de carbonate doit être calculée à l'aide de la [Formule \(3\)](#):

$$f_{\text{carb}}(\text{pH}) = \varphi_{\text{NaHCOO}} \times f_{\text{carb}}(\text{NaHCOO})(\text{pH}) + \varphi_{\text{KHCOO}} \times f_{\text{carb}}(\text{KHCOO})(\text{pH}) \quad (3)$$

où

$f_{\text{carb}}(\text{NaHCOO})(\text{pH})$ est la fraction molaire du carbonate dans la saumure de formiate de Na, calculée à l'aide de la [Formule \(2\)](#);

$f_{\text{carb}(\text{KHCO}_3)}$ (pH) est la fraction molaire du carbonate dans la saumure de formiate de K, calculée à l'aide de la [Formule \(2\)](#);

φ_{NaHCO_3} est la fraction volumique de saumure de formiate de Na (1,30 g/cm³/10,9 lb/gal) dans le mélange de saumure;

φ_{KHCO_3} est la fraction volumique de saumure de formiate de K (1,57 g/cm³/13,1 lb/gal) dans le mélange de saumure;

b) si les fractions volumiques des saumures de formiate de Na et de formiate de K sont inconnues, elles doivent être estimées en fonction de la masse volumique de la saumure mélangée à l'aide de la [Formule \(4\)](#) et de la [Formule \(5\)](#) [ou de la [Formule \(6\)](#) et de la [Formule \(7\)](#) si l'on utilise des unités de terrain], à condition que la saumure ne soit pas fortement diluée avec de l'eau.

— Unité métrique:

$$\varphi_{\text{NaHCO}_3} = \frac{1,57 - d}{0,27} \quad (4)$$

$$\varphi_{\text{KHCO}_3} = \frac{d - 1,30}{0,27} \quad (5)$$

où d est la masse volumique du mélange, en g/cm³ ou en gravité spécifique.

— Unité de terrain:

$$\varphi_{\text{NaHCO}_3} = \frac{13,1 - d}{2,2} \quad (6)$$

$$\varphi_{\text{KHCO}_3} = \frac{d - 10,9}{2,2} \quad (7)$$

où d est la masse volumique du mélange, en lb/gal.

4.3.3.4 Mélange de formiate Cs/K

Les étapes suivantes doivent être suivies:

a) la fraction de carbonate doit être calculée à l'aide de la [Formule \(8\)](#):

$$f_{\text{carb}}(\text{pH}) = \varphi_{\text{CsHCO}_3} \times f_{\text{carb}(\text{CsHCO}_3)}(\text{pH}) + \varphi_{\text{KHCO}_3} \times f_{\text{carb}(\text{KHCO}_3)}(\text{pH}) \quad (8)$$

où

$f_{\text{carb}(\text{CsHCO}_3)}$ (pH) est la fraction molaire du carbonate dans la saumure de formiate de Cs, calculée à l'aide de la [Formule \(2\)](#);

$f_{\text{carb}(\text{KHCO}_3)}$ (pH) est la fraction molaire du carbonate dans la saumure de formiate de K, calculée à l'aide de la [Formule \(2\)](#);

φ_{CsHCO_3} est la fraction volumique de saumure de formiate de Cs (2,20 g/cm³/18,4 lb/gal) dans le mélange de saumure;

φ_{KHCO_3} est la fraction volumique de saumure de formiate de K (1,57 g/cm³/13,1 lb/gal) dans le mélange de saumure;

b) si les fractions volumiques des saumures de formiate de Cs et de formiate de K sont inconnues, elles doivent être estimées en fonction de la masse volumique de la saumure mélangée à l'aide de

la [Formule \(9\)](#) et de la [Formule \(10\)](#) [ou de la [Formule \(11\)](#) et de la [Formule \(12\)](#) si l'on utilise des unités de terrain], à condition que la saumure ne soit pas fortement diluée avec de l'eau.

— Unité métrique:

$$\varphi_{\text{KHCO}_3} = \frac{2,20-d}{0,63} \quad (9)$$

$$\varphi_{\text{CsHCO}_3} = \frac{d-1,57}{0,63} \quad (10)$$

où d est la masse volumique du mélange, en g/cm^3 ou en gravité spécifique.

— Unité de terrain:

$$\varphi_{\text{KHCO}_3} = \frac{18,4-d}{5,3} \quad (11)$$

$$\varphi_{\text{CsHCO}_3} = \frac{d-13,1}{5,3} \quad (12)$$

où d est la masse volumique du mélange, en lb/gal .

4.3.4 Calcul de la concentration de bicarbonate dans l'échantillon de titrage

La concentration de bicarbonate dans l'échantillon de titrage doit être calculée à l'aide de la [Formule \(13\)](#):

$$[\text{HCO}_3^-]_{\text{titr}} = [\text{CO}_3^{2-}]_{\text{titr}} \frac{1-f_{\text{carb}}(\text{pH})}{f_{\text{carb}}(\text{pH})} \quad (13)$$

où

$[\text{HCO}_3^-]_{\text{titr}}$ est la concentration de bicarbonate, en mol/l , dans la solution de titrage;

$[\text{CO}_3^{2-}]_{\text{titr}}$ est la concentration de carbonate, en mol/l , dans la solution de titrage, calculée en [4.3.2](#);

$f_{\text{carb}}(\text{pH})$ est la fraction molaire du tampon qui est un carbonate dans l'échantillon de titrage, calculée en [4.3.3](#).

4.3.5 Calcul de la concentration totale de carbonate et de bicarbonate

La concentration totale de carbonate et de bicarbonate, qui est indépendante du pH dans la plage de pH concernée, est la même dans l'échantillon d'origine et dans l'échantillon de titrage. Elle doit être calculée à l'aide de la [Formule \(14\)](#):

$$[\text{CO}_3^{2-} + \text{HCO}_3^-] = [\text{CO}_3^{2-}]_{\text{titr}} + [\text{HCO}_3^-]_{\text{titr}} \quad (14)$$

4.3.6 Calcul des concentrations de carbonate et de bicarbonate dans l'échantillon d'origine (avant ajustement du pH)

4.3.6.1 Généralités

La méthode de calcul des concentrations de carbonate et de bicarbonate ($[\text{CO}_3^{2-}]$, $[\text{HCO}_3^-]$) dans l'échantillon d'origine dépend du pH de l'échantillon d'origine et de la réalisation ou non d'un ajustement du pH avant le titrage.