

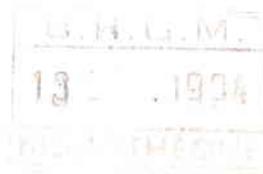
Ademe



document public

**recommandations relatives au suivi
de l'efficacité des traitements
par inhibiteur de corrosion
en géothermie basse énergie
(Dogger de la région parisienne)**

(convention Ademe-BRGM 3 07 0001)



septembre 1994
R 38123

numéro de référence R 00500492



Ademe



document public

**recommandations relatives au suivi
de l'efficacité des traitements
par inhibiteur de corrosion
en géothermie basse énergie
(Dogger de la région parisienne)**

(convention Ademe-BRGM 3 07 0001)

sous la direction de I. Ignatiadis

**I. Ignatiadis, A. Abou Akar, M. Amalhay
Ph. Bray, H. Lesueur, G. Longin**

13.09.1994
R 38123

septembre 1994
R 38123

numéro de référence R 00500492

BRGM
DIRECTION DE LA RECHERCHE
Département Géomatériaux et Géoprocédés
B.P. 6009 - 45060 ORLEANS CEDEX 2 - FRANCE - Tél.: (33) 38 64 34 34

Mots clés : Géothermie, Réservoir, Dogger, Bassin parisien, puits géothermal, fluide géothermal, tubage, acier au carbone, corrosion, traitement, inhibiteur, inhibition, méthode d'analyse physico-chimique, coupon de corrosion, sonde de corrosion, méthode électrochimique, perte de charge, diagraphie.

En bibliographie, ce rapport sera cité de la façon suivante :

IGNATIADIS I., ABOU AKAR A., AMALHAY M., BRAY Ph., LESUEUR H., LONGIN G. (1994) - Recommandations relatives au suivi de l'efficacité des traitements par inhibiteur de corrosion en géothermie basse énergie (Dogger de la région parisienne) (convention Ademe-BRGM 3 07 0001). Rap. BRGM R 38123, 89 p., 9 fig., 13 tabl., 3 ann.

©BRGM, 1994, ce document ne peut être reproduit en totalité ou en partie sans l'autorisation expresse du BRGM et de l'Ademe.

AVANT-PROPOS

Depuis l'apparition des phénomènes de corrosion-dépôt sur les opérations de géothermie exploitant le Dogger du Bassin Parisien, c'est-à-dire depuis 1985? de nombreux travaux et études ont été conduits par les équipes de chercheurs de l'Institut Mixte de Recherches Géothermiques (IMRG) et les ingénieurs des sociétés d'ingénierie du sous-sol.

De nombreux rapports ont été publiés (rapports annuels d'activité 1985 à 1993), la plupart d'entre eux ont fait l'objet de présentations plus ou moins détaillées au cours des réunions annuelles organisées par l'IMRG au profit des maîtres d'ouvrage et de la profession.

Le besoin d'un document de base faisant le point à la date d'aujourd'hui des connaissances acquises sur les phénomènes de corrosion a été maintes fois exprimé par les maîtres d'ouvrage.

L'Ademe suite à la dissolution de l'IMRG a demandé au département Géomatériaux et Géoprocédés de la Direction de la Recherche du BRGM de réaliser un "Manuel Corrosion". Ce manuel aborde l'ensemble des thèmes indispensables à la compréhension et à la prévention des phénomènes de corrosion-dépôt, détection, mesure, modes de prévention, méthodes de suivi et d'analyse.

Ce rapport, dont les limites sont l'état actuel des connaissances des rédacteurs, n'a pas pour objet de donner la solution unique qui résoudra les problèmes d'exploitation du maître d'ouvrage. Différentes méthodologies de mesures à réaliser pour tel ou tel paramètre ou espèce contenu dans le fluide sont présentées dans cet ouvrage. Le choix de la méthode et la périodicité de la mesure seront à définir entre le maître d'œuvre sous-sol et le maître d'ouvrage en fonction des besoins de l'opération (indices de disfonctionnement, contrôle préventif...) et du compromis technico-économique de l'opération.

Nous pensons que ce manuel répondra à l'attente du maître d'ouvrage et lui permettra de juger de la pertinence des différentes mesures proposées et d'en définir la périodicité, afin de fiabiliser au mieux son opération et si possible d'en améliorer les performances.

Ademe

RESUME

Dans le but de lutter contre la corrosion des tubages des puits géothermiques exploitant l'aquifère du réservoir du Dogger du Bassin parisien, l'injection d'inhibiteur de corrosion dans le fluide géothermal s'est généralisée depuis 1989, en utilisant un tube d'injection d'additif en fond de puits (TIAFP), permettant ainsi la protection des deux puits du doublet géothermique.

Le maintien de l'efficacité des traitements nécessite la mesure périodique de paramètres permettant d'apprécier la qualité de la protection par inhibiteur. Ceci peut se réaliser par la mise en oeuvre de plusieurs méthodes complémentaires.

Ce travail consiste tout d'abord en une revue des principaux événements, qui peuvent se produire lors de l'exploitation d'un doublet géothermique, qui mettent celui-ci dans une configuration hors des spécifications et qui justifient les méthodologies présentées et recommandées.

Dans le chapitre suivant, les procédures et méthodes à mettre en oeuvre sont présentées et critiquées. Il s'agit principalement de méthodes communément utilisées pour le suivi de la corrosion et de l'efficacité des traitements par inhibiteur de corrosion dans les centrales géothermiques. Ce sont les suivantes :

- les contrôles physico-chimiques relatifs au fluide géothermal ;
- le suivi par coupons de corrosion ;
- le suivi par mesures électrochimiques (sonde de corrosion) ;
- le contrôle du système d'injection en surface et du TIAFP ;
- le suivi des pertes de charges dans les tubages ;
- le suivi par investigation dans les puits (diographies).

Ces méthodologies ne sont probablement pas toutes utiles pour un suivi de l'efficacité des inhibiteurs, puisque nombreuses sont celles qui permettent d'accéder à la même information. Toutefois, il apparaît évident qu'il n'existe pas de méthode idéale, unique, universelle et peu coûteuse et que le recours à des méthodologies complémentaires permet d'apprécier l'efficacité des traitements par inhibiteur.

Dans le dernier chapitre, des périodicités justifiées des contrôles à effectuer sont proposées.

Cette étude a été financée par l'Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie (Ademe) dans le cadre de la convention Ademe-BRGM n° 3 07 0001.

TABLE DES MATIERES

1. PHENOMENES POUVANT SE PRODUIRE ET JUSTIFIANT LE SUIVI RECOMMANDÉ	9
1.1. Variation anormale de la quantité d'inhibiteur injectée	10
1.2. Réduction de l'efficacité de l'inhibiteur	11
1.3. Percement ou rupture du TIAFP	12
1.4. Apparition d'un percement dans le casing	12
1.5. Modification de la chimie du fluide	13
2. PROCEDURES ET METHODES A METTRE EN OEUVRE	15
2.1. Suivi physico-chimiques du fluide	16
2.1.1. Analyses chimiques	16
2.1.2. Contrôle des particules	33
2.1.3. Analyses bactériologiques	34
2.2. Suivi par coupons de corrosion	36
2.2.1. Procédures de mise en oeuvre	36
2.2.2. Limites du procédé	38
2.3. Mesures électrochimiques	39
2.3.1. Méthodes électrochimiques stationnaires	39
2.3.2. Méthodes transitoires : spectroscopie des impédances électrochimiques	44
2.4. Contrôle du fonctionnement des dispositifs d'injection d'additifs en fond de puits de production	47
2.4.1. Contrôle de la marche de la centrale de dosage et d'injection	48
2.4.2. Contrôle de l'intégrité du tube d'injection d'additifs en fond de puits	49
2.5. Suivi des pertes de charge dans les tubages	62
2.5.1. Sensibilité des pertes de charge à la présence de dépôts	62
2.5.2. Méthodes de suivi de l'efficacité du traitement à partir des paramètres d'exploitation	67
2.6. Suivi par investigation dans les puits (diographies). Contrôles de l'évolution du diamètre interne des cuvelages	68
2.6.1. Nécessité de surveiller l'évolution du diamètre intérieur des cuvelages	69
2.6.2. Appareils de mesure du diamètre intérieur du cuvelage	70
2.6.3. Appareils d'inspection des puits par caméra	72
3. CONCLUSION : OBJECTIFS, PERIODICITES ET JUSTIFICATIONS DES CONTRÔLES	73
BIBLIOGRAPHIE	77

LISTE DES FIGURES

Fig. 1a - Outilage de prélèvement de fluide géothermal en tête du puits de production : prélèvement de gaz libres et de gaz dissous et mesure de GLR (Gas Liquid Ratio).

Fig. 1b - Mesure de la température, du potentiel d'oxydoréduction et du pH en tête de puits de production.

Fig. 2 - Courbe intensité-potentiel d'un couple "redox" en représentation d'Evans. α et $\beta = (1-\alpha)$ sont les coefficients de transfert des réactions anodique et cathodique.

Fig. 3 - Principe de détermination de l'impédance électrochimique en un point M de la courbe de polarisation.

Fig. 4 - Circuit équivalent d'une interface métal/solution et diagramme d'impédance correspondant.

Fig. 5 - Accroissement relatif des pertes de charges en fonction du rapport $R = D_t/D_c$

Fig. 6 - Prise en compte du TIAFP à l'aide de la formule de Gringarten.

Fig. 7 - Coefficients correctifs pour les écoulements annulaires.

Fig. 8 - Pertes de charge en fonction du débit et de l'épaisseur des dépôts pour 3 valeurs de rugosité (Δ : 0.00005, 0.0001 et 0.0005 m)

Fig. 9 - Puissance électrique à la production et à l'injection et puissance hydraulique transmise au fluide en fonction du débit (Q) et de la différence de charge (ΔP , pression) fournie par la pompe.

LISTE DES ANNEXES

Ann. 1 - Mise en oeuvre, préparation et traitement des coupons de corrosion

Ann. 2 - Tableau récapitulatif des mesures ou des dosages physico-chimiques

Ann. 3 - Finalité des mesures physico-chimiques en termes d'exploitation et de suivi

LISTE DES TABLEAUX

- Tabl. 1 - Conditions d'écoulement dans le tube supérieur du TTFP CFG-Forplex.
- Tabl. 2 - Conditions d'écoulement dans le TAI-GPC.
- Tabl. 3 - Durées théoriques des étapes lors d'un traçage colorimétrique dans un TTFP CFG-Forplex.
- Tabl. 4 - Erreurs sur la longueur, déterminée par traçage colorimétrique, du tube composite d'un TTFP CFG-Forplex.
- Tabl. 5 - Conditions d'écoulement dans un TAI-GPC à divers débits de fluide de traçage.
- Tabl. 6 - Durées théoriques des étapes lors d'un traçage colorimétrique dans un TAI-GPC.
- Tabl. 7 - Erreurs sur la longueur, déterminée par traçage colorimétrique, de la partie située sous la pompe immergée d'activation d'un TAI-GPC.
- Tabl. 8 - Conditions d'écoulement dans un TTFP-Sperry-Sun à divers débits de fluide de traçage.
- Tabl. 9 - Durées théoriques des étapes lors d'un traçage colorimétrique dans un TTFP Sperry-Sun.
- Tabl. 10 - Erreurs sur la longueur, déterminée par traçage colorimétrique, de la partie située sous la pompe immergée d'activation d'un TTFP Sperry-Sun.
- Tabl. 11 - Erreur sur la longueur, déterminée par bulle à bulle, d'un TIAFP.
- Tabl. 12 - Essai de bullage d'un TIAFP. Force verticale et nombre de bouteilles (9,4 Nm³ et 200 bar) nécessaires.
- Tabl. 13 - Limites de variation théoriques des diamètres intérieurs des cuvelages.

1. PHENOMENES POUVANT SE PRODUIRE JUSTIFIANT LE SUIVI RECOMMANDÉ

Les principaux évènements qui peuvent se produire lors de l'exploitation d'un doublet géothermique et qui mettent celui-ci dans une configuration hors des spécifications sont les suivants :

- une corrosion supérieure au maximum toléré (environ 0,1 mm/an, ce qui correspond à une perte d'épaisseur de métal de 2 mm en 20 ans) ;
- la formation de dépôts, à l'intérieur des tubages, à un niveau supérieur aux spécifications (environ 0,33 mm/an, ce qui correspond à une valeur limitée par le coût accepté c'est-à-dire un curage d'un dépôt de 5 mm d'épaisseur tous les 15 ans) ;
- le percement du tubage, consécutif à une corrosion localement intense ;
- la modification de la composition du fluide extrait, pouvant mettre en cause le mode d'exploitation (point de bulle) ou même le produit inhibiteur (par exemple, un inhibiteur anodique en sous traitement).

L'ensemble des recommandations précisées dans ce document viseront à donner les moyens aux exploitants des centrales de détecter et de diagnostiquer ces évènements suffisamment tôt, et au mieux, de les prévenir par une maintenance et une surveillance adaptée des systèmes et équipements dédiés à la lutte contre ces phénomènes (installations de traitement par inhibiteur de corrosion).

La corrosion des tubages a comme conséquence immédiate la mise en solution, au voisinage de leur surface interne, des ions Fe^{2+} dont une partie sera "entraînée" avec le fluide circulant, formera un précipité à l'endroit de la production ou en aval.

De même que l'importance et le mode de corrosion varient selon les caractéristiques physico-chimiques des fluides, ces précipités forment des dépôts (principalement de sulfures de fer : Fe_xS_y , d'hydroxydes de fer : $Fe_x(OH)_y$ et de carbonate de fer : $FeCO_3$), dans des proportions qui dépendent de ces mêmes caractéristiques (teneurs en sulfure d'hydrogène, en carbonates, température, pression, pH,...).

Aucun traitement par inhibiteur de corrosion et de formation de dépôts ne peut avoir une efficacité à 100 %. Leur mise en oeuvre doit cependant satisfaire plusieurs fonctions minimales :

- permettre l'exploitation de la ressource géothermale pendant une durée suffisante pour assurer une rentabilité minimale des capitaux investis (donc une vitesse de corrosion-dépôt maximale acceptable) ;
- empêcher l'apparition de percements ;
- d'éviter le recours au curage des dépôts formés dans les tubages ou au minimum, réduire la fréquence de ce type d'intervention en égard à l'économie générale de l'exploitation.

Le respect de ces spécifications minimales conduit à mesurer et à surveiller un certain nombre d'indicateurs qui y sont directement liés tel, par exemple, le diamètre intérieur des puits. Du fait de leur coût, les interventions dans les puits ne peuvent être qu'exceptionnelles. Il faut donc également contrôler des indicateurs indirects des phénomènes (consommation d'inhibiteur, concentration en fer dissous et total, etc.).

Une fois ces spécifications minimales définies, les contrôles et les opérations de maintenance auront comme objectif de mesurer les écarts entre ces dernières et l'état du doublet, en respectant la sécurité des personnes et des équipements, l'intégrité de l'environnement et l'économie de l'exploitation.

1.1. VARIATION ANORMALE DE LA QUANTITE D'INHIBITEUR INJECTEE

Origines :

- approvisionnement en inhibiteur du système d'injection non assuré (bâche vide, fermeture de la vanne) ;
- défaillance du système d'injection d'inhibiteur (asservissement entre débit géothermal et débit inhibiteur rompu, pompe doseuse défectueuse, fermeture vanne en sortie pompe doseuse, colmatage des canalisations d'amenée de l'inhibiteur) ;
- augmentation des pertes de charge dans le Tube d'injection d'additif en fond de puits -TIAFP- (colmatage du filtre, augmentation de la viscosité de l'inhibiteur par refroidissement ou interaction chimique de l'inhibiteur avec le fluide géothermal).

Conséquences :

Rupture de l'équilibre entre l'inhibiteur adsorbé sur les parois internes des tubages et l'inhibiteur en solution, pouvant réduire la protection anticorrosion et l'effet anti-dépôts, dans le puits de production et dans le puits d'injection :

- augmentation de la corrosion (mise en solution du Fe^{2+}) et des précipités (restant en suspension ou formant des dépôts sur les parois) ;
- réduction de la protection s'effectuant d'abord par le sabot du tubage du puits de production ;
- variation de la chimie du fluide (augmentation de la teneur en fer, en sulfures) ;
- augmentation des pertes de charges du fait de la réduction de la section de passage occasionnée par les dépôts ;
- variation de la quantité de matières en suspension ;
- variation de la quantité d'inhibiteur dosée en tête de puits de production.

Moyens de contrôle :

- sonde de mesure de la corrosion ;
- coupons de corrosion ;
- mesure des concentrations du fluide géothermal en Fe^{2+} , fer total, HS^- , etc.. ;
- puissance consommée, à débit constant, par les systèmes de pompages ;
- mesure de la concentration en inhibiteur dans le fluide géothermal ;

- mesure des paramètres de fonctionnement de la pompe doseuse (fréquence connue, vitesse de rotation) ;
- mesure de la pression en aval de la pompe doseuse, mesure du niveau de la bâche hydraulique ;
- détection de la fermeture des vannes et du débit dans le circuit de surpression de la pompe doseuse ;
- mesure de la consommation en produit inhibiteur (niveau de la cuve).

1.2. REDUCTION DE L'EFFICACITE DE L'INHIBITEUR

Origines :

- livraison et/ou stockage de l'inhibiteur non conforme aux spécifications de conservation (hygrométrie, température, durée, ensoleillement) ;
- modification de la chimie de l'inhibiteur (défaut dans la chaîne de fabrication) ;
- modification des propriétés physico-chimiques du fluide géothermal (activité bactérienne, nouvelle zone du réservoir) ;
- présence de dépôts sur la surface des cuvelages, formés lors d'une période sans traitement ou avec traitement insuffisant, rendant ensuite l'inhibiteur moins efficace contre la poursuite de la corrosion.

Conséquences :

Réduction de la protection anticorrosion et de l'effet anti-dépôts, dans le puits de production et dans le puits d'injection :

- augmentation de la corrosion (mise en solution du Fe^{2+}) et des précipités (restant en suspension ou formant des dépôts) ;
- variation de la chimie du fluide (Fe^{2+} , sulfures) ;
- augmentation des pertes de charges du fait de la réduction de la section de passage occasionnée par les dépôts ;
- variation de la quantité de matières en suspension ;
- possibilité de variation de la quantité d'inhibiteur dosée en tête de puits de production (dépend de la méthode utilisée pour le dosage ainsi que du principe actif dosé).

Moyens de contrôle :

- sonde de mesure de la corrosion ;
- coupons de corrosion ;
- mesure des concentrations du fluide géothermal en Fe^{2+} , fer total, HS^- , etc... ;
- puissance consommée, à débit géothermal constant, par les systèmes de pompage ;
- mesure de la concentration en inhibiteur dans le fluide géothermal ;
- mesure du rabattement (puits de production) à débit donné.

1.3. PERCEMENT OU RUPTURE DU TIAFP

Origines :

- usure mécanique (frottements) par expansion due au coefficient de Poisson lors de l'exploitation, du fait des variations de pression subies et des vibrations liées à l'écoulement ou au fonctionnement de la pompe d'exhaure ;
- manoeuvre violente à la mise en place.

Conséquences :

Absence de protection anti-corrosion et anti-déposition dans la zone située sous le niveau du percement :

- augmentation de la corrosion (mise en solution du Fe^{2+}) et des précipités (restant en suspension ou formant des dépôts), dans cette zone ;
- variation de la chimie du fluide ;
- augmentation des pertes de charges du fait de la réduction de la section de passage occasionnée par les dépôts formés dans la partie non protégée ;
- variation de la quantité de matières en suspension ;
- possibilité de variation de la pression d'injection de l'inhibiteur dans le TIAFP, mesurée en surface ;
- pas ou peu de variation de la quantité d'inhibiteur disponible pour le puits d'injection, si les quantités injectées restent identiques ;
- expédition dans le puits d'injection de précipités formés dans le puits de production ;
- dépôts récupérés dans les filtres en surface, plus importants qu'habituellement.

Moyens de contrôle :

- mesure de la pression d'injection d'inhibiteur dans TIAFP ;
- vérification de l'intégrité du TIAFP suivant les spécifications du fabricant (traceur, continuité électrique, mise en pression d'azote).

1.4. APPARITION D'UN PERCEMENT DANS LE CASING

Origines :

- usure mécanique occasionnée par les manoeuvres dans les tubages et ayant fragilisé localement le tubage ;
- corrosion intense dans les zones non protégées par inhibiteur (plus éventuellement effet cumulatif de l'oxygène éventuellement présent dans la zone dénoyée de la chambre de pompage) ;
- isolation électrique insuffisante de la pompe submersible ;
- système de suspension de la pompe d'exhaure agressif pour le cuvelage (turbopompe) ;
- forte corrosion généralisée pendant une période prolongée.

Conséquences :

- perte d'eau vers l'extérieur (mais également effets négatifs sur les aquifères d'eau douce) ;
- possibilité d'entrée d'eau des nappes proches lorsque les niveaux de pression l'autorisent (dans les puits de production possédant un fort rabattement à débit élevé) ;
- possibilité de variation de la puissance absorbée par la pompe de production à débit donné ;
- en général, baisse de la pression mesurée en tête de puits, à débit nul.

Moyens de contrôle :

- analyse chimique (si arrivée d'eau) ;
- surveillance du télésuivi (pression en tête à débit nul, énergie électrique consommée).

1.5. MODIFICATION DE LA CHIMIE DU FLUIDE

Origines :

- modification dans la répartition des niveaux producteurs, du fait du colmatage des niveaux les plus bas par des sédiments ;
- recirculation d'une partie de l'eau réinjectée quelques années auparavant ;
- activité des bactéries sulfato-réductrices dans le proche réservoir et/ou sur les tubages, entraînant une augmentation de la concentration en sulfures et mercaptans dissous ;
- entrée d'eau issue d'un aquifère différent, à la suite du percement du tubage ;
- hétérogénéité locale de la chimie du fluide ;
- résidu d'une opération d'acidification du réservoir.

Conséquences :

- mauvaise adéquation entre l'inhibiteur et le fluide ;
- modification du point de bulle nécessitant de modifier les consignes d'exploitation (maintien d'une pression suffisante à l'aspiration du groupe de pompage) ;
- augmentation des risques de précipitation (et de dépôts) d'espèces.

Moyens de contrôle :

- énumération des bactéries ;
- analyse chimique du fluide.

2. PROCEDURES ET METHODES A METTRE EN OEUVRE

L'évolution de la chimie du fluide est accessible par l'analyse chimique et la mesure des principales caractéristiques physiques. Le fluide échantillonné peut être issu du réservoir (prélèvement en fond de puits de production ou d'injection) ou prélevé en surface (§ 2.1).

Pour ce qui est de la mesure de la vitesse de corrosion des tubages, il n'existe pas, à l'heure actuelle, de méthode quantitative permettant de déterminer en tous points de ces tubages, l'action du fluide géothermal sur les matériaux avec lesquels il est au contact. Tout au plus peut-on obtenir des ordres de grandeur et des évolutions (accélération ou baisse de la vitesse de corrosion).

Le but du suivi est d'obtenir, sur chaque site particulier, un "système de corrélation" satisfaisant, par approximations successives, en tenant compte lorsqu'elles existent, des résultats des mesures effectuées in-situ dans les puits (diographies).

Il faut d'autre part préciser que les différentes parties des tubages ne se corrodent pas de la même façon et à la même vitesse.

Afin de pouvoir suivre la corrosion des tubages dans les différentes parties d'une installation géothermale donnée, il est recommandé de faire appel à deux ou plusieurs méthodes différentes, chacune ayant ses limites d'application, ses avantages et ses inconvénients (Ignatiadis *et al.*, 1994a et 1994b). Il faut également effectuer ces mesures de vitesses de corrosion sous forme d'un suivi où la validité et la fiabilité des résultats obtenus sont liées à sa durée. C'est la synthèse de l'ensemble des résultats qui permettra d'apprécier la (ou les) vitesses (s) de corrosion des différentes parties de l'installation (Abou Akar et Lafforgue, 1994).

Ces différentes méthodes permettant de mesurer la vitesse de corrosion sont :

- le suivi physico-chimique du fluide et plus particulièrement, le dosage du fer dans le fluide géothermal en tête du puits, en intégrant les phénomènes de dépôt qui peuvent consommer le fer mis en solution (§ 2.1) ;
- la mise en place -en surface ou dans les puits- de coupons de corrosion (§ 2.2 et annexe 1) ;
- les sondes de mesures électrochimiques (§ 2.3) ;
- les diographies dimensionnelles : épaisseur de métal restant, diamètre intérieur des cuvelages (§ 2.6).

Les contrôles relatifs aux équipements de traitement par inhibiteur sont précisés au chapitre 2.4.

Les contrôles relatifs à la formation des dépôts dans les tubages sont précisés au chapitre 2.5.

L'annexe 2 récapitule l'ensemble des mesures ou dosages physico-chimiques.

L'annexe 3 présente quant à lui la finalité de chacune de ces mesures et analyses en terme d'exploitation et de suivi.

2.1. SUIVI PHYSICO-CHIMIQUE DU FLUIDE

2.1.1. Analyses chimiques

a) Procédure générale de prélèvement en surface

Le suivi physico-chimique périodique du fluide géothermal consiste en une mesure sur site d'un certain nombre de paramètres physico-chimiques de ce fluide et par l'analyse sur site et/ou au laboratoire des échantillons prélevés grâce à des piquages installés sur les conduites de surface. Ce suivi périodique permet de constater les modifications éventuelles du milieu et fournit une information indirecte sur l'évolution de la corrosion des tubages. Il est réalisé en routine par les responsables de l'exploitation des boucles géothermales, par le maître d'oeuvre ou par un laboratoire sous traitant. Il nécessite cependant le respect strict de certaines règles simples pour être fiable.

Sont mesurés et analysés sur site tous les paramètres non conservatifs, c'est-à-dire ceux qui pourraient subir des transformations irréversibles au contact de l'atmosphère (dégazage, refroidissement, oxydation) au niveau du piquage situé en surface.

Il est recommandé d'éloigner les piquages des singularités tels que les coudes ou les changements de diamètre et de les situer le plus près possible des têtes de puits (de production ou d'injection), sur une portion de tubage verticale ou dans le plan médian d'une partie horizontale. Pour garantir la qualité des prélèvements, ceux-ci doivent être effectués conformément à des procédures standardisées à un débit préalablement stabilisé pendant les six à huit heures qui précèdent.

Le rythme des prélèvements périodiques (et donc des analyses) doit être modulé en fonction de la phase d'exploitation : de six lors de la première année d'exploitation du doublet et/ou de son système de traitement par inhibiteur, il peut passer à trois les années suivantes (avant, au milieu et en fin de saison de chauffe).

Il est nécessaire d'informer le laboratoire chargé d'effectuer les analyses de la provenance et du type d'eau prélevée afin qu'il puisse adapter les méthodes et les appareillages à mettre en oeuvre pour mener à bien ces analyses. L'interprétation de ces analyses doit être confiée à un responsable du suivi des aspects sous-sol et disposant des analyses antérieures.

• Méthodes d'analyse

Les méthodes d'analyse utilisées sur site doivent répondre à certaines contraintes liées aux expérimentations sur site. Dans la limite du possible, le matériel de mesure et de dosage doit être autonome, facile à transporter et à installer, les techniques de dosage doivent être faciles et rapides à mettre en oeuvre (Ignatiadis *et al.*, 1990a).

• Matériel nécessaire

- 1 bonbonne en plastique de 10 litres pour l'eau mQ,
- des seringues, porte-filtres, filtres (0,01 à 0,45 µm) en nitrate de cellulose,
- cellule de filtration en polycarbonate, filtres adéquats,
- tuyau muni d'un porte-filtre en acier inox, filtres adéquats,

- tuyau en PVC armé, des tuyaux en plastique, des raccords de 1 et de 1/2" pour les piquages,
- serpentin en acier inox, bac de refroidissement,
- tuyau d'eau, rallonge électrique (prévoir des longueurs de 50 m),
- séparateur et ampoules de prélèvements pour gaz,
- cellule avec entrée-sortie munie d'un couvercle à orifices,
- chronomètre,
- pipettes de 1000 et 5000 µl,
- burette de précision (de type HACH®),
- pipettes et propipettes,
- fioles jaugées de 50 ml, 100 ml, 250 ml; 500 ml et 1000 ml,
- Béchers et éprouvettes, prévoir des contenances allant jusqu'à 5 l,
- instruments de mesure (pH/mV-mètre, Thermocouple, conductimètre),
- propipettes et pipettes (5, 25 et 50 ml), micropipettes de 1 ml,
- des flacons en polypropylène, en verre ou en téflon de contenance allant de 50 ml jusqu'à 2 l ainsi que des flacons stériles et spéciaux pour les analyses bactériennes,
- ampoules de solutions tampons (de pH 4, 7 et 9) pour l'étalonnage du pH-mètre,
- papier pH couvrant toute la gamme, parafilm, papier essuie-tout, markers, scotch, etc.

• Produits chimiques

- eau déminéralisée et purifiée,
- Na₂S, xH₂O (x = 7 - 9) pour analyses,
- FeCl₂, 4H₂O pour analyse,
- HCl concentré pour analyse, préparer également pour les burettes HACH une solution de 10⁻¹ N,
- HNO₃ Suprapur,
- NaOH 10N à partir de pastille de soude,
- Hg(NO₃)₂ : étalon titrisol à 1 g.l⁻¹, préparer également pour les burettes HACH des solutions de 5.10⁻² et 5.10⁻³ M,
- NaCl pour analyses,
- acétate de cadmium pour les prélèvements destinés aux analyses isotopiques du soufre,
- Solvant organique: acétone,
- Solvants organiques pour le lavage et nettoyage très précis du matériel utilisé,
- Dithizone (Diphényl-1,5 thiocabazole) pour analyses,
- Réactif "Spectroquant 14761 Fer" (Fe-AN),
- Kit pour le dosage de l'oxygène dissous,
- bouteille d'azote.

• Schéma général du prélèvement

Les piquages en tête de puits ont en général un diamètre de 1 ou 1/2" qui permet de raccorder un tuyau en PVC armé : les tuyaux en acier même inoxydable sont à proscrire pour éviter la contamination de l'eau géothermale par le fer ou autres métaux susceptibles de passer en solution. Le schéma général de l'outillage de prélèvement est représenté sur la figure 1.

Le tuyau en PVC est relié, sauf pour le prélèvement des cations et des traces, à un serpentin en acier inoxydable d'une longueur environ 3 à 5 m et qui plonge dans un bac refroidi par circulation d'eau (fig. 1a). Ce serpentin a pour rôle de condenser totalement la vapeur d'eau afin d'obtenir une valeur plus reproductible du rapport gaz/eau : GLR (Gaz Liquid Ratio).



Fig. 1a - Outilage de prélèvement de fluide géothermal en tête du puits de production : prélèvement de gaz libres et de gaz dissous et mesure de GLR (Gas Liquid Ratio).



Fig. 1b - Mesure de la température, du potentiel d'oxydo-réduction et du pH en tête de puits de production.

Ce serpentin aboutit à l'entrée du séparateur en verre destiné à isoler la phase gazeuse de la phase liquide et éliminer ainsi les bulles gazeuses susceptibles de perturber la mesure du pH et du potentiel d'oxydo-réduction (E_h). L'ampoule située au dessus du séparateur permet de récupérer les gaz incondensables (CH_4 , N_2 , CO_2 , H_2S ,...) afin de les analyser, ou tout simplement pour mesurer le GLR. La sortie du séparateur aboutit à une cellule en matière plastique (avec entrée-sortie) munie d'un couvercle avec des orifices étanches permettant l'introduction de la sonde de température et des électrodes de mesure (fig. 1b). Ceci afin d'éviter tout contact entre l'oxygène de l'air et l'eau géothermale réductrice (cf. § 2.1.1 b).

Le prélèvement de l'eau géothermale pour le dosage des sulfures et de l'alcalinité ainsi que pour les différentes analyses chimiques et isotopiques s'effectue à la sortie de la cellule. Il faut enlever le serpentin en acier pour l'analyse du fer et des métaux à l'état de traces. Les modes de prélèvements seront décrits dans la suite selon l' (ou les) espèce (s) à analyser.

• Précautions générales à prendre

Pour tous les prélèvements cités ci-dessous, utiliser des flacons en propylène (sauf indication contraire : dans le cas de prélèvements pour analyses microbiologiques), propres, les rincer ensuite plusieurs fois avec l'eau du prélèvement. La filtration des échantillons, lorsqu'elle est prescrite, est nécessaire afin de supprimer toute particule en suspension qui pourrait repasser en solution et fausser les analyses.

L'acidification de certains échantillons (cations et traces) est nécessaire pour éviter toute précipitation après prélèvement. Les flacons doivent être remplis à ras bord afin de réduire les échanges avec le coussin d'air piégé. Il faut également veiller à bien visser les bouchons et à les munir d'un parafilm afin d'éliminer tout risque de fuite ou de contact avec l'atmosphère. Chaque flacon est ensuite étiqueté (nom du puits, date, filtré ou non, acidifié, basifié, analyse désirée, etc.).

• Prélèvements pour le dosage des cations-anions (espèces majeures et traces)

Pour le dosage des espèces majeures, deux méthodes de filtration peuvent être utilisées. La première consiste à brancher à la sortie de la cellule un porte-filtre en acier inox utilisant du papier filtre en acétate de cellulose. Cette méthode est pratique pour récupérer des quantités importantes de fluide, la seconde consiste à utiliser des seringues équipées d'un porte-filtre ou une cellule de filtration sous pression d'azote (ou sous vide) en polycarbonate. Pour le dosage des traces (métaux lourds) et du fer dissous (ou total), il est fortement recommandé d'exclure toute pièce métallique afin d'éviter le risque de contamination de l'eau géothermale par les métaux du tuyau ou du porte-filtre.

On utilise en général des papiers filtres de porosité 0,45 µm. Pour le dosage des traces, prendre des flacons de conditionnement en téflon si l'aluminium doit être dosé. La quantité prélevée est de 250 ml pour chacun des groupes cations-anions et de 100 ml pour les traces, les flacons cations et traces doivent être acidifiés avec de l'acide nitrique (HNO_3) suprapur jusqu'à un pH inférieur à 2 afin d'éviter tout risque de précipitation ou d'adsorption pendant le transfert et l'attente du dosage. L'acide chlorhydrique (HCl) et l'acide sulfurique (H_2SO_4) sont à exclure en raison du risque de précipitation des chlorures et des sulfates avec certains cations métalliques.

• **Prélèvements pour les analyses isotopiques**

Deutérium et Oxygène 18 de l'eau

Un prélèvement de 25 ml est suffisant, il faut remplir le flacon à ras bord et le boucher soigneusement (parafilm) pour éviter les échanges avec l'atmosphère (principalement l'évaporation).

Soufre 34 des sulfures dissous dans l'eau

La quantité à prélever est fonction de la teneur en ions S^{2-} de l'eau géothermale. Un précipité de 15 mg de CdS (sulfure de cadmium) est nécessaire pour l'analyse, ceci correspond à un litre d'une solution à 3,5 mg/l de S^{2-} . Préparer préalablement une solution d'acétate de cadmium à partir de 25 g d'acétate de cadmium et 200 ml d'acide acétique glacial complétés jusqu'à un litre avec de l'eau déminéralisée. Sur le site, filtrer l'eau géothermale sur papier filtre 0,45 μm , si elle très chargée en particules, les sulfures sont précipités sur le terrain par ajout de 50 cm^3 de solution d'acétate de cadmium.

Oxygène 18 et Soufre 34 des sulfates dissous dans l'eau

La quantité à prélever est fonction de la teneur en ions SO_4^{2-} de l'eau géothermale. Un précipité de 100 mg de BaSO₄ (sulfate de baryum) est nécessaire pour l'analyse, ceci correspond à un litre d'une solution à 41 mg/l de SO_4^{2-} . On procède toujours par précipitation de CdS selon la procédure précédente pour éliminer les sulfures, le sulfate de baryum sera précipité au laboratoire d'analyse par ajout d'une solution de chlorure de baryum.

• **Prélèvements des gaz**

Mesure du GLR et prélèvement des gaz libres

Le rapport des volumes respectifs gaz/eau (ou G.L.R : Gas Liquid Ratio) est mesuré dans les mêmes conditions de prélèvements que celles des gaz. Il permet de reconstituer le fluide total (eau + gaz), en tenant compte des concentrations respectives des espèces dans les phases dissoutes et gazeuses. Jusqu'en 1986, les prélèvements de gaz libres et dissous ainsi que la mesure du G.L.R. étaient effectués à la température d'exploitation du fluide, ou à une température légèrement plus basse (de 5 à 10°C). De ce fait, la présence de vapeur d'eau modifiait de manière non négligeable le G.L.R. impliquant ainsi une mauvaise reproductibilité des résultats (~15%). Depuis, le liquide est refroidi par circulation dans un serpentin en inox plongé dans l'eau froide. La température de prélèvement est ainsi ramenée à 25-30°C, donnant ainsi une bien meilleure reproductibilité (4 à 5%). La véritable valeur du GLR, à la température de production de puits, est ensuite déterminée par le calcul.

Pour mesurer le GLR, il est nécessaire d'avoir à sa disposition un serpentin de refroidissement, un séparateur, une ampoule de volume connu (avec un robinet en verre rodé de préférence) et une éprouvette (ou un grand bêcher) graduée de 5 l. Avant de procéder à la mesure, il faut ajuster le débit de manière à éviter le passage des bulles gazeuses dans la sortie "eau" du séparateur, c'est la manipulation la plus délicate à réaliser et sa réussite dépend également du séparateur lui-même. Elle permet également de purger l'air contenu dans le séparateur. Il faut arriver à maintenir un niveau d'eau constant dans le séparateur ouvert par le haut à l'air libre (sortie gaz). L'ampoule est ensuite fixée à cette sortie "gaz" du séparateur et son robinet est ouvert.

Dans un premier temps, le fluide diphasique refroidi est utilisé pour remplir l'ampoule (l'ensemble étant retourné) ; dans un second temps, et simultanément, l'ensemble séparateur-ampoule est redressé et l'eau qui en est issue est dirigée vers l'éprouvette graduée. L'eau de l'ampoule cèdera sa place progressivement aux gaz incondensables. L'ampoule est refermée après la tombée de la dernière goutte d'eau et le tuyau déversant dans l'éprouvette est retiré en même temps. La lecture du volume d'eau écoulé permet de calculer le GLR :

GLR = volume de l'ampoule / volume d'eau écoulé

Remarque : il est vivement recommandé d'avoir à portée de main un autre grand bêcher au cas où l'éprouvette se remplit avant la vidange de l'ampoule.

Cette manipulation doit être aussi utilisée pour le prélèvement des gaz libres. Elle a l'avantage de réduire le risque d'infiltration d'air lors du remplissage de l'ampoule. Elle permet également d'utiliser une ampoule où le vide a été cassé volontairement ou accidentellement à condition de bien purger l'ensemble ampoule-séparateur quand il est en position retournée. Une autre technique de prélèvement consiste à purger le séparateur et à brancher l'ampoule (sous vide) dessus. Son remplissage s'effectuera par aspiration du gaz, elle a l'avantage de garder l'ampoule sèche. Son inconvénient réside dans le fait qu'elle aspire l'air isolé entre la tête du séparateur et le robinet de l'ampoule.

Remarque : il faut éviter d'utiliser la technique de balayage par l'utilisation d'une ampoule à deux robinets ouverts vu la faible fraction gazeuse dans les fluides du Dogger du Bassin parisien, cette technique étant réservée aux prélèvements sur des puits de haute énergie.

- **Prélèvement des gaz dissous**

Les gaz dissous sont prélevés dans une ampoule sous vide branchée sur la sortie "eau" du séparateur qu'on remplit environ aux 2/3 de sa capacité.

Une fois le prélèvement des gaz libres et dissous effectués, il faut veiller à bien fixer les robinets (usage de parafilm), à bien protéger les ampoules des chocs et à les envoyer rapidement au laboratoire d'analyse.

- b) Mesure de la température, du pH, du potentiel d'oxydo-réduction (Eh) et de la conductivité**

- **Mesure de la température d'échantillonnage**

La température du fluide géothermal peut être mesurée à l'aide d'un thermomètre électronique (par exemple de marque TECHNOTERM 9503) relié à une sonde à résistance de platine type CTN (-40 à +130°C). La précision de cet appareil est de 1 % (erreur relative).

Il s'agit de la première mesure à effectuer, sa mesure est indispensable pour le calibrage de l'électrode du pH-mètre ainsi que pour l'expression du potentiel Eh corrigé. Pour la conductivité, cela dépendra de la nature de l'appareil de mesure (cf. ci-dessous). La sonde de température doit rester plongée dans la cellule afin de vérifier la stabilité de la température de l'eau géothermale échantillonnée pendant les mesures (fig. 1b).

- Mesure du pH

Le pH (potentiel hydrogène) d'une eau donnée représente son acidité. Il est donc lié à l'activité des ions H^+ de cette eau et s'exprime : $pH = \log_{10} (H^+)$. Par le biais de cette activité en hydrogène, il est déjà dépendant de plusieurs paramètres : la température, la pression (paramètre peu influent) et la force ionique du milieu. Il est aussi sensible aux gaz accompagnant cette eau : dégazage de CO_2 et oxydation du H_2S des eaux réductrices (cas des eaux du Dogger).

Vu l'influence des paramètres décrits ci-dessus sur la mesure du pH, il s'en suit qu'un certain nombre de précautions devraient être prises afin d'obtenir des mesures fiables et reproductibles du pH d'une eau géothermale donnée, d'où la nécessité de suivre et de respecter un mode opératoire bien déterminé : avant, pendant et après la mesure.

Avant la mesure : choix de l'appareillage et étalonnage de l'électrode de mesure - Les pH-mètres permettent en général d'effectuer d'autres mesures telles que la température et le potentiel d'oxydo-réduction. Il est fortement conseillé de choisir un matériel de terrain pour sa commodité d'utilisation et son autonomie. La sensibilité de cet appareil devrait être de 0,01 unité de pH. L'électrode utilisée doit être une électrode combinée (électrode de mesure et électrode de référence). Il est préférable d'utiliser une électrode référence ayant comme couple réducteur le calomel Hg/Hg_2Cl_2 qui est le couple le mieux adapté aux milieux contenant des sulfures, son domaine de température est cependant limité à 70°C, contre 110°C pour le couple $Ag/AgCl$ et 130°C pour l'Argenthal.

L'eau géothermale du Dogger du bassin de Paris a un pH compris entre 6,1 et 6,7. Il faudrait donc choisir les solutions étalons 4 et 7. L'étalonnage doit être effectué à la température de mesure. Les flacons contenant les solutions étalons doivent être plongés (vérifier leur étanchéité) dans un grand bêcher recevant l'eau géothermale issue du tuyau jusqu'à atteinte de la température de cette eau. Il faut penser à renouveler régulièrement les solutions étalons.

Pendant la mesure, l'utilisation d'un séparateur de gaz est nécessaire même si l'on ne souhaite pas effectuer un prélèvement de ces gaz. Il permet d'éliminer les bulles gazeuses qui pourraient perturber la mesure du pH. L'usage d'un serpentin de refroidissement - branché en amont du séparateur et plongé dans un bac à circulation d'eau - est lui aussi recommandé car il permet de condenser totalement la vapeur d'eau accompagnant les gaz.

Enfin, la mesure du pH doit être effectuée dans une cellule (avec entrée-sortie) munie d'un couvercle avec des orifices étanches permettant l'introduction de la sonde de température et des électrodes de mesure (fig. 1). Ceci afin d'éviter tout contact entre l'oxygène de l'air et l'eau géothermale réductrice, un écart de 0,02 unité de pH peut être constaté par rapport à la mesure en milieu ouvert.

Après la mesure, il est nécessaire de respecter les consignes de nettoyage et de conservation de l'électrode (fournies par le constructeur).

- Mesure du potentiel d'oxydo-réduction (Eh)

Le potentiel d'oxydo-réduction d'une eau est une mesure de son pouvoir oxydant ou réducteur. Dans une eau réductrice comme celle du Dogger, plusieurs équilibres d'oxydo-réduction entrent en jeu, mais le plus influent reste de loin l'équilibre entre les espèces du soufre : sulfates/sulfures (SO_4^{2-}/HS^-). Ce caractère fortement réducteur de l'eau du Dogger nécessite la

mesure de son potentiel d'oxydo-réduction sur un échantillon non oxydé (donc tenu à l'abri de l'air par l'usage de la même cellule ayant servi à la mesure du pH). Les mêmes consignes que celles pour la mesure du pH devraient donc être respectées pour obtenir une mesure fiable et reproductible du potentiel.

Avant la mesure : l'électrode de mesure du potentiel d'oxydo-réduction est une électrode de platine combinée à un élément de référence (Calomel ou Ag/AgCl avec KCl, 1 ou 3 M). Cette électrode n'est pas calibrée comme dans le cas du pH mais elle doit être vérifiée régulièrement avec une solution commerciale de potentiel connu afin d'enregistrer la dérive due à son vieillissement. La température de cette solution a peu d'effet sur la dérive.

Pendant la mesure : il faut appliquer les mêmes consignes que celles décrites pour mesurer le pH.

Après la mesure : il faut effectuer les corrections liées à la nature de l'électrode de référence (son potentiel est fonction de la température) et à la dérive de l'électrode, afin d'exprimer le potentiel corrigé par rapport à l'électrode normale à hydrogène (ENH). Respecter les consignes de nettoyage et de conservation de l'électrode fournies par le constructeur.

• Mesure de la conductivité

La conductivité est l'inverse de la résistivité, la conductance étant l'inverse de la résistance. Elle s'exprime en milli (ou micro) Siemens par cm. La mesure de la conductivité d'une eau permet de fournir une première indication sur sa salinité (une forte salinité favorise le passage du courant). Dans le cas des eaux du Dogger, la mesure de la conductivité permet de détecter une éventuelle infiltration d'eau douce dans le cuvelage en cas de perçement. La conductivité est fonction de la température de l'eau, on l'exprime généralement à 20°C.

Comme pour la mesure du potentiel d'oxydo-réduction, l'électrode doit être vérifiée régulièrement. Il existe toute une gamme de concentrations de solutions étalons de KCl (1N-N/1000), leur conductivité est fournie en fonction de leur température, ce qui permet la vérification de l'électrode et d'effectuer des éventuelles corrections. La mesure de la conductivité peut s'effectuer dans la cellule en même temps que la mesure du pH et du Eh, mais elle n'est pas aussi sensible au contact atmosphérique. Certains conductimètres de terrain avec compensation automatique permettent une expression directe de la conductimétrie à 20 ou 25°C. Pour les autres, on utilise la correction suivante :

$$\text{Conductivité.}(à 20°C) = \frac{\text{Conductivité (à } t°C)}{1 + 0,02 (t - 20)}$$

c) Dosage du fer en tête du puits de production

Le bilan des réactions de corrosion est la mise en solution du fer dans le fluide géothermal à l'inverse des réactions de déposition qui tendent à le piéger sur les cuvelages. L'interprétation des analyses de fer en tête de puits doit donc tenir compte des deux phénomènes antagonistes même si l'effet de la corrosion l'emporte, en général, sur celui de la déposition.

Le dosage du fer total en tête du puits de production permet de calculer une vitesse de corrosion apparente. Celle-ci est liée à la vitesse réelle de corrosion mais dans des proportions que seul un modèle de simulation des phénomènes de corrosion se produisant à la paroi (MODEP ; Abou Akar et Ignatiadis, 1994), qui n'existe pas à ce jour, permettra d'évaluer exactement. Il faut être attentif aux fluctuations de la teneur en fer dans la mesure où elles peuvent être le signal de disfonctionnement de la boucle géothermale.

Dans certains cas l'évaluation graphique de la teneur en fer dissous dans le fluide issu du réservoir peut être réalisée à partir du tracé de la teneur en fer en fonction de l'inverse du débit. En effet, à débit infini soit pour $1/Q = 0$ l'ordonnée à l'origine correspondrait à la teneur en fer du réservoir. Celle-ci permet d'estimer l'intensité du processus de corrosion (Ignatiadis *et al.*, 1991a).

Le dosage du fer dissous est réalisé à partir du prélèvement dit "cations" qui consiste à prélever un échantillon d'eau géothermale filtrée à $0,45 \mu\text{m}$ et acidifiée avec quelques gouttes de HNO_3 suprapur jusqu'à un pH inférieur ou égal à 1,6. Le dosage du fer total est réalisé à partir du prélèvement dit "fer total", qui consiste à prélever sans filtration préalable un échantillon d'eau géothermale acidifiée avec quelques gouttes de HNO_3 suprapur jusqu'à un pH inférieur ou égal à 1,6. L'écart entre le fer total et le fer dissous permet d'évaluer la quantité de fer présente sous forme de particules (Ignatiadis *et al.*, 1991d).

Ces dosages peuvent être réalisés, selon la méthode NFT 90-017, sur site ou au laboratoire. Ils ont une limite de détection de $0,03 \text{ mg/l}$ et une précision de 10 %

Le réactif utilisé est le "Spectroquant 14761 Fer" (Fe-AN) de MERCK, contenant le Ferrospectral (acide(pyridyl-2)-3-bis (phényl-4-sulfonique)-5,6-triazine-1,2,4 sel disodique) et du triglycolate d'ammonium qui minéralise les complexes faibles de fer et réduit le fer (III), il sert en même temps de tampon pH. Le fer (II) réagit avec le Ferrospectral avec la formation d'un complexe coloré violet.

Le dosage est réalisé par colorimétrie. Le colorimètre de terrain (LMC System de MERCK) doit être calibré à la longueur d'onde $\lambda_{\text{max}} = 565 \text{ nm}$ à laquelle la densité optique est proportionnelle à la concentration de l'élément fer dans la solution. Avant chaque dosage, l'étalonnage de l'appareil doit être vérifié avec des solutions étalons de concentrations situées dans la gamme ($0 - 4 \text{ mg/l}$). La précision de la méthode est de 10 %. Le complexe est très peu influencé par la température ($< 1\%$). La méthode est suffisamment sélective pour que la mesure ne soit pas troublée par la présence d'ions étrangers (selon MERCK, leur concentration ne devient gênante qu'à partir de 100 ppm pour une concentration en fer de 1,5 ppm). Le principal inconvénient de la méthode réside dans la limite maximale de dosage (4 ppm) ce qui nécessite, dans certains cas, une dilution de l'eau prélevée.

La solution contenant le cation à doser est filtrée sur un filtre $0,01 \mu\text{m}$. La prise d'essai est fixée à 5 ml, auxquels on ajoute 3 gouttes de réactif coloré (Fe-AN), le pH final doit être compris entre 3 et 4, sinon il faut l'ajuster ; le temps de repos est de 5 mn. La solution est introduite dans une cuve de 10 mm et la mesure est effectuée (à 565 nm). Si le colorimètre indique plus de 3 mg/l , il est préférable d'effectuer une dilution.

d) Dosage des sulfures et mercaptans dissous

Les eaux géothermales du Dogger témoignent d'un environnement réducteur caractérisé par la présence de H_2S . Les espèces du soufre prépondérantes sont les sulfates, le sulfure d'hydrogène et les mercaptans (sulfures organiques).

Il a été remarqué que les zones de fortes concentrations en sulfures dissous correspondent à celles où l'enrassement des puits est le plus important (Fouillac *et al.*, 1990 ; Ignatiadis *et al.*, 1991a ; Ignatiadis, 1994). De plus, il est connu le rôle néfaste que joue le sulfure d'hydrogène dans la corrosion de l'acier au carbone (Amalhay et Ignatiadis, 1992 ; Amalhay *et al.*, 1994a ; Amalhay, 1994) et le problème que pose à l'inhibition de cette corrosion par différents inhibiteurs (Amalhay, 1994).

Ces concentrations en sulfures dissous et en mercaptans sont régulées par la solubilité de la mackinawite, sulfure de fer cristallisé à partir du sulfure de fer amorphe, qui est susceptibles de précipiter lorsque l'on a en solution du fer ferreux et des sulfures dissous (Ignatiadis, 1993a et 1993b). Le sulfure d'hydrogène provient du réservoir et de l'activité actuelle des bactéries sulfato-réductrices dans le proche réservoir et sous les dépôts accrochés à la paroi des tubages (Ignatiadis *et al.*, 1990b ; Ignatiadis *et al.*, 1991a ; Ignatiadis, 1994).

L'expression de la concentration totale en sulfures dosés en tête de puits de production montre que :

- il s'agit d'une teneur apparente en sulfures dans le réservoir qui tient compte des sulfures produits par les bactéries et de ceux ayant précipité puis déposé sous forme de sulfures de fer sur les parois du tubage,
- cette teneur apparente semble dépendre uniquement de l'inverse du débit par le biais des deux termes cités ci-dessus, ce qui serait vrai si les phénomènes de corrosion-dépôt étaient eux-mêmes indépendants du débit du fluide.

Le dosage du sulfure d'hydrogène et des mercaptans doit être pratiqué dans tous les suivis. Sachant qu'il s'agit d'espèces non conservatives, il doit être réalisé sur site par titration potentiométrique où à la dithizone. Dans les zones à faibles teneurs initiales en sulfures, le dosage des sulfures dissous permet d'estimer la corrosivité du fluide en fonction du débit et de suivre l'évolution de l'activité bactérienne. En outre, l'évaluation graphique de la teneur en sulfures dans le réservoir peut être réalisée à partir du tracé de la teneur en sulfures en fonction de l'inverse du débit. En effet, à débit infini soit pour $1/Q = 0$ l'ordonnée à l'origine correspond à la teneur en sulfures du réservoir. Celle-ci permet d'estimer l'intensité et la localisation de l'activité bactérienne (Ignatiadis *et al.*, 1991a ; Ignatiadis, 1994).

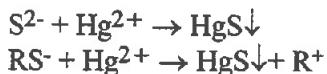
Le dosage des sulfures et des mercaptans doit être effectué de la façon suivante (Ignatiadis *et al.*, 1991d) :

dans une cellule thermostatée à la température du prélèvement, on verse 1 ml de soude NaOH 10 N. Cette cellule munie de son couvercle à orifices est déjà en place avec son appareillage qui consiste en :

- une électrode spécifique aux sulfures Ag-Ag₂S, Ingold, type 157208 et une électrode de référence (de préférence à gel, de marque Ingold, type Xerolyt) reliées à un potentiomètre afin de suivre la différence de potentiel entre les deux électrodes en fonction du volume de titrant versé ;
- une burette à piston de marque Hach avec une seringue remplie de nitrate mercurique (Hg(NO₃)₂) deux concentrations peuvent être utilisées selon la teneur en sulfures et le volume de la prise d'essai : 5.10⁻³ et 5.10⁻² M). Cette solution de sel de mercure (II), Hg(NO₃)₂ est préparée à partir d'un étalon Titrisol Merck à 1 g/l de Hg). Les burettes Hach sont graduées en digits (1 digit=1/800 ml=0,00125 ml) et délivrent donc un volume minimal de 1,25 µl ;
- une arrivée d'azote déjà mise en place pour maintenir une atmosphère inerte au-dessus de la solution et éviter ainsi l'oxydation des sulfures ;
- un agitateur magnétique et un barreau aimanté.

Avec une pipette de 20 à 50 ml, on prélève l'eau géothermale directement dans la cellule de mesure du pH, l'échantillon prélevé est versé dans la cellule de dosage contenant la soude 10 N ce qui fera passer les sulfures en équilibre H_2S/HS^- à l'état de S^{2-} et les mercaptans RSH/RS^- à l'état de RS^- . Le dosage s'effectue par suivi du potentiel de l'électrode de mesure par rapport à l'électrode de référence. Le titrant à l'approche du point équivalent est versé par petite dose (de 10 digits par exemple) d'où une meilleure détermination du point équivalent effectuée par tracé de la courbe de titrage et de celle de la dérivée seconde qui en découle.

Deux points équivalents sont observés, ils correspondent respectivement au dosage des sulfures et des mercaptans selon le schéma réactionnel suivant :



La limite de détection de cette méthode est de 0,2 mg/l ce qui est largement au-dessous de la teneur en sulfures des eaux du Dogger (de quelques mg/l à 80 mg/l, voire plus).

La seconde méthode de dosage des sulfures dans l'eau géothermale consiste à les titrer avec une solution de nitrate mercurique ($Hg(NO_3)_2$) en présence de dithizone. La dithizone en milieu basique a une coloration orange. La précipitation de HgS ne perturbe pas cette couleur. L'excès de $Hg(NO_3)_2$ forme un complexe avec la dithizone de couleur pourpre marquant ainsi la fin du dosage. La précision de cette méthode est de 5 %.

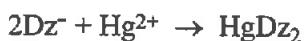
La formule chimique de la dithizone est :



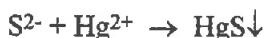
L'équilibre acido-basique est le suivant :



La forme acide HDz est soluble dans l'acétone, alors que la base correspondante Dz^- est soluble dans l'eau. En milieu basique, un équilibre s'établit entre le mercure et la dithizone d'une part et le complexe métallique $HgDz_2$ d'autre part :



Cette étape de complexation du mercure par la dithizone apparaît dès que le mercure n'est plus piégé par les sulfures, pratiquement tous sous forme S^{2-} :

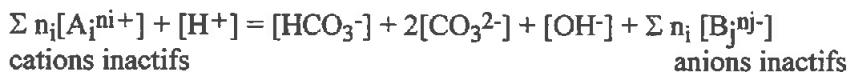


La dithizone est diluée dans 1 ml d'acétone auquel on ajoute 1 ml de NaOH 10N, puis après homogénéisation de la solution, on introduit 5 ml d'échantillon. L'agitation doit être constante pour permettre une diffusion homogène de la solution de mercure au cours du titrage.

e) Dosage de l'acide

L'alcalinité totale d'une solution représente toutes les espèces susceptibles de capter un proton H^+ . Dans les eaux du Dogger du bassin de Paris, elle est essentiellement constituée des bicarbonates HCO_3^- , mais à côté, on retrouve les sulfures et quelques autres espèces (bases faibles) : silice, bore, acides aliphatiques.

L'équilibre ionique de l'eau peut s'écrire :



où : $A_i = Na^+, K^+, Ca^{2+}, Mg^{2+}$ etc
 $B_i = Cl^-, NO_3^-, SO_4^{2-}$ etc..

Par définition : $R_B = \sum n_i [A_i^{ni+}] - \sum n_i [B_j^{nj-}]$
 Donc $R_B + [H^+] = [HCO_3^-] + 2[CO_3^{2-}] + [OH^-]$
 Or $[H^+]$ et $(2[CO_3^{2-}] + [OH^-])$ sont négligeables, donc $R_B \approx [HCO_3^-]$

Le dosage de l'alcalinité se réduit donc au dosage de HCO_3^- et des autres bases faibles par un acide fort. La procédure est similaire à celle de la titration des sulfures. Les bicarbonates sont également des espèces non conservatives et doivent être dosés sur site. L'acide chlorhydrique HCl (0,5 ou 0,1 N) est versé par l'intermédiaire d'une burette HACH, l'eau géothermale (20 à 50 ml) dans la cellule doit rester à l'abri de l'air par maintien d'une légère pression d'azote. On suit l'évolution du pH du fluide en fonction du volume de la solution d'HCl versé. Il est conseillé de mener le dosage rapidement jusqu'à un pH voisin de 4,2. Prévoir ensuite des petits versements de quelques digits afin de relever une dizaine de points compris entre $\text{pH} = 4,2$ et 3,8 (zone linéaire). Le point équivalent correspond à la quasi disparition de l'ion HCO_3^- de la solution.

f) Dosage de l'oxygène dissous

La concentration en O₂ dissous peut être mesurée grâce à un test colorimétrique (de marque CHEMETS type 0-100, réf. R-7540) qui se présente sous forme d'ampoules scellées sous vide contenant un réactif se colorant en présence d'oxygène. Il suffit de briser une ampoule à l'extrémité (presque à l'intérieur) du tuyau d'arrivée de l'eau géothermale (afin d'éviter l'intrusion de l'air dans cette ampoule), de la laisser se remplir, d'agiter en bouchant bien l'extrémité ouverte, puis de comparer la couleur du liquide avec des échantillons étalons (type 0-40, réf. C-7540). La réaction est immédiate, la limite de détection est de 5 µg/l.

g) Dosage de l'hydrogène

Ce dosage permettrait de suivre la corrosion globale du tubage si l'on pouvait évaluer les contributions respectives des phénomènes suivants : H_2 produit par la corrosion, H_2 diffusé dans l'acier des tubages, H_2 initial du fluide et H_2 consommé par l'activité bactérienne, ce qui n'est pas le cas à ce jour.

En effet, parmi les produits formés au cours des réactions électrochimiques de la corrosion, on trouve dans le fluide géothermal des ions Fe^{2+} sous forme dissoute ou de particules de sulfures de fer (mackinawite, pyrrhotite, pyrite), (Amalhay et Ignatiadis, 1992) et de l'hydrogène dissous (di-atomique H_2).

Les réactions générales mises en jeu dans le phénomène de corrosion et de dépôt sont :

- dissolution du métal par corrosion : $Fe \rightarrow Fe^{2+} + 2 e^-$
- formation de l'hydrogène : $2 H^+ + 2 e^- \rightarrow H_2$
- formation des sulfures de fer : $Fe^{2+} + y HS^- \xrightleftharpoons[]{} Fe_xS_y + y H^+$

Elles entraînent donc une augmentation de la teneur en hydrogène. Le bilan en hydrogène doit également prendre en considération le bilan de la production/consommation d'hydrogène par les bactéries sulfato-réductrices (BSR) et méthanogènes, présentes dans le fluide (Daumas *et al.*, 1985a et 1985b ; Daumas, 1986), sur les parois du puits et dans le proche réservoir :

- activité des BSR : $2H^+ + SO_4^{2-} + 4 H_2 \xrightleftharpoons[]{} H_2S + 4 H_2O$
- activité des méthanogènes : $CO_2 + 4 H_2 \xrightleftharpoons[]{} CH_4 + 2 H_2O$

Au cours de la circulation du fluide dans le réservoir et sa remontée dans le puits de production, ce bilan entraîne globalement une consommation d'hydrogène.

Si H_2 (initial) est la concentration initiale du fluide du réservoir lointain, une sonde de mesure de la concentration en H_2 du fluide en surface permettra de connaître le flux résultant de l'équation :

$$H_2(\text{mesuré}) = H_2(\text{initial}) + H_2(\text{corrosion}) - H_2(\text{activité bactéries}) - H_2(\text{diffusé})$$

avec $H_2(\text{diffusé})$ qui correspond au flux d'hydrogène qui peut diffuser dans l'acier du tubage.

Dans cette équation, le terme prépondérant est l' $H_2(\text{corrosion})$. Dans les puits traités par inhibiteur de corrosion, $H_2(\text{mesuré})$ est ≈ 0 ; l'activité bactérienne ainsi que la corrosion sont supposées faibles, $H_2(\text{activité bactéries}) + H_2(\text{corrosion}) \approx 0$; en supposant faible la diffusion de l'hydrogène dans l'acier, on peut en déduire que la teneur initiale dans le réservoir est faible ($H_2(\text{initial}) \approx 0$),

Malgré les difficultés prévisibles d'interprétation d'une variation de la concentration en hydrogène du fluide géothermal, l'expérimentation d'une sonde de mesure en continu a été engagée (Guandalino, 1990) avec la collaboration de la Société ORBISPHERES (Maurepas - 78). Elle a consisté à comparer les résultats obtenus par la sonde en laboratoire et sur des sites géothermiques, avec des mesures de concentration réalisées avec d'autres méthodes.

La sonde à hydrogène ORBISPHERES qui a été sélectionnée (modèle 2230) est constituée :

- d'une membrane perméable à l'hydrogène (H_2 gaz) ;
- d'une cellule électrochimique qui baigne dans un électrolyte aqueux de fluorure de sodium.

Quand l'hydrogène contenu dans le fluide traverse la membrane, il est oxydé suivant la réaction :



(ce qui est l'inverse d'une réaction d'oxydation d'un métal par H^+).

Les électrons ainsi produits servent à la réduction des ions Ag^+ et au relargage des ions chlorures (Cl^-), au niveau de la cathode :



Le flux direct des protons H^+ de l'anode vers la cathode et celui inverse des ions Cl^- constituent le courant électrochimique proportionnel à la pression partielle d'hydrogène dans le fluide. Ce courant, mesuré par un microprocesseur, est retranscrit directement en une concentration (mg/l ou ml/l) ou en une pression partielle d' H_2 (milli bar), puisqu'un étalonnage de l'appareil est effectué avant la mesure. La solubilité de l'hydrogène étant inversement proportionnelle à la température, un facteur correctif, intégré dans le programme du microprocesseur est appliqué à cette concentration.

Bien que les mesures aient été contrôlées avec succès avec les résultats obtenus par une autre méthode d'analyse (chromatographie phase gazeuse), les moyens techniques nécessaires à la surveillance et aux nettoyages (plus que quotidiens) la rendent inapte à une utilisation dans le cadre du télésuivi où l'objectif est d'obtenir une information en continu, et avec une maintenance la plus faible possible.

Les problèmes actuels de cette sonde (et pour toutes les sondes utilisées en géothermie), dans un tel environnement, restent :

- la tenue en pression,
- la présence des sulfures de fer qui s'y déposent et empêchent ou influencent la mesure,
- la présence du sulfure d'hydrogène qui empoisonne les sondes,
- la nécessité d'un nettoyage et d'un étalonnage fréquent (au moins une fois par jour).

De plus, le compromis recherché - robustesse des appareillages et précision suffisante pour déceler une anomalie de fonctionnement - n'est pas accessible actuellement.

On peut dire qu'actuellement on ne dispose pas de méthode simple de mesure de l'hydrogène et même si on en possédait une l'interprétation de sa mesure serait très difficile.

h) Dosage des inhibiteurs de corrosion

Le dosage des formules inhibitrices est délicat et coûteux, il ne doit être recommandé que dans des circonstances exceptionnelles comme le lancement d'un traitement.

Certaines méthodes usuelles ne sont pas adaptées aux caractéristiques de l'eau géothermale en raison notamment de sa salinité, de la présence d' H_2S ou de son pH. Dans la pratique on procède de manière indirecte en dosant un des constituants de l'inhibiteur comme par exemple le phosphore total (selon la norme NF T90-023) ou les amines et/ou ammonium quaternaires.

Le BRGM a mis au point des méthodes de dosage adaptées aux fluides géothermaux et pouvant être effectuées sur site. Dans un rapport (Ignatiadis et Police, 1991), sont décrites, expérimentées et comparées les différentes méthodes de dosage d'inhibiteur (amines et ammonium), d'une part au laboratoire sur des solutions synthétiques d'eaux douces et salées et, d'autre part, sur site sur des fluides géothermaux. Ce sont quatre méthodes colorimétriques, une méthode volumétrique et l'analyse par chromatographie en phase liquide haute performance (HPLC). Un inhibiteur a été choisi comme étalon : la Solamine 129® de SEPPIC. La méthode analytique à définir devait être applicable sur site et fiable pour des concentrations variant de 0,1 à 100 mg/l de Solamine 129®.

L'évaluation et l'intercomparaison de ces méthodes a permis de choisir les méthodes les plus fiables et transposables aux mesures sur site dans une gamme de concentration de 0,1 à 100 mg/l d'inhibiteurs dans l'eau. Ces méthodes ont un seuil de détection de 0,1 mg/l et une précision de l'ordre de 10 %. En effet, certaines de ces méthodes ont un seuil limite de détection supérieur aux concentrations rencontrées en géothermie (méthode volumétrique et HPLC). Elles ne sont pas applicables sans concentration préalable des composés à doser, technique trop lourde pour des manipulations de terrain. D'autre part, l'analyse par HPLC demanderait des temps d'analyse déraisonnables. D'autres méthodes ne sont pas applicables lorsque la matrice du produit à doser est l'eau du Dogger du Bassin Parisien, soit à cause de la présence du chlorure de sodium qui interfère, soit à cause de la présence du carbonate de calcium. Deux des méthodes testées correspondaient aux spécifications (deux méthodes colorimétriques). La première est plus sensible et a rencontré la préférence des auteurs. Toutefois, son inconvénient majeur est de nécessiter 6 minutes d'agitation manuelle d'ampoule à décanter, travail fastidieux et harassant, surtout si on a un grand nombre d'échantillons à analyser sur le site. Cette phase de l'analyse a été remplacée par une agitation magnétique sans modification de la qualité du dosage.

Dans ce même rapport (Ignatiadis et Police, 1991), sont présentées quelques applications pratiques réalisées en se servant des meilleures méthodes de dosage : une étude de la dégradation des inhibiteurs et une étude des variations de la teneur en inhibiteurs lors du cycle d'injection de deux sites (traitement au fond du puits et au niveau de la pompe d'exhaure). A partir de l'ensemble de ces expérimentations un protocole d'échantillonnage en vue de dosage de la concentration en inhibiteurs présents dans l'eau géothermale était proposé. L'utilisation de ces méthodes sur des sites traités a permis d'acquérir d'ores et déjà quelques données fort intéressantes sur la dégradation des inhibiteurs organiques de corrosion et sur les variations de concentration de ce produit en tête de puits sur des installations traitées en semi-continu.

Lors de la phase d'initiation d'un traitement par l'injection d'inhibiteur, pour optimiser les quantités d'inhibiteur à injecter, il est nécessaire de doser fréquemment, sur quelques jours, l'inhibiteur et le fer. Ceci permet d'une part de suivre la mise en place du film protecteur et d'autre part de déterminer la quantité optimum d'inhibiteur à injecter. Un suivi du même type doit être effectué pour connaître, lors d'un arrêt de l'injection de l'inhibiteur, la cinétique de décroissance de l'effet protecteur lié à la rémanence du film.

i) Autres analyses

• Dosage du manganèse

La corrosion libère le manganèse qui est un des constituants des aciers des casings. Il est donc théoriquement possible de relier l'augmentation de la teneur du fluide en manganèse à la vitesse de corrosion (Ignatiadis *et al.*, 1992 ; Ignatiadis et Abou Akar, 1992), si on connaît la part du manganèse dans l'acier (environ 1 % dans l'acier API-K55). Cela suppose également que l'on connaisse la teneur en manganèse du fluide géothermal, au sabot du puits de production, et que la quantité de manganèse produit par la corrosion soit supérieure au seuil de détectabilité des méthodes utilisées.

Dans la pratique le dosage n'est pas utilisé pour les raisons suivantes :

- la teneur en manganèse du fluide issu du réservoir n'est pas systématiquement connue,
- les teneurs à mesurer dans les fluides traités sont inférieures aux seuils de détection des appareils usuels situés entre 15 et 50 ppb. A titre d'exemple, une vitesse de corrosion de l'ordre de 100 µm/an, entraînera dans un puits standard une augmentation de la teneur en manganèse du fluide géothermal de 5 ppb.

• Dosage des chlorures

Le dosage des chlorures se fait par titration avec du nitrate d'argent. Une chaîne de titration automatique peut être utilisée (par exemple Mettler DL-20, burette de 10 ml, titrant, électrode, cellule de dosage). Le titrant est versé automatiquement dans la cellule et l'on mesure la différence de potentiel (ddp) entre l'électrode spécifique aux ions chlorures et l'électrode de référence. Il est nécessaire de fixer le premier volume et le volume total à verser. La dose de titrant versée est fonction de l'importance de la chute de ddp entre les deux points précédents : plus la chute de ddp est importante et plus le volume est faible. L'appareil détermine le point équivalent et calcule la concentration en mg/kg de solution, puisque c'est le poids de la prise d'essai (et non son volume) qui est mémorisé au début de chaque dosage.

La prise d'essai est effectuée à partir du fluide prélevé pour le dosage des anions. Elle est évaluée approximativement (suivant la concentration connue pour chaque puits) et pesée. Le titrant utilisé est l'AgNO₃ à 0,1 M. Le dosage s'effectue en milieu acide (3 gouttes de HNO₃) pour permettre la précipitation de AgCl.

• Dosage du calcium

Le dosage des ions Ca²⁺ se fait par complexométrie à l'aide de la même chaîne de titration automatique utilisée pour le dosage des chlorures. Toutefois, une phototrode (DP 660) est utilisée. Elle détecte le changement de couleur du mélange et détermine en conséquence la fin du dosage, donc la concentration de Ca²⁺ en mg/kg de solution. En effet, l'indicateur coloré (réactif Cal Ver, réf. : 36/37/38 de marque Hach) dans la solution à titrer forme avec le cation un complexe (indicateur-cation) de couleur violette. L'addition de l'Acide Ethylène Diamine Tétracétique (EDTA) forme un complexe (EDTA-cation) de couleur bleue plus stable que le précédent, d'où le changement de couleur.

La prise d'essai est effectuée à partir du fluide prélevé pour le dosage des cations. Le titrant est l'EDTA et le dosage s'effectue en milieu basique (2 ml de KOH 8N) pour précipiter les ions magnésium Mg²⁺ et éliminer l'influence des ions H⁺ libérés lors de la réaction.

• Dosage de la silice

Le dosage de la silice est effectué par colorimétrie. Le colorimètre de terrain (par exemple MERCK de type LMC1 système, monochromateur à réseau de 400 à 700 nm, équipé d'une cuve de 10 mm de chemin optique, à affichage digital) peut être calibré de façon à ce que la Densité Optique (D.O.) lue soit directement exprimée en concentration. Avec cet appareil, il est possible d'opérer à différentes longueurs d'ondes et à différents calibres selon l'élément à doser. Avant chaque dosage il faut vérifier le réglage de l'appareil avec des solutions étalons.

Le colorimètre fournit donc directement la concentration, mais pour plus de précision, il est conseillé de tracer la courbe représentant la concentration lue en fonction de la concentration étalon connue. La concentration lue pour chaque échantillon y est ensuite reportée.

La prise d'essai de 5 ml est effectuée à partir du fluide prélevé pour le dosage des anions. Les réactifs, spécifiques à l'élément à doser (Spectroquant®, Silicium, 14794) y sont ajoutés. L'appareil est fixé à la longueur d'onde de 650 nm et à un calibre d'environ 90.

• Analyse des traces

Le dosage des éléments en trace (chrome, nickel, cuivre, plomb, or, iodé, ...) est confié à un laboratoire d'analyse spécialisé (flacon de 100 ml filtré, acidifié). La méthode utilisée est le couplage d'un plasma inductif avec la spectrométrie de masse (ICP/MS).

• Analyses de gaz libres et des gaz dissous par chromatographie en phase gazeuse

Les gaz libres et les gaz dissous sont analysés par chromatographie en phase gazeuse*. Cette méthode permet une détermination précise de leurs teneurs dans le fluide.

Les teneurs s'expriment pour les gaz dissous en concentration réelle dans l'échantillon (mole/l) et pour les gaz libres en pourcentage volumique des gaz libres totaux dans l'ampoule. La connaissance du GLR et de la température du prélèvement permettent de déterminer, pour chaque gaz, sa concentration totale dans le fluide (mole/l) avant dégazage.

Principe du calcul : par définition le G.L.R. (exprimé en pourcentage) représente le rapport en volume de la phase gazeuse sur la phase liquide du fluide prélevé. Suivant la loi des gaz parfaits ($P \cdot V = n \cdot R \cdot T$), une mole de gaz occupe un volume de 22,4 l dans les conditions normales de température et de pression (0°C ou 273,15°K, 1 atm). Donc, pour une mole, $V = R \cdot T$ avec $R = (22,4 / 273,15) = 0,08205$, R étant la constante des gaz parfaits égale à 0,08205 l.atm/K.mol.

* Les conditions chromatographiques peuvent être les suivantes :

Chromatographe équipé d'un injecteur split-splitless (conditions : volume d'échantillon injecté = 0,5 ml ; t_{inj} = température ambiante ; fuite à 30 ml/mn ; purge à 0 ml/mn) et d'un microcatharomètre (détecteur) (conditions : $t_{dét}$ = 60°C, intensité de filament = 75 μ A). Fonctionnement en isotherme à 0°C.

Gaz vecteur : Argon ; débit = 6 ml/mn ; gaz additionnel jusqu'à 20 ml/mn.

Colonne : CHROMPACK MS 5A, PLOT en silice fondue, de 25 m de longueur, de 0,53 mm de diamètre intérieur.

Phase liquide MOLSIEVE 5A, épaisseur de film : 50 μ m.

La concentration d'un gaz libre donné dans l'ampoule est également exprimée en pourcentage volumique. La concentration de ce gaz (en mole/l) est égale à :

$$\frac{P \cdot GLR \cdot \text{pourcentage du gaz dans l'ampoule}}{T \cdot R}$$

Ainsi, la concentration totale (en mole/l) d'un gaz donné X dans l'échantillon prélevé est la somme des concentrations de X libre et dissous.

2.1.2. Contrôle des particules

a) Protocole de mesure

Le suivi de la charge solide en suspension est un moyen d'évaluer l'efficacité du traitement par inhibiteur. C'est également un moyen d'assurer une redondance avec les analyses chimiques. C'est un aspect recommandé si les procédés mis en oeuvre sont peu coûteux.

Deux procédés sont utilisés pour le contrôle des particules, la filtration étagée et le comptage des particules :

- **filtration étagée** : il s'agit d'une méthode très classique et peu coûteuse, qui permet de mesurer le poids des particules par intervalle de taille. L'eau est filtrée à travers plusieurs filtres de type Millipore ou Nucléopore à mailles progressivement décroissante (jusqu'à 0,2 µm). La filtration étant effectuée à l'air libre (pression atmosphérique), certaines espèces peuvent précipiter. Cette erreur s'ajoute à celles survenant lors des pesées des filtres. Si la procédure est rigoureuse, cette méthode, quoique imparfaite, permet de déceler des évolutions des caractéristiques du fluide ;
- **utilisation d'un compteur de particules** : le comptage des particules n'est pas une mesure du poids des particules, ni une mesure de la corrosion. Il permet de mesurer la taille des particules et leur nombre par intervalle de taille. C'est un moyen qualitatif d'évaluer l'effet de l'additif sur la stabilité de l'eau. Il s'agit d'une méthode relativement onéreuse, de mise en oeuvre délicate et qui ne se justifie que d'une manière exceptionnelle. Les facteurs limitants sont la pression maximale supportée par la cellule d'échantillonnage et l'adéquation de la bande de mesure avec le spectre des particules du fluide. Il est nécessaire d'appliquer scrupuleusement une méthodologie analytique et instrumentale. Les mesures doivent notamment être effectuées dans des conditions stabilisées préétablies ; il faut également tenir compte de l'anisotropie de répartition des particules dans la section fluide.

b) Interprétation des résultats

Ce contrôle des particules permet :

- de suivre l'évolution de la phase solide dans le fluide en fonction de divers paramètres d'exploitation, tels que température, pression, débit, dégazage, traitement du doublet par des inhibiteurs de corrosion ;

- d'estimer le rôle des dépôts dans les pertes de charge dans les tubages des puits et dans les échangeurs (mesures avant et après les échangeurs) ;
- d'étudier la cinétique de formation des particules solides et de croissance des bulles dans le fluide (apparition ou disparition d'une taille déterminée, augmentation ou diminution du nombre de particules pour une taille donnée ou chaque taille).

2.1.3. Analyses bactériologiques (numération et détermination des souches)

Outre le dosage de l'H₂S (vu au point précédent) qui permet un suivi indirect, il est possible d'effectuer des numérations dans le fluide géothermal. Toutefois, on ne dosera ainsi que les bactéries entraînées avec le fluide, sans donner une indication sur l'activité réelle et sur la localisation des bactéries (accrochées au réservoir ou sur la paroi des puits).

A l'heure actuelle, les méthodes de prélèvement et de numération utilisées en géothermie ne semblent pas être d'une précision irréprochable.

a) Méthodes de prélèvement *in situ* et transport des échantillons

Le protocole de prélèvement des échantillons d'eau géothermale en tête de puits ou des coupons de corrosion doit être suivi rigoureusement pour éviter toute contamination de l'échantillon par le milieu ambiant.

• Echantillons d'eau

Les flacons fournis (par les laboratoires d'analyse microbiologique) sont dégazés (mélange N₂-CO₂ - 0,5 bar) et stérilisés. Ils ne sont à ouvrir qu'au moment du remplissage de façon à éviter toute contamination par l'oxygène de l'air. Les capsules métalliques sont à enlever à l'aide du décapsuleur.

Leur remplissage par l'eau géothermale doit être effectuée, après écoulement de plusieurs litres d'eau, par débordement pendant 1 min 30 (ne pas oublier les gants !) de façon à conserver la réduction de l'eau indispensable à la survie des bactéries sulfato-réductrices.

Leur fermeture est à effectuer en plaçant le bouchon (butyl rubber) sur le flacon rempli à ras bord et en y introduisant une aiguille stérile (à n'utiliser qu'une fois) pour éliminer l'excédent d'eau. L'aiguille est à retirer dès que le bouchon est enfoncé.

Les échantillons prélevés sont à maintenir à une température proche de celle de l'eau du puits. De même pour l'expédition, il serait souhaitable que les flacons soient placés dans une glacière ou une boîte en polystyrène, avec une indication correspondant à la température de l'eau du puits au moment du prélèvement.

• Coupons de corrosion

Les coupons de corrosion entiers ou les dépôts créés sur leur surface seront, selon le même principe que précédemment, récupérés dans les bouteilles (dégazées et stérilisées) en restreignant au maximum leur temps de contact avec l'air.

Les bouteilles devront être remplies par débordement avant l'introduction du coupon ou du dépôt, afin que le jet d'eau ne désagrège pas le biofilm et le débordement sera poursuivi après, toujours de façon à éviter toute contamination par l'oxygène.

Les bouchons seront revisés mais en aucun cas leur septum ne devra être percé (une fois percé il n'est plus imperméable au gaz).

c) Méthodes d'analyse utilisées par les laboratoires spécialisés

Si les conditions leur sont favorables, des bactéries sulfato-réductrices peuvent se développer, dans les boucles géothermales au sein du fluide géothermal ou en étant fixées au niveau du réservoir et/ou sur la paroi des puits.

En règle générale, une forte teneur initiale en sulfures d'hydrogène (qui est un métabolite) empêche les développements bactériens. L'activité bactérienne se développera donc plus au sud que dans le nord du Bassin parisien.

Les inhibiteurs de corrosion organiques ont un effet bactériostatique à faible dose et bactéricide à dose élevée. Le traitement agit donc sur les populations bactériennes qu'il est intéressant de connaître. Pour cela, on effectue des numérations normalisées de cultures développées à partir d'échantillons du fluide géothermal.

- Numération par épifluorescence (germes totaux)**

Un volume de 18 ml d'échantillon (eau géothermale pure) est conservé jusqu'au comptage dans 2 ml de formol à 37% filtré sur une membrane de porosité 0,22 µm. Au moment du comptage, ces 20 ml sont filtrés sur un filtre de 0,22 µm préalablement coloré en noir au moyen d'Irgalan black. Cette opération a pour but de récupérer sur filtre les bactéries contenues dans l'échantillon. Ces bactéries sont ensuite colorées à l'acridine orange. Ce fluorochrome à la propriété de se lier aux acides nucléiques ADN et ARN des bactéries, en leur conférant une fluorescence verte et rouge orangée sous l'effet d'un rayonnement exciteur de longueur d'onde appropriée (470 nm). La quantification des bactéries se fait par comptage d'au moins 30 champs microscopiques, au microscope en lumière ultraviolette au grossissement 1000 avec l'objectif à immersion.

- Numération par la technique du nombre le plus probable (NPP)**

Les bactéries anaérobies totales, les *Thiobacillus*, les bactéries thiosulfato-réductrices et sulfato-réductrices sont dénombrées par cette méthode. Il s'agit d'un comptage indirect qui, par opposition au précédent, nécessite une étape de mise en culture de l'échantillon.

Cette méthode statistique est basée sur la dilution de l'échantillon et on admet que la réaction propre à l'espèce recherchée, intervenant dans la dernière dilution positive, est due à une seule cellule (clone). Cette analyse statistique tient compte de la répartition aléatoire des bactéries dans l'échantillon. 1 ml d'eau géothermale est ensemencé dans chacun des 2 flacons de milieu de culture qui constituent la première dilution (1/10 ème). Les autres dilutions se font en cascade de 10 en 10 par transfert de 1 ml de l'échantillon ou de sa dilution.

Le nombre de bactéries est déterminé après une période d'incubation plus ou moins longue suivant les bactéries recherchées, à partir de tables statistiques qui donnent le nombre le plus probable de l'espèce bactérienne recherchée dans 1 ml d'échantillon non dilué.

- **Méthode isotopique**

Il est également possible pour des expérimentateurs chevronnés de suivre l'activité bactérienne globale par l'analyse isotopique du $\delta^{34}\text{S}(\text{SO}_4^{2-})$ et du $\delta^{34}\text{S}(\text{HS}^-)$ à différents débits (Ignatiadis *et al.*, 1991a ; Ignatiadis, 1994) ou par le dosage de l' H_2S (vu précédemment).

2.2. SUIVI PAR COUPONS DE CORROSION

2.2.1. Procédures de mise en oeuvre

a) *Préparation des coupons*

Si la méthode de corrosimétrie par coupons est une méthode différée relativement coûteuse (il faut compter 12 h de travail par point de mesure), elle est irremplaçable et unique par la richesse des renseignements qu'elle fournit sur la corrosivité du fluide géothermal vis-à-vis d'un métal (Abou Akar et Lafforgue, 1994 ; Ignatiadis *et al.*, 1992 ; Amalhay, 1994).

Il n'existe pas actuellement une norme unique et internationalement reconnue pour la préparation, la mise en place et la desquamation des coupons de corrosion. Il existe cependant trois normes internationales qui traitent de l'utilisation des coupons de corrosion et qui se rapprochent sur l'essentiel. Il s'agit des normes NACE (NACE, 1975 et 1987; ASTM (ASTM, 1981) et de celles de l'Institut Français du Pétrole (Couget *et al.*, 1969) ; (cf. ann. 1).

Ce qui compte cependant plus que le choix d'une norme donnée, c'est la nécessité d'appliquer les procédures précises prescrites par la norme retenue pour la préparation des coupons avant exposition au fluide géothermal, leur mise en place dans les conduites et finalement leur traitement après exposition au fluide géothermal.

Les coupons sont fabriqués dans un acier identique ou similaire à celui du cuvelage. Il est donc préférable de les fabriquer dans l'acier API K55 qui est celui des tubages utilisés. C'est un acier au carbone avec un pourcentage moyen en carbone de l'ordre de 0,35 %. Cet acier répond cependant plus à des caractéristiques mécaniques données qu'à une composition chimique bien définie d'où la possibilité de choisir l'acier XC38 par exemple (0,38 % en carbone). Quelle que soit la nuance retenue, il est recommandé de mener l'étude avec des coupons fabriqués avec la même chute de tubage ou la même plaque.

Les dimensions idéales des coupons sont de l'ordre de (40 x 20 x 2 mm), ce qui correspond à une masse de 12,5 g environ. Ces dimensions correspondent à un compromis entre la nécessité d'avoir à la fois des coupons suffisamment lourds pour réduire l'incertitude sur les pesées mais suffisamment petits pour faciliter leur placement (souvent en nombre dans un porte-coupons de dimensions imposées par le diamètre du sas. Les coupons doivent être usinés (et non coupés) pour réduire les irrégularités des extrémités et leurs faces (du moins les deux faces basales) sont rectifiées puis sablées (projection de microbilles). Il est nécessaire de contrôler la rugosité afin d'obtenir à chaque fois un état de surface identique au précédent. Ils sont ensuite marqués dégraissés, séchés, pesés, conditionnés selon la norme NACE RP 07-75.

Pour éviter leur corrosion par l'oxygène et l'humidité de l'air avant exposition au fluide géothermal, les coupons peuvent être traités ; dans ce cas, il faut enlever la couche protectrice (cf. ann. 1) avant de plonger les coupons dans le fluide géothermal. La corrosion peut aussi être évitée par conservation des coupons dans un dessicateur contenant du silicagel (sous vide ou sous atmosphère inerte).

b) Mise en place

Les coupons sont placés dans des porte-coupons qui sont introduits dans le circuit géothermal par l'intermédiaire d'un sas. Un porte-coupons peut comporter jusqu'à douze coupons. Les dispositifs de fixation (vis téflon) et l'espacement des coupons seront étudiés pour éviter les pontages par les produits de corrosion et/ou les particules présentes dans le fluide. Le dessin du porte-coupons détermine exactement la surface totale d'exposition de chaque coupon.

La localisation du porte-coupons doit permettre d'éviter les artefacts liés à la position dans la veine fluide ou à la localisation dans la boucle, sauf si précisément on cherche à évaluer les phénomènes ayant lieu dans les singularités de la boucle.

Lors des prélèvements périodiques, il est recommandé de retirer plusieurs coupons afin de pouvoir calculer une vitesse moyenne de corrosion. Leur position respective doit être repérée pour détecter une éventuel mauvais emplacement (provoquant toujours par exemple une corrosion localisée). Le transport jusqu'au laboratoire de traitement doit être réalisé dans l'eau géothermale (flacon rempli à ras bord) et les coupons desquamés rapidement (le jour même ou le lendemain).

La périodicité des prélèvements doit être fixée et constante. Cependant, si l'on dispose d'un nombre suffisant d'emplacement, il est intéressant après une première mise en place de relayer la moitié d'entre eux. Ceci permettra par exemple de comparer une vitesse de corrosion calculée sur six mois avec une somme de deux vitesses de corrosion d'une durée de trois mois chacune.

Dans le cas d'un fluide traité par inhibiteur et compte tenu des vitesses de corrosion prévisibles (inférieures à 100 µm/an), il ne semble pas raisonnable d'effectuer un premier prélèvement dans un délai inférieur à un mois, voire deux, la perte de masse correspondante étant de l'ordre de quelques milligrammes sur un échantillon d'une douzaine de grammes.

A la mise en route d'un traitement, on peut effectuer le premier prélèvement au bout d'un mois, puis, tous les deux mois la première année et ensuite tous les 3 à 4 mois.

c) Exploitation des résultats

L'analyse périodique de routine des coupons prélevés porte sur :

- les calculs de perte de poids réalisés sur des coupons secs avant et après l'élimination des dépôts de produits de corrosion par desquamation (cf. ann. 1 pour le mode opératoire et un exemple de desquamation sur coupon). Ces calculs permettent de mesurer une vitesse de corrosion généralisée ; il est recommandé de réaliser les pesées sur la même balance, au 1/10ème de mg près ;
- l'observation visuelle ou à la loupe binoculaire de l'état de surface qui permet de repérer une éventuelle corrosion par piqûre ou tout autre forme de corrosion localisée.

D'autres analyses plus détaillées peuvent être réalisées si nécessaire de manière exceptionnelle :

- la composition chimique des produits de corrosion qui doivent être enlevés soigneusement lors de la desquamation et avant le premier bain à l'acide ;
- description par observation en microscopie optique des coupons bruts ou décapés ;
- confection de sections polies de coupes transversales des coupons, observation des stratifications des produits de corrosion sur ces sections au microscope optique ;
- identification des phases minérales cristallisées par diffractométrie aux rayons X ;
- observation morphologique, spectre de microanalyse, images de répartition des éléments sur les coupons bruts ou décapés ou sections polies par microscope électronique à balayage (MEB) ;
- détermination de l'épaisseur et de la composition du film par spectroscopie des photo-électrons (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis).

2.2.2. Limites du procédé

La méthode de corrosimétrie par coupons est irremplaçable et unique pour les divers renseignements auxquels elle donne accès. Elle reste cependant considérée comme la moins avantageuse en temps et en coût (12 h de travail par point de mesure). En plus, elle ne constitue pas une méthode de corrosion de type alarme, car sa réponse est différée dans le temps.

Il faut également noter que pour une boucle géothermale non traitée, la vitesse de corrosion du métal nu (cas des coupons) est supérieure à celle des tubages déjà revêtus par un dépôt leur assurant une certaine protection.

Au contraire, dans le cas des boucles traitées, les coupons présentent des vitesses de corrosion plus faibles que les tubages car ils sont mieux protégés que le tubage en raison de leur état de surface (métal nu) plus favorable au filmage par l'inhibiteur.

Ces mesures de vitesses de corrosion ont cependant l'inconvénient d'être effectuées en surface sur un fluide mono- ou diphasique, selon les conditions d'exploitation de la centrale. Afin d'étudier comparativement les vitesses de corrosion à la fois dans les zones monophasique et diphasique du fluide, il faut placer ces coupons de corrosion dans un puits de production artésien à différentes profondeurs par exemple au dessous et au dessus du point de bulle (Abou Akar et Lafforgue, 1994).

Outre la mesure de la vitesse de corrosion par détermination de la perte de masse, l'examen des sections polies aux microscopes métallographique et électronique fournit des renseignements utiles sur les différentes stratifications et leurs compositions. Une comparaison peut être faite ainsi entre les vitesses de corrosion et la formation des dépôts en zones monophasique et diphasique.

2.3. MESURES ELECTROCHIMIQUES

La corrosion est un phénomène électrochimique et donc se prête bien à l'étude par les méthodes électrochimiques. Les progrès récents réalisés dans ce domaine ont permis un développement rapide des techniques électrochimiques d'étude de la corrosion, qui sont passées du laboratoire de recherche fondamentale aux laboratoires industriels, puis aux installations réelles. Toutefois les appareillages disponibles sont encore à l'état de prototypes et, de ce fait, ne peuvent pas faire l'objet d'une diffusion et utilisation systématique.

Dans ce chapitre nous présentons brièvement quelques principes théoriques sur les techniques électrochimiques utilisées en géothermie.

La mesure de la vitesse de corrosion et l'évaluation de l'efficacité des formulations testées sont réalisées grâce à des méthodes électrochimiques stationnaires et transitoires (Amalhay et Ignatiadis, 1993a et 1993b; Amalhay, 1994).

Les méthodes stationnaires consistent à déterminer les vitesses de corrosion et d'autres paramètres cinétiques à l'aide des droites de Tafel et de la résistance de polarisation (d'une sonde plongée dans le fluide géothermal), ainsi qu'à suivre le potentiel de corrosion en fonction du temps d'immersion d'un échantillon témoin. Les appareils utilisés permettent une mesure indirecte de la perte de métal de l'électrode de mesure. Pour cela il s'avère nécessaire de procéder à un étalonnage particulier tenant compte de la surface de l'électrode. Un contrôle peut être effectué a posteriori par mesure de sa perte de masse.

Les méthodes transitoires font appel à la détermination de l'impédance électrochimique du système étudié. Cette technique, plus récente, plus sophistiquée, plus difficile à mettre en œuvre, est aujourd'hui la seule capable de donner des informations sur le comportement interfacial.

Toutefois, toutes ces méthodes indiquent la corrosivité d'un fluide ou milieu vis-à-vis du métal d'une électrode ou d'une sonde de corrosion. Il est donc nécessaire de procéder à une interprétation pour évaluer l'action réelle du fluide sur les métaux de la boucle géothermale. Les plus simples parmi ces méthodes, faciles à mettre en œuvre, méritent de passer au stade de routine et à la normalisation.

2.3.1. Méthodes électrochimiques stationnaires

a) *Suivi du potentiel libre de corrosion, E_{cor}*

Au cours de l'immersion des électrodes dans le fluide géothermal et avant chaque essai de polarisation, un suivi du potentiel libre de corrosion, c'est à dire du potentiel de l'électrode de travail à l'abandon pris par rapport à l'électrode de référence, est réalisé.

Le suivi du potentiel libre de corrosion des électrodes renseigne sur l'évolution des réactions électrochimiques intervenant dans le processus de la corrosion et sur l'établissement des conditions stationnaires, indispensables avant toute autre mesure électrochimique. Cette technique est donc très utile pour la compréhension des mécanismes de corrosion et de son inhibition.

b) Essais potentiostatiques

Les essais potentiostatiques consistent à suivre l'évolution du courant traversant l'électrode de travail lorsqu'elle est soumise pendant un certain temps à une tension imposée par le générateur. Cette technique a une grande utilité pour l'étude du comportement à la corrosion des aciers en présence des inhibiteurs de corrosion.

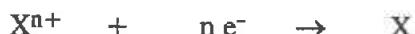
c) Essais de polarisation

Les théories de la corrosion permettent par la thermodynamique de prévoir la possibilité d'un phénomène de corrosion, mais ne permettent pas d'en calculer la vitesse, la corrosion étant un phénomène hors équilibre. Cette cinétique ne peut donc être déduite que par des mesures expérimentales.

Une réaction de corrosion est le résultat d'une réaction d'oxydation :



et d'une réaction de réduction :



A l'équilibre, on observe simultanément des phénomènes d'oxydation et de réduction correspondant à deux courants de même intensité mais de sens opposés (courant d'échange). Sans intervention externe, le système constitue une pile en court-circuit. Pour étudier le système il faut donc l'emmener hors de son état d'équilibre, d'où l'intérêt des méthodes de polarisation.

Théoriquement, lors d'une réaction électrochimique régie par un régime de transfert de charge, le courant I et la surtension $\eta = E - E_{cor}$ sont liés par l'équation de Butler Volmer suivante :

$$I = I_{cor} [\exp b_a (E - E_{cor}) - \exp (-b_c (E - E_{cor}))]$$

Le traitement de cette équation dans des conditions suffisamment anodiques ($\eta_a = E - E_{cor} \gg 0$) ou cathodiques ($\eta_c = E - E_{cor} \ll 0$) permet de remonter respectivement aux valeurs de b_a et b_c et par la suite d'en déduire les coefficients de transfert correspondants à une température donnée et la valeur du courant de corrosion.

b_a et b_c sont les pentes anodiques et cathodiques des droites de Tafel. Ces variables sont déduites graphiquement des parties linéaires des courbes de polarisation anodiques et cathodiques (resp.) sur le plan (E , Log I) (Fig. 2).

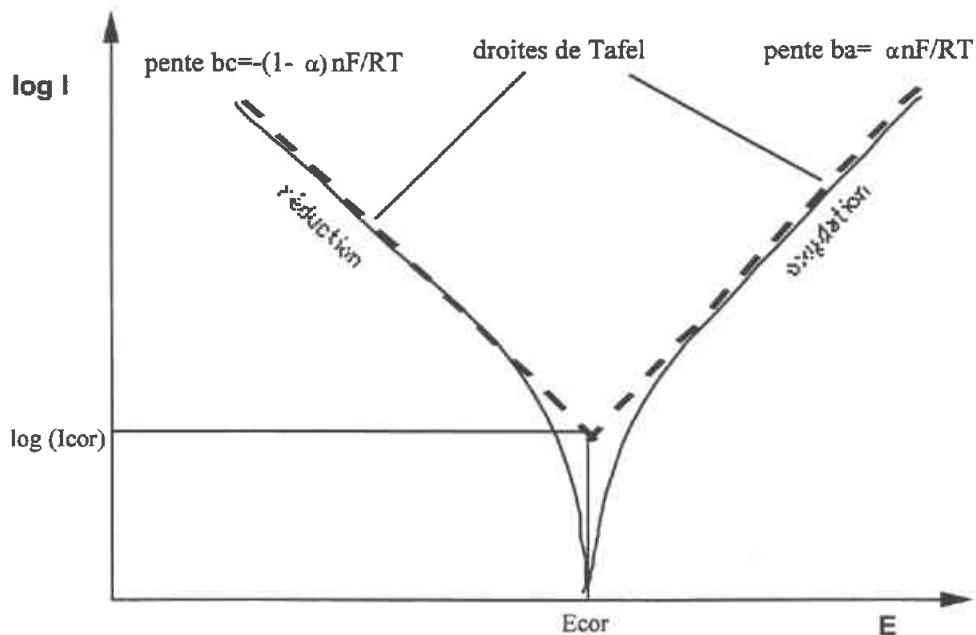


Fig. 2 -Courbe intensité-potentiel d'un couple "redox" en représentation d'Evans.
α et β = (1-α) sont les coefficients de transfert des réactions anodique et cathodique.

Ainsi, par cette méthode de polarisation linéaire, on peut déterminer I_{cor} et par suite la vitesse de corrosion, en appliquant la loi de Faraday.

Cette méthode est donc séduisante dans la mesure où elle permet un gain de temps considérable par rapport à la méthode pondérale. Par contre, elle a de nombreuses limitations qui font que, dans la pratique, la loi de TAFEL est rarement vérifiée. En voici les limitations essentielles :

- la réaction électrochimique à l'électrode doit être un transfert de charge pur (pas d'influence de la diffusion ou d'une résistance de couche à l'électrode) ;
- une seule réaction électrochimique doit intervenir à l'électrode. Cela élimine les régions proches du potentiel de corrosion, donc $(E - E_{cor})$ doit être suffisamment positif ou négatif, cela élimine également des systèmes où deux réactions se superposent, par exemple la réduction des ions H^+ et la réduction de l'oxygène en solution aérée pas très acide ;
- l'aire de l'électrode ne doit pas varier pendant le tracé de la courbe (temps d'expérience) et la composition de la solution doit rester inchangée, en particulier au voisinage de l'électrode. Ceci élimine théoriquement les solutions à pH voisin de la neutralité et non tamponnées.

Toutes ces conditions sont rarement remplies simultanément. De plus, on peut reprocher à cette méthode, la polarisation de l'électrode à des potentiels éloignés du potentiel naturel pris par le métal dans la solution, d'où une perturbation possible des réactions intervenant spontanément.

Par contre, dans le cas d'étude de la corrosion dans le Dogger où le fluide est anaérobie, le métal est en majorité constitué de fer (~ 98 %), le milieu est suffisamment tamponné grâce aux sulfures d'hydrogène et surtout aux ions carbonates, l'utilisation de cette technique est justifiée. Pour l'étude de l'efficacité des inhibiteurs de corrosion, l'examen du déplacement des pentes anodiques et cathodiques relatives aux segments des droites de TAFEL, obtenues lors de l'addition d'inhibiteur, fournit des indications utiles sur le mode d'action de l'inhibiteur (inhibiteur anodique, cathodique, agissant uniquement par adsorption non réactive,...).

Pour des faibles surtensions, $\eta = E - E_{cor} \approx 0$, le développement limité au premier ordre de la fonction exponentielle au voisinage de zéro permet d'écrire l'équation de I_{cor} précédente sous la forme :

$$I = 2,3 \cdot I_{cor} \cdot [1 + b_a(E - E_{cor}) - 1 + b_c(E - E_{cor})]$$

$$\frac{dI}{dE} = 2,3 \cdot I_{cor} \cdot (b_a + b_c) \quad \text{donc} \quad \frac{dE}{dI} = \frac{1}{2,3 I_{cor}} \cdot \frac{1}{b_a + b_c}$$

or b_a et b_c correspondent à l'inverse des constantes anodiques et cathodique de TAFEL :

$$\beta_a = \frac{1}{b_a} \quad \text{et} \quad \beta_c = \frac{1}{b_c} \quad \text{donc} \quad \frac{dE}{dI} = \frac{1}{2,3 I_{cor}} \cdot \frac{\beta_a \cdot \beta_c}{\beta_a + \beta_c}$$

$\frac{dE}{dI}$ a la dimension d'une résistance, d'où le nom de la méthode: "résistance de polarisation" notée : R_p .

Cette valeur ($R_p = dE/dI$) peut être obtenue expérimentalement en imposant une surtension de quelques millivolts de part et d'autre du potentiel libre en circuit ouvert, et en mesurant la pente de la droite $I = f(E)$ obtenue au potentiel d'équilibre.

La connaissance de R_p n'entraîne pas directement celle du courant de corrosion, I_{cor} , puisque le facteur de proportionnalité $\frac{\beta_a \cdot \beta_c}{\beta_a + \beta_c}$ intervient.

La détermination de ce rapport implique le tracé des segments de TAFEL. Si on considère que ce rapport reste constant pour un couple métal/solution corrosive donné, on voit que la résistance R_p varie en raison inverse de I_{cor} . Dans le cas d'un test de performance d'inhibiteur de corrosion, l'inhibiteur le plus efficace est celui permettant d'avoir une forte résistance de polarisation.

La validité de la relation $\frac{dE}{dI} = \frac{1}{2,3 I_{cor}} \cdot \frac{\beta_a \cdot \beta_c}{\beta_a + \beta_c}$ dépend de deux conditions :

1. Les variations du taux de recouvrement de l'électrode par l'inhibiteur ou les produits de corrosion, en fonction du potentiel appliqué, peuvent entraîner des mesures erronées de R_p . En effet, la différentiation de l'équation de I_{cor} par rapport au potentiel suppose que tous les paramètres implicites, autres que le courant, contenus dans l'équation, en particulier les surfaces des aires anodiques et cathodiques, restent constants lorsque E varie.

2. La courbe de polarisation $I = f(E)$ obtenue au voisinage de E_{cor} n'est pas toujours une droite. Pour pallier à ce problème de linéarité de la courbe de polarisation, plusieurs méthodes et traitements mathématiques de ces courbes aux voisinages du potentiel de corrosion sont proposés pour une estimation précise de la résistance de polarisation.

Lors des études, des programmes de calcul intégrés sont utilisés pour le calcul de ces paramètres.

Pour assurer des conditions quasi-stationnaires, le tracé des courbes de polarisation cathodiques et anodiques est effectué en mode potentiodynamique avec une vitesse de balayage de $0,1 \text{ mV.s}^{-1}$. Pour le tracé des droites de Tafel, afin de limiter la perturbation des électrodes utilisées pour un long suivi électrochimique, le balayage de potentiel couvre seulement 150 mV de part et d'autre du potentiel libre de corrosion de l'échantillon en commençant le balayage par la zone cathodique. Pour le tracé des courbes de résistance de polarisation, le balayage couvre 10 mV de part et d'autre du potentiel libre de corrosion en gardant généralement la même vitesse et le même sens de balayage de potentiel.

d) Détermination de la vitesse de corrosion et de l'efficacité des inhibiteurs

La détermination de la résistance de polarisation R_p , égale à l'inverse de la pente de la courbe courant-tension stationnaire au potentiel de corrosion, permet d'accéder au courant de corrosion :

$$I_{cor} = \frac{1}{2,3(b_a + b_c) \cdot R_p}$$

Connaissant la densité de courant de corrosion, la vitesse de corrosion est alors déterminée à partir de la relation suivante :

$$V_{cor} = C \cdot \frac{P \cdot I_{cor}}{d} \quad \text{où}$$

- P : poids équivalent de l'échantillon en gramme
 d : densité de l'échantillon en g/cm^3 . ($7,85 \text{ g/cm}^3$ pour l'acier au carbone utilisé).
 I_{cor} : densité de courant de corrosion mesurée en A/cm^2
 C : est une constante égale à $3,06 \cdot 10^4$
 V_{cor} : vitesse de corrosion en mm/an .

Quant à l'efficacité de l'inhibiteur elle est déterminée de la façon suivante :

$$E(\%) = \frac{V_{cor}^0 - V_{cor}}{V_{cor}^0} \cdot 100 \quad \text{où}$$

V_{cor}^0 : vitesse de corrosion en mm/an sans inhibiteur.

V_{cor} : vitesse de corrosion en mm/an en présence d'inhibiteur dans les mêmes conditions (temps, physico-chimie ...).

Trois types de sonde basées sur la mesure de résistance de polarisation ont été utilisés jusqu'à maintenant en géothermie : une sonde CORROPROBE de MEXEL (Haubourdin, 59), développée par l'association CEA-CFG, relève de la mesure précise des phénomènes, une autre, ANTICOR, fonctionne comme une alarme de défaillance du traitement par inhibiteur et une troisième sonde (Rorhback-Cosasco) est utilisée sur trois sites géothermiques de la région parisienne.

Les résultats expérimentaux obtenus par ces sondes montrent, comme dans le cas des coupons, que l'utilisation de ce type de sonde conduit à surestimer les vitesses de corrosion pour un fluide non traité et à les sous-estimer pour un fluide traité (Bray *et al.*, 1993 a,b,c,d).

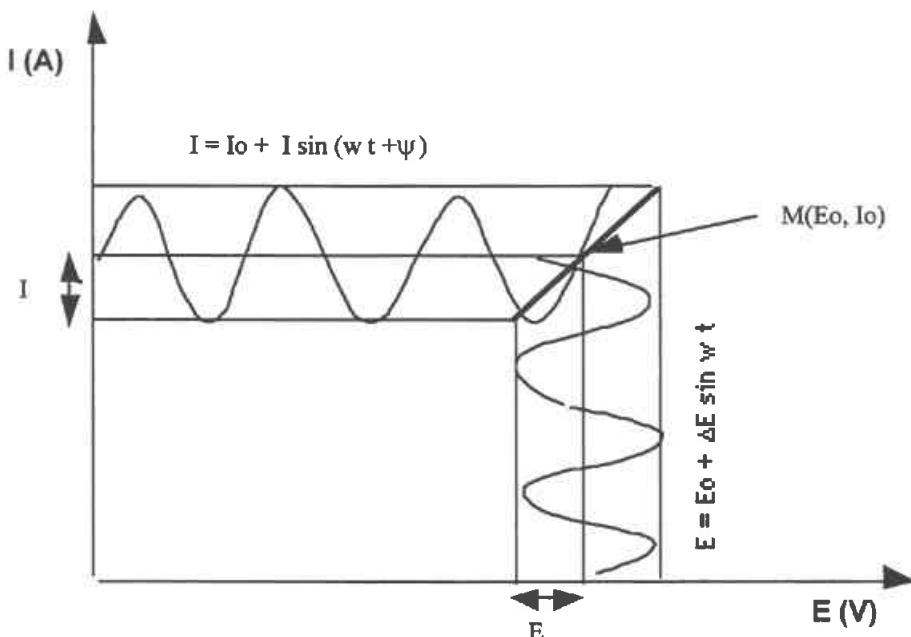
Cela relève du fait que les sondes neuves se filment très bien et se défilment très lentement. La réponse à l'injection d'un inhibiteur est rapide (quelques heures), alors que la réponse à l'arrêt du traitement est retardée puisqu'un film d'inhibiteur demeure sur le métal de la sonde. Cette indication peut paraître optimiste, car le film ne reste pas nécessairement aussi longtemps sur certaines parois de la canalisation. Tel est le cas si ces parois sont couvertes d'un dépôt important par l'effet conjugué d'une corrosion antérieure du métal trop forte et d'une circulation du fluide trop lente.

Néanmoins, les sondes raccordées au système de télésuivi (ACQUITEL) constituent un moyen de suivi particulièrement intéressant. La possibilité de disposer d'un signal continu permettrait de surveiller le fonctionnement du système d'injection d'inhibiteur. En particulier, en cas d'arrêt de celui-ci, l'alarme pourrait être donnée.

2.3.2. Méthodes transitoires : spectroscopie des impédances électrochimiques

La principale limitation des méthodes précédentes est qu'elles ne renseignent, du point de vue cinétique, que sur l'étape la plus lente se déroulant à chaque différence de potentiel imposée. Or, une réaction globale comporte souvent plusieurs étapes élémentaires caractérisées par des vitesses différentes. D'où l'intérêt d'employer une nouvelle méthode électrochimique non stationnaire, la technique des impédances électrochimiques.

La mesure des impédances électrochimiques, basée sur l'analyse dans un large domaine de fréquence de la réponse du courant (ou de la tension) du système à la perturbation de la tension (ou du courant) (fig. 3), peut permettre une identification des diverses étapes élémentaires impliquées dans les processus globaux de corrosion ou de protection.



$$\text{impédance } |z| = E/I ; z = |z| (\cos \omega t + j \sin \omega t) = a + jb$$

$$\text{déphasage} = \psi$$

Fig. 3 - Principe de détermination de l'impédance électrochimique en un point M de la courbe de polarisation.

L'impédance d'un élément de circuit électrique ne comprenant que des composants passifs peut être aisément déterminée par le calcul. Ainsi, pour un résistor de résistance R en parallèle avec un condensateur de capacité C , l'impédance à la pulsation W ($W = 2\pi f$, f étant la fréquence du courant sinusoïdal imposé) est donnée par :

$$\frac{1}{z} = \frac{1}{R} + \frac{1}{jCw} = \frac{1}{R} + jCw \quad \text{avec } j^2 = -1$$

$$\text{d'où: } Z = \frac{1}{\frac{1}{R} + jCw} = \frac{R}{1 + jRCw} = \frac{R(1 - jRCw)}{1 + (RCw)^2} = \frac{R}{1 + (RCw)^2} - j \frac{R^2 Cw}{1 + (RCw)^2}$$

$$\text{soit: } a = \frac{R}{1 + (RCw)^2} \quad \text{et} \quad b = \frac{-R^2 Cw}{1 + (RCw)^2}$$

$$\text{On démontre aisément que: } \left(a - \frac{R}{2} \right)^2 + b^2 = \left(\frac{R}{2} \right)^2$$

On remarque que la relation précédente représente l'équation d'un cercle $((R/2, 0), R/2)$ de centre $(R/2, 0)$ et de rayon $(R/2)$.

Ceci montre que les points de coordonnées (a, b) , obtenus pour différentes fréquences imposées au circuit, se placent sur un demi-cercle dont le centre est sur l'axe des abscisses et dont le diamètre est égal à la résistance R .

L'analyse qualitative et quantitative des diagrammes d'impédance rapportés dans le plan complexe (a, jb) conduit à la recherche de modèles susceptibles de traduire le comportement de l'interface en termes de schéma électrique équivalent en représentation de NYQUIST (fig. 4).

Dans la mesure où les diverses étapes élémentaires ont des vitesses suffisamment différentes, celles-ci apparaissent de façon différenciées sur le diagramme sous forme de boucles capacitatives ou inductives.

Dans le cas des études de corrosion et/ou d'inhibition, il sera en particulier extrêmement intéressant d'identifier sur le diagramme la boucle correspondant à l'étape d'activation ou de transfert de charge. En effet, le diamètre de cette boucle fournit la valeur de la résistance de polarisation ou de transfert R_t , qui est une grandeur inversement proportionnelle à la vitesse de corrosion.

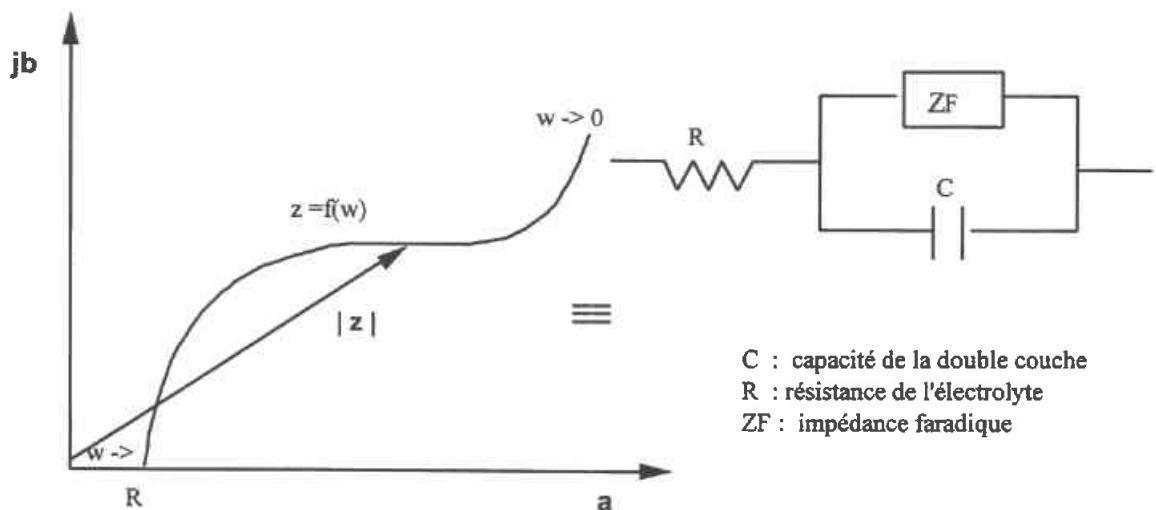


Fig. 4 - Circuit équivalent d'une interface métal/solution et diagramme d'impédance correspondant.

Les phénomènes mis en jeu étant complexes, ils ne conduisent que rarement à des demi-cercles centrés sur l'axe des abscisses. Le schéma électrique équivalent est en général plus compliqué et l'on doit ajouter aux composants passifs (résistors, condensateurs et selfs) des éléments artificiels ayant sur l'impédance du circuit le même effet que certains phénomènes (diffusion par exemple) ont sur l'impédance de l'électrode. La technique des simulations numériques aide alors à ajuster les valeurs des paramètres aux résultats expérimentaux.

Au cours de études en géothermie, les mesures d'impédances électrochimiques sont réalisées dans une gamme de fréquence de 10^5 à 10^{-3} Hz. La mesure est faite au potentiel libre de corrosion de l'acier avec une perturbation de 5 mV crête à crête pour les fréquences supérieures à 1Hz à raison de 8 mesures par décade et 10 mV crête à crête pour les fréquences inférieures à 1Hz avec deux à trois cycles d'intégration. La mesure des impédances électrochimiques est réalisée en alternance avec les autres méthodes électrochimiques, après un temps nécessaire pour la stabilisation du potentiel des échantillons.

De travaux récents ont montré l'intérêt de ces méthodologies dans l'évaluation de l'effet inhibiteur de certaines formulations (Ignatiadis et Le Dinh Bao, 1994 ; Amalhay *et al.*, 1994a ; Amalhay, 1994). Ces méthodologies restent toutefois lourdes à mettre en oeuvre par un maître d'oeuvre sous-sol puisqu'elles nécessitent une investissement important en matériel et ressource humaine qualifiée, une mise en oeuvre délicate et une interprétation qui est la fruit des plusieurs années d'expériences.

2.4. CONTROLE DU FONCTIONNEMENT DES DISPOSITIFS D'INJECTION D'ADDITIFS EN FOND DE PUITS DE PRODUCTION

Le rôle des dispositifs d'injection d'additifs en fond de puits de production est d'introduire dans le fluide géothermal, à l'extrême inférieure du puits de production un additif de traitement choisi à une concentration et un instant bien déterminés. Pour cela, ils comprennent des équipements de dosage (pompe doseuse, bâche d'aspiration, alimentation en eau de ville ou en fluide géothermal) et d'injection à la surface du sol et un tube reliant hydrauliquement la tête de puits au sabot du cuvelage de production.

La centrale de dosage repousse l'additif dans le tube qui le conduit avec un certain retard, au sabot du cuvelage. Ce retard dépend de la caractéristique débit-niveau hydrodynamique du puits, de la technique de transfert de l'additif dans le tube (produit pur, mélange produit et eau géothermale) et des caractéristiques de l'asservissement de la pompe doseuse de la centrale aux paramètres (débit géothermal, pression en tête de colonne d'exhaure, température, etc.) définissant la marche de la boucle géothermale.

Le contrôle du fonctionnement des dispositifs d'injection d'additifs en fond de puits de production devrait donc être effectué au moyen d'un appareil de mesure de la concentration de l'additif considéré dans le fluide géothermal possédant les caractéristiques suivantes :

- installé dans le puits de production à une distance de la tête d'injection du tube suffisante pour permettre l'homogénéisation du fluide en additif. Une centaine de mètres paraît convenir ;
- transmettant l'indication à la surface du sol en temps réel afin de permettre l'asservissement du débit d'additif au débit d'eau géothermale ;
- pouvant mesurer la concentration de divers produits pour autoriser le changement de type d'additifs ;
- possédant une fiabilité et une durée de vie élevées.

Cet appareil, idéal, ne paraît pas exister actuellement, ni même dans un proche avenir.

En temps réel, il n'est possible que de contrôler le seul fonctionnement du dispositif d'injection de surface et de supposer que le TIAFP conduit l'additif jusqu'au sabot du cuvelage du puits de production. Il faut donc définir des moyens de vérifier la marche de la centrale de surface (2.4.1) et l'intégrité du TIAFP (2.4.2).

2.4.1. Contrôle de la marche de la centrale de dosage et d'injection

La centrale de dosage et d'injection de surface a pour fonction d'injecter dans le TIAFP un inhibiteur de façon à ce qu'à un instant donné sa teneur dans le fluide géothermal soit égale à une valeur déterminée à l'avance. Pour cela, la centrale puise l'inhibiteur dans une bâche hydraulique et le repousse, à un débit fonction du débit géothermal, dans une conduite reliant la bâche à l'extrémité supérieure du TIAFP située à proximité immédiate de la tête du puits de production. Le fonctionnement de la centrale de dosage et d'injection doit donc être contrôlé par la mesure et l'enregistrement du débit d'inhibiteur injecté dans le TIAFP, du débit géothermal pompé ainsi que par le calcul de leur rapport d'autre part.

La persistance du film d'inhibiteur sur les parois des tubes est une condition nécessaire au maintien en bon état des puits du doublet. La continuité de l'injection est la condition nécessaire à l'existence du film. Il n'existe pas d'informations incontestables quant à la vitesse de disparition (respectivement : formation) du film d'inhibiteur en cas d'arrêt (resp : démarrage) du système d'injection en fond de puits. La boucle de pompage géothermale ne pourra être démarrée qu'après constatation de la mise en route et de la bonne marche de la centrale doseuse. La mise à l'arrêt de la centrale doseuse devra :

- déclencher immédiatement une alarme chez l'exploitant de la centrale de chauffage afin qu'il prenne au plus tôt les mesures nécessaires (approvisionnement en inhibiteur, débouchage ou remplacement de conduites, réparation pompe doseuse, etc.) ;
- mettre à l'arrêt, dans un délai de 8 à 24 heures suivant l'additif, les installations de chauffage géothermal.

Afin de permettre la vérification par les autorités compétentes des consignes précédentes, les débits géothermal et d'inhibiteur devront être enregistrés sur le même diagramme.

Le débit géothermal sera mesuré au moyen du débitmètre de la boucle de pompage géothermale dont l'indication sera transmise à la centrale par un moyen approprié (ligne 0,4 - 20 mA, 0 - 5 V, etc.). Le débit d'inhibiteur devra être mesuré au moyen d'un débitmètre placé au refoulement de la pompe doseuse ; il sera possible de seulement mesurer les grandeurs définissant la marche de la pompe doseuse si celles-ci sont liées univoquement à l'injection du produit (course et rythme du piston pour une pompe à piston, vitesse de rotation pour une pompe à vis ou engrenages, etc.) et que toutes les précautions sont prises pour assurer une alimentation hydraulique convenable de la pompe (surélévation de la bâche, pompe de gavage, etc.).

L'injection d'inhibiteur étant essentielle pour la vie de la boucle géothermale il est impératif de contrôler la consommation de produit par une mesure du niveau dans la bâche hydraulique d'approvisionnement (p. ex. : limnigraphie à flotteur, capteur inductif). Les pompes doseuses sont protégées contre l'éclatement par une soupape de surpression dirigeant le fluide de refoulement vers la bâche. Il faudra mettre en place sur la conduite correspondante, à proximité du refoulement de la soupape, un détecteur de débit.

Lorsque l'additif est conduit à l'extrémité inférieure du TIAFP par un liquide auxiliaire (fluide géothermal, eau industrielle, etc) il est nécessaire en outre de mesurer le débit du mélange en aval du point d'injection de l'inhibiteur dans la conduite centrale doseuse-TIAFP. Le débit total inhibiteur/liquide auxiliaire sera mesuré au moyen d'un débitmètre installé sur la conduite reliant hydrauliquement la centrale à la tête du TIAFP.

La centrale doseuse devra être mise à l'arrêt en cas de :

- débit d'inhibiteur trop faible (colmatage conduite ou TIAFP, dysfonctionnement centrale) ou trop élevé (rupture conduite, dysfonctionnement centrale) ;
- débit de mélange trop faible (colmatage TIAFP, bouchage alimentation) ou trop élevé (rupture TIAFP, emballement centrale, dysfonctionnement alimentation) ;
- détection d'un retour de l'inhibiteur à la bâche (fermeture robinet au refoulement de la pompe doseuse, colmatage conduite ou TIAFP) ;
- absence d'abaissement du niveau dans la cuve d'approvisionnement en inhibiteur (environ 25 mm en 24 heures, pour un débit géothermal de $300 \text{ m}^3/\text{h}$ et une teneur en inhibiteur de 2,5 ppm).

Les valeurs désirables des débits d'inhibiteur ou de mélange doivent être calculées en fonction du débit géothermal pompé d'après les caractéristiques (variation niveau hydrodynamique et pression en tête de puits d'exhaure en fonction du débit géothermal) des puits. Les valeurs de leurs seuils ou plafonds seront fixées lors des essais de la boucle géothermale qui peuvent être effectués une fois par an.

2.4.2. Contrôle de l'intégrité du tube d'injection d'additifs en fond de puits

La fonction du tube d'injection d'additifs en fond de puits est de recevoir à son extrémité supérieure le produit inhibiteur et de l'éjecter avec un retard calculable à son extrémité inférieure à proximité du sabot du cuvelage du puits de production. Le TIAFP ne doit donc pas présenter de percement, rupture ou bouchage. La détection de ces événements peut être effectuée par la surveillance des variables de régulation de la centrale doseuse (a) ou des visites périodiques (b).

a) Détection d'une altération du TIAFP par la surveillance des variables de régulation de la centrale doseuse

Un fluide ne peut s'écouler dans le TIAFP qu'en surmontant les forces de frottement, conséquences de son déplacement même, et la contre-pression exercée par le fluide géothermal à l'extrémité inférieure du tube. Comme pour toute conduite il existe une relation caractéristique entre le débit d'un écoulement dans le TIAFP et la perte de charge qu'il y subit. Un percement, une rupture ou un colmatage du TIAFP modifient cette relation et, par voie de conséquence, la pression à son extrémité supérieure. Par exemple, à débits géothermal et d'inhibiteur donnés, un percement entraînera une diminution de la pression en tête de TIAFP. Sa valeur dépend de la technique choisie pour le transport de l'inhibiteur vers le sabot du cuvelage du puits de production. Elle peut être estimée pour les divers types de TIAFP actuellement utilisés en région parisienne.

A titre de démonstration nous pouvons prendre le cas d'un puits de production imaginaire de caractéristiques :

- profondeur 1800 m,
- cuvelage 7" (diamètre intérieur 159,4 mm),
- pompe d'activation à 200 m de profondeur,
- niveau hydrodynamique à 100 m sous le sol au débit géothermal de 200 m³/h,
- station de dosage et d'injection à 50 m de la tête de puits à la même altitude,
- masse volumique et viscosité de l'eau géothermale indépendantes de sa teneur en inhibiteur et égales respectivement à 990 kg/m³ et 399 µPas.

Le TTGP CFG-FORPLEX comporte deux tronçons supérieur (acier inoxydable 6/8 sur 50 m en surface et 200 dans le puits) et inférieur (tube composite de diamètre intérieur 25 mm sur 1600 m) reliés à proximité de la pompe d'exhaure. Il est alimenté en fluide géothermal par un piquage situé sur la conduite d'admission dans la centrale de chauffage. Seule la partie horizontale, à l'extérieur du puits, du tronçon supérieur peut être équipée d'appareils de mesure. Le fluide peut s'y écouter en occupant tout ou partie de la section de la conduite. Les mesures de débit et de pression ne seront représentatives des conditions d'écoulement et donc utilisables comme données pour les appareils de régulation de la centrale doseuse que dans le premier cas.

La pression dans le puits au sabot du cuvelage sera donnée par l'équation de Bernoulli :

$$P_{1800} - 990 \times 9,81 \times 1800 = P_{100} - 990 \times 9,81 \times 100 + PC_{200}^{1800} \times 990 \times 9,81$$

où PC_{200}^{1800} est la perte subie par le fluide géothermal dans le cuvelage depuis le sabot jusqu'à l'admission de la pompe immergée

$$P(1800) = 990 \times 9,81 (1700 + PC_{200}^{1800})$$

PC_{200}^{1800} est donnée par la formule de Colebrook appliquée à un annulaire de diamètres intérieur et extérieur de 32 et 159,4 mm comme valant 63,7 m.

La pression à l'extrémité inférieure du tronçon composite est égale à celle régnant dans le cuvelage à cette profondeur soit 171,3 bars.

La perte de charge dans la conduite inférieure est environ 130 fois inférieure à celle survenant dans la conduite supérieure. Elle pourra être négligée et la répartition des pressions dans le tube composite considérée hydrostatique. La pression à l'extrémité inférieure du tronçon supérieur sera donc égale à $171,3 \times 10^5 - 1600 \times 990 \times 9,81 = 15,9$ bars.

La pression à la surface du sol dans la conduite supérieure en acier inoxydable sera donnée par l'équation de Bernoulli :

$$p_0 + 990 \times 9,81 \times 0 = p_{200} - 990 \times 9,81 \times 200 + PCT \times 990 \times 9,81 \text{ où } PCT \text{ est la perte de charge subie par le mélange dans le tronçon supérieur depuis le piquage jusqu'à la liaison avec le tronçon inférieur.}$$

Le tableau 1, établi au moyen de la formule de Colebrook pour un tube plein, montre que ce n'est que pour un débit supérieur à environ 80 l/h que les conditions d'écoulement dans le TTFP peuvent être contrôlées.

Débit mélange (m ³ /h)	Perte de charge (m)	Pression piquage (bar)	Pression tête TIAFP (bar)
0,08	38,9	0,25	-
0,09	47,7	1,11	0,19
0,10	57,4	2,05	0,93
0,12	78,9	4,13	2,60
0,14	103,4	6,52	4,51
0,16	130,7	9,17	6,63

Tabl. 1 - Conditions d'écoulement dans le tube supérieur du TTFP CFG-Forplex.

Pour une pression en tête de puits d'exhaure (refoulement de la pompe immergée d'activation) de 9 bars, le débit du mélange atteindra environ 160 l/h. Lorsque cette pression passera sous 1 bar, une pompe auxiliaire devra alimenter le TTFP en fluide géothermal afin que la conduite supérieure soit toujours pleine d'eau. Si le tube inférieur en acier inoxydable est rompu à 50 m sous la tête de puits, donc au-dessus du niveau d'eau dans une zone à contre-pression pratiquement nulle, un calcul de pertes de charges semblable (pour une conduite de 100 m) montre que pour une pression en tête de 9 bars le débit atteint 270 l/h (accroissement de 70 %). Si la rupture a lieu à 150 m la contre pression est de 4,9 bars et le pression au niveau du piquage égale à $4,9 \cdot 10^5 - 150 \times 9,81 \times 990 + 9,81 \times 990 \times PC$ où PC est la perte de charge dans un tube de longueur 200 m. Le débit atteindra alors 180 l/h. Il apparaît donc que seule la rupture du tronçon supérieur du TTFP CFG-Forplex immédiatement sous la tête de puits peut être détectée par les mesures de pression et de débit nécessaires à la régulation de la centrale doseuse.

Dans le cas du TAI-GPC (diamètres intérieur et extérieur 6 et 28 mm) la liaison entre la centrale de dosage et le sabot du puits de production est effectuée par une seule conduite en acier inoxydable et l'inhibiteur est injecté prêt à l'emploi. Pour une concentration de 5 ppm et un débit géothermal de 200 m³/h le débit d'inhibiteur s'élève à 1 l/h. L'écoulement est laminaire puisque le nombre de Reynolds est inférieur à 2000 ; le coefficient de frottement est égal à 64/ (nombre de Reynolds) (Hydraulic Institute). La partie supérieure du TAI est gonflée à l'azote de façon à y maintenir le niveau à une profondeur supérieure à, approximativement, deux fois celle du niveau hydrodynamique (soit 200 m ici). La perte de charge dans 1600 m de TAI pour divers inhibiteurs est donnée dans le tableau 2.

Masse volumique (kg/m ³)	Viscosité (μ Pas)	Pertes de charge (m)
1100	100 000	129
1020	130 000	181
1030	11 000	15
1024	2 000	3
1000	1 000	1,4

Tabl. 2 - Conditions d'écoulement dans le TAI-GPC.

Les calculs ci-dessous sont effectués, sauf indication contraire, pour l'inhibiteur 1 020 kg/m et 130 000 μ Pa.s.

La pression dans le puits au sabot du cuvelage est égale à :

$$P_{1800} = P_{100} + 990 \times 9,81 (1700 + PC_{200}^{1800})$$

où PC_{200}^{1800} est la perte de charge subie par le fluide géothermal dans le cuvelage depuis le sabot jusqu'à l'admission de la pompe immergée. PC_{200}^{1800} est donnée par la formule de Colebrook appliquée à un annulaire de diamètres intérieur et extérieur de 28 et 159,4 mm comme valant 60,3 m.

La pression à l'extrémité inférieure du TAI est égale à celle régnant dans le cuvelage à cette profondeur soit 171,0 bars.

La pression dans la bulle d'azote sera égale (loi de Bernoulli) à :

$171.10^5 - 1600 \times 9,81 \times 1020 + 9,81 \times 1020 \times 181 = 29,0$ bars environ. Si le TAI est rompu à 50 m sous la tête de puits, donc au-dessus du niveau d'eau dans une zone à contre-pression pratiquement nulle, la pression de la bulle s'effondrera immédiatement. Si la rupture se produit à 150 m sous le sol, la pression dans la bulle d'azote se stabilisera à 4,9 bars valeur de la contre-pression à ce niveau. Le fonctionnement du TAI GPC dans le cas d'une rupture dans la zone pleine d'inhibiteur est semblable à celui d'un TAI en bon état mais de longueur diminuée. La pression dans le TAI à la hauteur de la rupture est égale à celle régnant dans le cuvelage soit (par exemple) pour 1000 m :

$$P_{1800} - 990 \times 9,81 \times 1800 = P_{1000} - 990 \times 9,81 \times 1000 + PC_{1000}^{1800}$$

où PC_{1000}^{1800} (perte de charge dans l'annulaire cuvelage-TAI entre 1800 et 1000 m) vaut 30,2 m.

$P_{1000} = 171.10^5 - 990 \times 9,81 \times 800 - PC_{1000}^{1800} \times 990 \times 9,81 = 90,4$ bars. Le niveau d'inhibiteur s'établira à 250 m sous le sol. En effet la pression dans la bulle d'azote s'abaissera à (loi de Boyle-Mariotte) 24 bars et la pression dans le TAI à l'endroit de la rupture à $24.10^5 + 9,81 \times 1020 (750 - 85,1) = 90,5$ bars (la perte de charge dans le TAI est de 85,1 m).

Dans le cas de l'inhibiteur de caractéristiques 1024 kg/m³ et 2000 μ Pa.s, la pression dans la bulle d'azote est égale à 10,6 bars pour un TAI dont l'extrémité inférieure se trouve à 1800 m sous le sol (de même 0 bar pour 50 m ; 4,9 bars - 150 m ; 10,6 bars - 1000 m).

La rupture du TAI GPC peut être détectée par la mesure de la pression à son extrémité supérieure lorsqu'un inhibiteur à très forte viscosité est employé ; si la viscosité de l'inhibiteur est comparable à celle de l'eau seule, la rupture immédiatement sous la tête de puits sera détectable.

Dans le cas du TTFP Sperry-Sun (diamètres intérieur et extérieur 7,04 et 15,9 mm) la liaison entre la centrale de dosage et le sabot du puits de production est effectuée par une seule conduite en Incoloy et l'inhibiteur est injecté prêt à l'emploi. Pour une concentration de 2 ppm et un débit géothermal de 200 m³/h, le débit d'inhibiteur s'élève à 0,4 l/h. L'écoulement est laminaire puisque le nombre de Reynolds est inférieur à 2000 ; le coefficient de frottement est égal à 64/ (nombre de Reynolds) (Hydraulic Institute). La partie supérieure du TTFP Sperry-

Sun est vide ; l'inhibiteur ayant une masse volumique de 1030 kg/m³ le niveau se maintient approximativement à 100 m sous le sol. La perte de charge dans 1700 m de tube est de 18 m pour un inhibiteur de viscosité 57 000 µPas.

La pression dans le puits au sabot du cuvelage est égale à :

$$P_{1800} = P_{100} + 990 \times 9,81 (1700 + PC_{200}^{1800})$$

où PC_{200}^{1800} est la perte de charge subie par le fluide géothermal dans le cuvelage depuis le sabot jusqu'à l'admission de la pompe immergée. PC_{200}^{1800} est donnée par la formule de Colebrook appliquée à un annulaire de diamètres intérieur et extérieur de 15,9 et 159,4 mm comme valant 52,3 m.

La pression à l'extrémité inférieure du TTFP est égale à celle régnant dans le cuvelage à cette profondeur soit 170,2 bars. Le niveau d'inhibiteur s'y établit à une profondeur H sous le sol telle que (loi de Bernoulli) : $170,2 \cdot 10^5 + (18 - 1800) \times 9,81 \times 1030 = - H \times 9,81 \times 1030$

H vaut donc : 98 m.

La pression dans la partie supérieure du TTFP Sperry-Sun est nulle ; le niveau d'inhibiteur s'y établit à une profondeur pratiquement égale à celle du niveau hydrodynamique dans l'annulaire colonne de suspension-cuvelage. Une rupture de l'équipement ne pourra être détectée par l'observation des conditions d'écoulement de l'inhibiteur.

b) Détection d'une altération du TIAFP par des visites périodiques

Un TIAFP est en bon état s'il disperse un inhibiteur dans le fluide géothermal au sabot du cuvelage du puits de production. Vérifier son intégrité consiste donc à déterminer la profondeur de la tête d'injection.

La mesure directe serait extrêmement attrayante du point de vue de la sensibilité et de la fiabilité. L'industrie pétrolière utilise couramment des détecteurs mécaniques d'extrémité de colonne de production (traduction de "tubing end locator") descendus dans le puits au moyen d'une corde à piano. L'appareil comporte un corps et un doigt effaçable de dimensions appropriées à la colonne dont on veut déterminer la longueur. Le doigt se dresse perpendiculairement à l'axe du corps quand le détecteur passe sous l'extrémité de la colonne. A la remontée le doigt va accrocher la colonne ; la profondeur est lue sur le profondimètre du treuil de manœuvre. Le cisaillement d'une goupille permet d'effacer le doigt dans le corps et de remonter le détecteur à la surface du sol. Ces appareils ne sont malheureusement pas disponibles dans les diamètres des TIAFP. Il faut donc recourir à des mesures indirectes telles que le traçage ou le bullage.

Dans le traçage un bouchon de colorant effectue le trajet extrémité inférieure TIAFP - tête d'injection TIAFP - cuvelage (s) - pompe d'activation - colonne de suspension - tête du puits.

La durée totale du trajet est donnée par :

$$T = \frac{L_1 \pi D_1^2}{4Q_i} + \frac{L_2 \pi D_2^2}{4Q_i} + \frac{L_2 \pi (D_c^2 - D_e^2)}{4Q_p} + \frac{L_1 \pi D_4^2}{4Q_p} \text{ où :}$$

- * L_1 , D_1 sont la longueur et le diamètre intérieur du tronçon du TIAFP situé entre la tête de puits et la pompe immergée d'activation ;
- * L_2 , D_2 , D_e sont la longueur et les diamètres intérieur et extérieur du tronçon du TIAFP situé dans le cuvelage 7" sous la pompe immergée d'activation ;
- * D_c est le diamètre intérieur du cuvelage 7" ;
- * D_4 est le diamètre intérieur de la colonne de suspension de la pompe immergée d'activation ;
- * Q_i et Q_p sont les débits des écoulements dans le TIAFP et le puits.

La longueur du tube composite s'en déduit :

$$\frac{\pi L_2}{4} \left[\frac{D_2^2}{Q_i} + \frac{D_c^2 - D_e^2}{Q_p} \right] = T - \frac{L_1 \pi D_1^2}{4Q_i} - \frac{L_1 \pi D_4^2}{4Q_p}$$

$$\pi L_2 [Q_p D_2^2 + Q_i (D_c^2 - D_e^2)] = 4 T Q_i Q_p - L_1 \pi D_1^2 Q_p - L_1 \pi D_4^2 Q_i$$

$$L_2 = \frac{4 T Q_i Q_p - L_1 \pi D_1^2 Q_p - L_1 \pi D_4^2 Q_i}{\pi [Q_p D_2^2 + Q_i (D_c^2 - D_e^2)]}$$

En admettant que les diamètres et la longueur du tube d'acier inoxydable soient connus parfaitement, l'erreur sur L_2 est donnée par, tous calculs faits, (avec $V = Q_p D_2^2 + Q_i (D_c^2 - D_e^2)$)

$$\Delta L_2 = \frac{4 Q_i Q_p \Delta T}{\pi V} + \frac{Q_p \Delta Q_i |(4 T Q_p - L_1 \pi D_4^2) D_2^2 + (D_c^2 - D_e^2) L_1 \pi D_1^2|}{\pi V^2}$$

$$+ \frac{Q_i \Delta Q_p |(4 T Q_i - L_1 \pi D_1^2) (D_c^2 - D_e^2) + D_2^2 L_1 \pi D_4^2|}{\pi V^2}$$

Dans le cas du TTFP CFG-FORPLEX, la durée théorique des diverses étapes du traçage et l'erreur possible sur la longueur du tube composite figurent dans les tableaux 3 et 4.

Tronçon	Description	Diamètres intérieur et extérieur (mm)	Débit (m ³ /h) longueur (m)	Temps (s)
1	Tube acier inoxydable 6/8	6	0,16	127,2
		NA	200	
2	Tube composite	25	0,16	17671,5
		NA	1600	
3	Cuvelage 7"	159,4	200	551,6
		32	1600	
4	Colonne de suspension Hagusta DN175	178	200	89,6
		NA	200	

Durée totale : 18440 s (5h7mn20s)

Tabl. 3 - Durées théoriques des étapes lors d'un traçage colorimétrique dans un TTFP CFG-Forplex.

Influence temps de retour		Influence débit fluide auxiliaire		Influence débit fluide géothermal	
Erreur (s)	Erreur sur longueur (m)	Erreur (%)	Erreur sur longueur (m)	Erreur (%)	Erreur sur longueur (m)
10	0,9	1	15,6	1	0,6
20	1,8	2	31,3	2	1,1
30	2,6	3	46,9	3	1,7
40	3,5	4	62,5	4	2,3
50	4,4	5	73,1	5	2,8
60	5,3	6	93,8	6	3,4
70	6,1	7	109,4	7	3,9
80	7,0	8	125,0	8	4,5
90	7,9	9	140,6	9	5,1
100	8,8	10	156,3	10	5,6

Tabl. 4 - Erreurs sur la longueur, déterminée par traçage colorimétrique, du tube composite d'un TTFP CFG-Forplex.

Il apparaît sans conteste que l'erreur sur la profondeur de la tête d'injection ne peut être maintenue dans des limites raisonnables que si le débit du fluide auxiliaire est mesuré avec une très grande précision. Toutes les précautions devront être prises dans ce but (stabilité du débit, débitmètre étalonné, installé sur une longueur droite suffisamment longue de la conduite d'injection du fluide dans le TIAFP). Pour pouvoir comparer entre eux les différents essais de traçage d'un même TTFP, il sera bon de les effectuer dans les mêmes conditions d'écoulement des fluides auxiliaire et géothermal.

La détermination de la profondeur de la tête d'injection d'un TAI-GPC au moyen d'eau additionnée de fluorescéine ne peut être envisagée que si le tube est plein. La pression en son extrémité supérieure sera, dans ces conditions, égale à :

$$p_0 + 0 \times 9,81 \times 1000 = P1800 - 1800 \times 9,81 \times 1000 + PC T_0^{1800} \times 9,81 \times 1000$$

où $PC T_0^{1800}$ est la perte de charge subie par l'eau (viscosité 1 000 μ Pa.s) depuis l'extrémité supérieure jusqu'à l'extrémité inférieure du TAI. Sachant que $P1800 = 171$ bars, $p_0 = 9,81 \times 1800$ ($PC T_0^{1800} = 56,9$) ne sera positive et indiquera un tube plein que si la perte de charge de l'écoulement est supérieure à 57 m ce qui correspond (cf. tableau 5 ci-dessous) à 50 l/h.

Débit (l/h)	Nombre de Reynolds	Pertes de charge dans le TAI (m)	
		Turbulent	Laminaire
20	1178	NA	33
30	1768	NA	49
40	2358	114	66
50	2947	166	82
60	3537	226	99
70	4126	294	NA
80	4715	369	NA
90	5305	451	NA
100	5894	541	NA

NA = non applicable

Tabl. 5 - Conditions d'écoulement dans un TAI-GPC à divers débits de fluide de traçage.

Le TAI possède un diamètre intérieur constant. Les formules précédentes peuvent être utilisées pour le calcul de sa longueur en y faisant $D_2 = D_1$. Les tableaux 3 et 4 deviennent les deux suivants (6 et 7) :

Tronçon	Description	Diamètres intérieur et extérieur (mm)	Débit (m ³ /h) longueur (m)	Temps (s)
1	Tube acier inoxydable 6/8	6	0,05	3664,4
		NA	1800	
2	Cuvelage 7"	159,4	200	557,0
		28	1600	
3	Colonne de suspension Hagusta DN175	178	200	89,6
		NA	200	

NA = non applicable

Durée totale : 4311 s (1h11mn51s)

Tabl. 6 - Durées théoriques des étapes lors d'un traçage colorimétrique dans un TAI-GPC.

Influence temps de retour		Influence débit fluide auxiliaire		Influence débit fluide géothermal	
Erreur (s)	Erreur sur longueur (m)	Erreur (%)	Erreur sur longueur (m)	Erreur (%)	Erreur sur longueur (m)
10	4,2	1	15,4	1	2,7
20	8,4	2	30,7	2	5,4
30	12,6	3	46,1	3	8,1
40	16,8	4	61,5	4	10,8
50	21,0	5	76,9	5	13,6
60	25,2	6	92,2	6	16,3
70	29,4	7	107,6	7	19,0
80	33,6	8	123,0	8	21,7
90	37,8	9	138,3	9	24,4
100	41,9	10	153,7	10	27,1

Tabl. 7 - Erreurs sur la longueur, déterminée par traçage colorimétrique, de la partie située sous la pompe immergée d'activation d'un TAI-GPC.

Comme dans le cas du TTFP-CFG-Forplex toutes les précautions devront être prises pour assurer la stabilité et la mesure précise du débit du fluide auxiliaire. Néanmoins, l'importance relative des erreurs provenant des termes "débit fluide géothermal" et "temps de retour" est plus élevée que précédemment. Ces termes devront être mesurés avec précision afin de maintenir inférieure à 200 m l'erreur sur la longueur de TAI située sous la pompe immergée d'activation.

La détermination de la profondeur de la tête d'injection d'un TTFP Sperry-Sun au moyen d'eau additionnée de fluorescéine ne peut être envisagée que si le tube est plein. Un calcul semblable à celui effectué pour le TAI-GPC montre que cela est le cas pour un écoulement entraînant une perte de charge supérieure à 65 m soit (cf. tabl. 8) un débit supérieur à 80 l/h.

Débit (l/h)	Nombre de Reynolds	Pertes de charge dans le TTFP Sperry-Sun	
		Turbulent	Laminaire
20	1005	NA	17
30	1507	NA	25
40	2010	52	34
50	2512	76	42
60	3014	104	51
70	3517	135	59
80	4019	169	NA
90	4521	207	NA
100	5024	247	NA

NA = non applicable

Tabl. 8 - Conditions d'écoulement dans un TTFP-Sperry-Sun à divers débits de fluide de traçage.

Le TTFP Sperry-Sun possède un diamètre intérieur constant. Le calcul de sa longueur est identique à celui effectué dans le cas du TAI-GPC. Les tableaux 3 et 4 deviennent les deux suivants (9 et 10) :

Tronçon	Description	Diamètres intérieur et extérieur (mm)	Débit (m ³ /h) longueur (m)	Temps (s)
1	Tube Incoloy	7,04 NA	0,08 1800	3153
2	Cuvelage 7"	159,4 15,9	200 1600	569
3	Colonne de suspension Hagusta DN175	178 NA	200 200	89,6

NA = non applicable

Durée totale : 3812 s (1h3mn32s)

Tabl. 9 - Durées théoriques des étapes lors d'un traçage colorimétrique dans un TTFP Sperry-Sun.

Influence temps de retour		Influence débit fluide auxiliaire		Influence débit fluide géothermal	
Erreur (s)	Erreur sur longueur (m)	Erreur (%)	Erreur sur longueur (m)	Erreur (%)	Erreur sur longueur (m)
10	4,7	1	15,0	1	3,1
20	9,5	2	29,9	2	6,3
30	14,2	3	44,9	3	9,4
40	19,0	4	59,9	4	12,5
50	23,7	5	74,8	5	15,6
60	28,5	6	89,8	6	18,8
70	33,2	7	104,7	7	21,9
80	38,0	8	119,7	8	25,0
90	42,7	9	134,7	9	28,1
100	47,5	10	149,6	10	31,3

Tabl. 10 - Erreurs sur la longueur, déterminée par traçage colorimétrique, de la partie située sous la pompe immergée d'activation d'un TTFP Sperry-Sun.

Le bullage consiste à purger au moyen d'un gaz le TIAFP. Pendant l'opération la pression à l'extrême supérieure du TIAFP va progressivement augmenter jusqu'à ce que le gaz atteigne la tête d'injection et remonte dans l'annulaire cuvelage-TIAFP. La pression ne variera alors plus.

Le gaz employé est souvent de l'azote pour des raisons d'inertie chimique et de facilité d'approvisionnement. La pression à l'extrême inférieure du TIAFP, dans le cas du puits décrit en a, sera égale à : $8 \cdot 10^5 + 1800 \times 990 \times 9,81 = 183$ bars si la pression en tête de puits fermé est de 8 bars. A une profondeur aussi élevée il n'est pas possible de calculer la pression à l'extrême supérieure du TIAFP sans tenir compte de la compressibilité du gaz.

Pour un accroissement dz de la profondeur dans la bulle la pression s'accroît de $dp = \rho \cdot g \cdot dz$, avec $\rho = \frac{p}{rT}$ où :

- p est la pression à la profondeur z ,
- g est l'accélération de la pesanteur,
- r est la constante du gaz supposé parfait,
- T est la température du gaz à la profondeur z .

$$\text{Donc : } dp = \frac{p}{rT} g dz$$

$$\frac{dp}{p} = \frac{g dz}{rT}$$

$$[\log p]_1^2 = \frac{g}{r} \int_1^2 \frac{dz}{T}$$

Si la température du gaz est constante et égale à celle du fluide géothermal, le deuxième membre est égal à :

$$\frac{gH}{rT} \text{ et } \frac{p_2}{p_1} = e^{\frac{gH}{rT}}$$

Si la température du gaz augmente linéairement avec la profondeur depuis l'ambiente (T_0) au sol jusqu'à la température du fluide géothermal T_1 en fond de puits, l'intégrale du deuxième membre est égale à :

$$\frac{H}{T_1 - T_0} \left[\log \left| (T_1 - T_0) \frac{z}{H} + T_0 \right| \right]_1^2 = \frac{H}{T_1 - T_0} \log \frac{T}{T_0}$$

$$\frac{p_2}{p_1} = \left(\frac{T}{T_0} \right)^{\frac{g}{r} \frac{H}{T_1 - T_0}}$$

Pour de l'azote ($r = 296,5 \text{ J/(kg.}^\circ\text{K)}$; $T_0 = 20^\circ\text{C}$; $T_1 = 75^\circ\text{C}$; $g = 9,81 \text{ m/s}^2$; $H = 1800 \text{ m}$) la pression en tête de la bulle correspondant à une pression de 183 bars, à 1800 m atteint 154 bar dans l'hypothèse de température constante et 152 bars dans l'hypothèse de variation linéaire de la température. La pression dans la poche de gaz en tête du TIAFP dépend peu de la répartition de température. La méthode du bullage pourra être employée pour effectuer des mesures absolues de la profondeur de la tête d'injection.

La pression en tête est trop élevée pour que la méthode puisse être utilisée dans le cas d'un TTFP CFG-Forplex. La pression de fond dans le cuvelage, p_2 , est égale à $P_t = \rho \cdot g \cdot H$. La profondeur de la tête d'injection est donc donnée par l'équation :

$$P_t + \rho g H = p_1 e^{\frac{gH}{rT}}$$

La différentielle de H est donnée par :

$$dH \left[\rho g - \frac{p_1 g}{rT} e^{\frac{gH}{rT}} \right] = e^{\frac{gH}{rT}} dp_1 - dP_t - p_1 \frac{gH}{rT^2} e^{\frac{gH}{rT}} dT$$

L'erreur sur la profondeur de la tête d'injection est donc égale, en éliminant les exponentielles, à :

$$\Delta H = \frac{1}{g \left| \rho - \frac{P_t + \rho g H}{rT} \right|} \left[\frac{P_t + \rho g H}{p_1} \Delta p_1 + \Delta P_t + \frac{gH}{rT^2} (P_t + \rho g H) \Delta T \right]$$

Le tableau 11 montre que l'erreur sur la profondeur de la tête d'injection ne peut être maintenue dans des limites raisonnables que si la pression de la poche de gaz dans le TIAFP est mesurée avec une très grande précision. Les manomètres à tube de Bourdon donnent le 1 % dans les deuxième et troisième quarts de la graduation. Il faudra donc employer des manomètres d'étendue de mesure égale à 250 bar et prendre toutes les précautions pour que la température du gaz et la pression de fond dans le puits soient stabilisées. La méthode du bullage apparaît plus précise que celle du traçage colorimétrique pour déterminer la profondeur de l'extrémité inférieure d'un TIAFP. Elle offre en plus l'avantage de ne pas nécessiter, pour être mise en oeuvre, de collaboration étroite entre l'opérateur et le personnel de maintenance de la centrale de chauffage dès que les puits géothermaux ont été mis à l'arrêt. Ceci assure une grande répétabilité des conditions opératoires et donc de suivre facilement l'évolution de l'état d'un TIAFP au cours du temps.

Influence conditions dans poche de gaz				Influence pression en tête cuvelage	
Pression		Température			
Erreur (%)	Erreur sur longueur (m)	Erreur (°C)	Erreur sur longueur (m)	Erreur (%)	Erreur sur longueur (m)
1	23	0,5	0,6	1	1
2	46	1	1,1	2	2
3	69	1,5	1,7	3	3
4	92	2	2,3	4	4
5	115	2,5	2,8	5	5
6	138	3	3,4	6	6
7	160	3,5	3,9	7	7
8	183	4	4,5	8	8
9	206	4,5	5,1	9	9
10	229	5	5,6	10	10

Tabl. 11 - Erreur sur la longueur, déterminée par bulle à bulle, d'un TIAFP.

Le TIAFP est soumis aux forces verticales suivantes :

- poids (descendante) : $g\rho_T L$,
- pression de l'eau sur son extrémité inférieure (ascendante) : $S_e (P_t + \rho g L)$,
- pression du gaz sur son extrémité supérieure (ascendante, effet de fond) : $S_i P_b$

Dans ces formules :

- ρ_T , L, S_e , S_i sont la masse linéique, la longueur, la section droite et la section du passage intérieur du TIAFP,
- P_t , ρ sont la pression en tête du cuvelage puits fermé et la masse volumique de l'eau,
- P_b est la pression à l'extrémité supérieure du TIAFP dans la poche de gaz (154 bars ici),

Le TIAFP sera soumis à la force verticale ascendante $S_e (P_t + \rho g L) + S_i P_b - g\rho_T L$.

Il ne sera pas poussé hors du puits si cette force reste négative.

Le remplissage du TIAFP en gaz peut être effectué, par exemple, avec des bouteilles d'azote de capacité $9,4 \text{ Nm}^3$ gonflées à $P_b = 200$ bars. À la fin de l'utilisation de la n ème bouteille l'interface liquide-gaz dans le TIAFP est à la profondeur l_n sous le sol et la pression dans la poche de gaz atteint P_n . La pression est supposée constante sur toute la hauteur de la poche. Après utilisation de la $n+1$ ème bouteille les valeurs deviennent respectivement l_{n+1} et P_{n+1} . La pression dans la poche est égale à $P_{n+1} = P_t + \rho g l_{n+1}$.

Le gaz contenu originellement dans la bouteille de volume ($V = \frac{9,4}{200} = 47 \text{ l}$) occupe maintenant un volume total $V + l_{n+1} S_i$ sous une pression partielle $\frac{V P_b}{V + l_{n+1} S_i}$. De la même façon le gaz contenu originellement dans le TIAFP occupe le volume $V + l_{n+1} S_i$ sous la pression partielle $\frac{l_n S_i P_n}{V + l_{n+1} S_i}$.

La pression totale est la somme des pressions partielles soit :

$$P_t + \rho g l_{n+1} = \frac{l_n S_i P_n}{V + l_{n+1} S_i} + \frac{V P_b}{V + l_{n+1} S_i}$$

l_{n+1} se déduit donc de l_n par une équation du deuxième degré.

$$\rho g S_i l_{n+1}^2 + (\rho g V + P_t S_i) l_{n+1} + P_t V - l_n S_i P_n - V P_b = 0$$

Au début du remplissage $l_0 = 0$; à la fin P_n devra être supérieure à la pression dans le cuvelage à 1800 m soit 183 bars ici.

Le tableau 12 montre que les TTFP Sperry-Sun et TAI-GPC ne seront pas poussés hors du puits lors d'un bullage et donne les quantités de bouteilles d'azote nécessaires pour effectuer cette opération.

	TTFP Sperry-Sun	TAI-GPC
Diamètre intérieur (mm)	7,04	6
Diamètre extérieur (mm)	15,9	28
Section intérieure (mm^2)	38,96	28,27
Section droite (mm^2)	159,63	587,48
Massse linéique (kg/m)	0,39 (estimé)	1,06
Force verticale (daN)	-337	-753
Profondeur interface liquide-gaz (m)	1718 1915	1842 -
Pression maximale possible dans poche de gaz (bars)	175 194	187 -

Tabl. 12 - Essai de bullage d'un TIAFP. Force verticale et nombre de bouteilles ($9,4 \text{ Nm}^3$ et 200 bar) nécessaires.

La température de la conduite reliant la centrale à la tête de puits de production sera mesurée par une sonde située sur un tronçon non protégé des intempéries. En cas d'une valeur inférieure au seuil préalablement défini, la centrale de dosage devra être mise à l'arrêt.

En plus du contrôle du dispositif d'injection, le suivi global du traitement doit comporter :

- une vérification à la réception de la conformité du produit livré,
- un stockage du produit effectué conformément aux spécifications du fabricant en matière de préservation des qualités du produit et de sécurité,

c) Suivi chimique

Dosage du fer

Un suivi particulier est nécessaire lors de la phase d'initiation ou d'arrêt d'un traitement par injection d'inhibiteur. Le dosage du fer dissous et total peut être utilisé pour éventuellement mettre en évidence un percement ou une rupture du tube d'injection d'additifs en fond du puits (TIAFP) : la protection du puits de production n'étant plus assurée sur toute sa hauteur on doit observer une augmentation de la teneur en fer dissous et total (si toutefois la teneur en sulfures n'est pas importante pour équilibrer la teneur en fer en excès provenant de la corrosion).

A titre d'exemple, la corrosion à hauteur de 0,3 mm/an, due à une absence de traitement sur 200 m à sa base, d'un tubage de 7" exploité à 200 m³/h entraînera une augmentation de la teneur en fer mesurée en tête de puits de 0,13 mg/l. On suppose ici que les phénomènes de déposition sont de très faible ampleur puisque la partie supérieure du cuvelage reste protégée.

Par contre, le dosage du fer ne permettra pas de détecter la formation d'un percement du cuvelage en acier : un orifice de 10 cm de diamètre consommant, pour se former, 600 g de fer, uniformément en un mois, dans un puits exploité au débit de 200 m³/h libère une quantité de fer supplémentaire de 0,004 mg/l, ce qui ne sera pas décelable par les analyses du fluide en tête de puits.

2.5. SUIVI DES PERTES DE CHARGE DANS LES TUBAGES

2.5.1. Sensibilité des pertes de charges à la présence de dépôts

a) Généralités

D'une manière générale, les pertes de charges (Idel'cik, 1979) dans les tubages de géothermie sont fonction de plusieurs paramètres qu'il faut regrouper en plusieurs familles :

- paramètres géométriques stables (longueur, profondeur, déviation et diamètre(s) des tubages),
- paramètres géométriques évolutifs (rugosité et épaisseur des dépôts),
- paramètres dynamiques (pression, débit et température).

Dans les tubages de production, la présence de tubes d'injection d'additifs en fond de puits de production conduit à une (légère) reformulation des méthodes usuelles de calcul des pertes de charge qui sont basées sur les écoulement cylindriques. De plus, dans ces tubages de production, la présence d'une pompe d'exhaure immergée au bout d'une colonne d'exhaure à une profondeur de l'ordre de 300 m, interdit la disponibilité de mesures (durablement crédibles) des paramètres d'exploitation du puits de production ; principalement le rabattement. Une approximation doit donc être faite en tenant compte des caractéristiques connus de la pompe d'exhaure.

b) Equations de base pour le calcul des pertes de charges dans les tubages

La prise en compte du tube de traitement impose de faire appel à la notion de diamètre hydraulique D_h qui établit une relation entre la section de passage pour les fluides et les surfaces de frottement. Dans le cas des écoulement annulaires, le diamètre hydraulique revêt une forme relativement simple : $D_h = D_c - D_t$ où D_c est le diamètre intérieur du cuvelage et D_t le diamètre extérieur du tube de traitement. Bien entendu, $D_t = 0$ dans le cas d'un tubage d'injection ; d'où $D_h = D_c$

$$\Delta P = \frac{\lambda \cdot \Delta L}{2 \cdot \rho \cdot D_h} \cdot \frac{Q_m^2}{A} \quad \text{ou} \quad \Delta P = \frac{\lambda \cdot \rho \cdot \Delta L}{2 \cdot D_h} \cdot \frac{Q_v^2}{A}$$

Formule de Darcy-Weissbach

ρ	Densité du fluide (en kg/m^3)
λ	Coefficient de perte de charge (sans dim.)
A	Aire de la section d'écoulement (en m^2)
Q_m	Débit massique d'eau géothermale (en kg/s)
Q_v	Débit massique d'eau géothermale (en m^3/s)
ΔL	Elément de longueur du tubage (en m)
ΔP	Perte de charge (en pascals)

c) Approche comparative entre deux instants t_0 et $t_0 + dt$

Lorsque la perte de charge dans un cuvelage est connue avec certitude, on peut évaluer par défaut (fig. 5), à moins de 5 % près, l'accroissement de la perte de charge qui peut être du soit à un changement de diamètre intérieur du cuvelage (accroissement de l'épaisseur des dépôts) soit, par exemple, au montage d'un tube de traitement. De telles variations se traduisent essentiellement par une modification de la valeur du diamètre hydraulique et peuvent donc être intégrées dans la formule de Darcy-Weissbach ci-dessus :

$$\Delta P_{\text{avecTube}} = \frac{\Delta P_{\text{sansTube}}}{(1 - R)^3 \cdot (1 + R)^2} \quad \text{avec } R = D_t/D_c$$

A titre d'exemple, la formule suivante permet d'évaluer l'accroissement relatif de perte de charge dû à l'installation d'un tube de traitement en supposant que le paramètres de rugosité et d'épaisseur des dépôts sont restés constants :

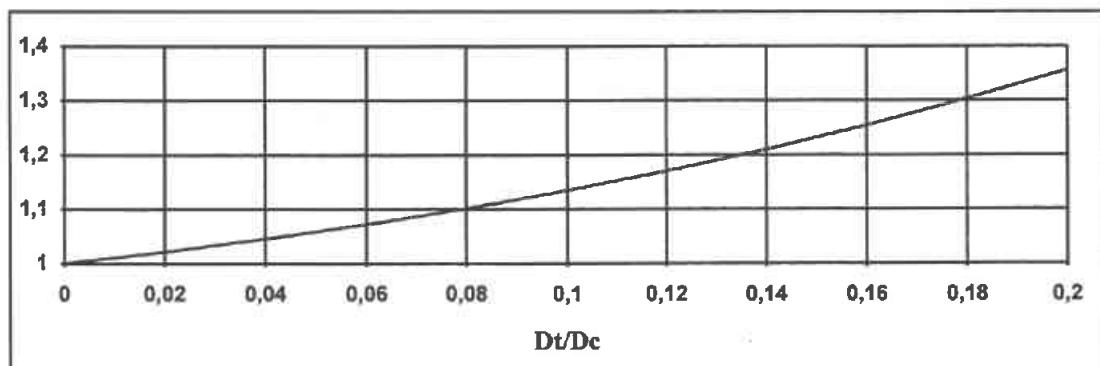


Fig. 5 - Accroissement relatif des pertes de charges en fonction du rapport $R = D_t/D_c$.

d) Formulation simplifiée utilisée pour les calculs d'avant projet

La formulation simplifiée utilise les mêmes hypothèses que la formule de Gringarten qui fut notamment employée par le BRGM lors du dimensionnement des installations de géothermie du Dogger dans le cas des canalisations cylindriques, mais elle fait apparaître la notion de diamètre hydraulique pour tenir compte du tube de traitement (fig. 6). La rugosité, la température et la pression ne sont pas prises en compte dans cette formulation et apparaissent en réalité dans les paramètres C et α qui ont été déterminés pour les conditions usuelles rencontrées dans la géothermie du Dogger.

$$\Delta P = C \cdot \frac{\eta^\alpha \cdot \rho^{1-\alpha}}{Dh^3} \cdot \left[\frac{4 \cdot Q}{\pi \cdot (Dc + Dt)} \right]^{(2-\alpha)} \cdot \Delta L$$

η Viscosité cinétique (en centipoise)
 $C = 1,229 \cdot 10^{-13}$ et $\alpha = 0,21$

Ces valeurs des paramètres C et α correspondent à peu près à une rugosité hétérogène de 0,2 mm.

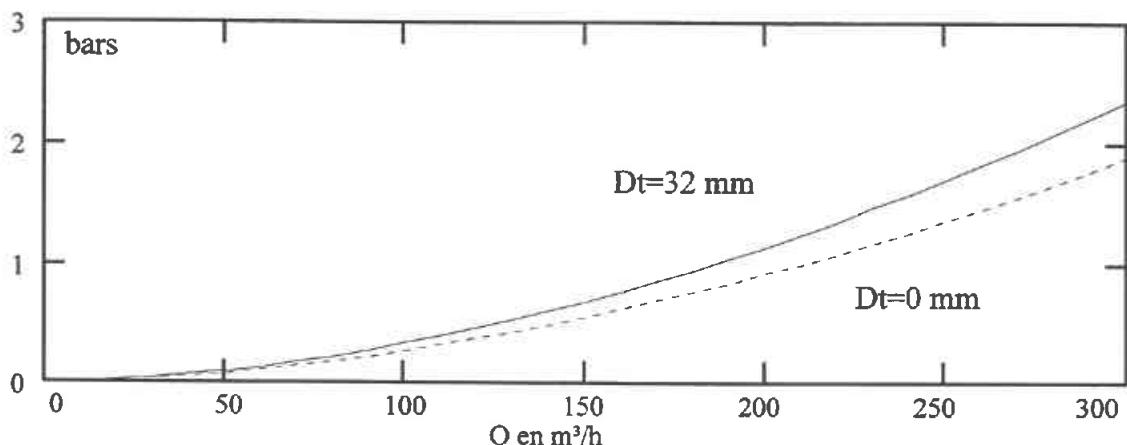


Fig. 6. Prise en compte du TIAFP à l'aide de la formule de Gringarten.
 Cas du tube 9"5/8 de 10 mm d'épaisseur ; longueur : $\Delta l = 1500$ m ; viscosité : $\eta = 0,4$ centipoise.

e) Formules générales tenant compte de tous les paramètres

Pour calculer le coefficient de perte de charge λ utilisé dans la formule de Darcy-Weissbach en tenant compte des paramètres : rugosité(s) des conduites, densité, salinité, pression et température de l'eau, on utilise la formule de Colebrook-White :

$$\frac{1}{\sqrt{\lambda}} = -2 \cdot \log \left(\frac{2,51}{Re \cdot \sqrt{\lambda}} + \frac{\Delta r}{3,71} \right)$$

Dans l'hypothèse où un tube de traitement est installé dans le cuvelage, l'écoulement devient annulaire et il faut faire intervenir un coefficient correctif Kann (fig. 7), qui dépend du nombre de Reynolds et du rapport D_t/D_c . Le coefficient λ devient alors $\lambda \cdot \text{Kann}$.

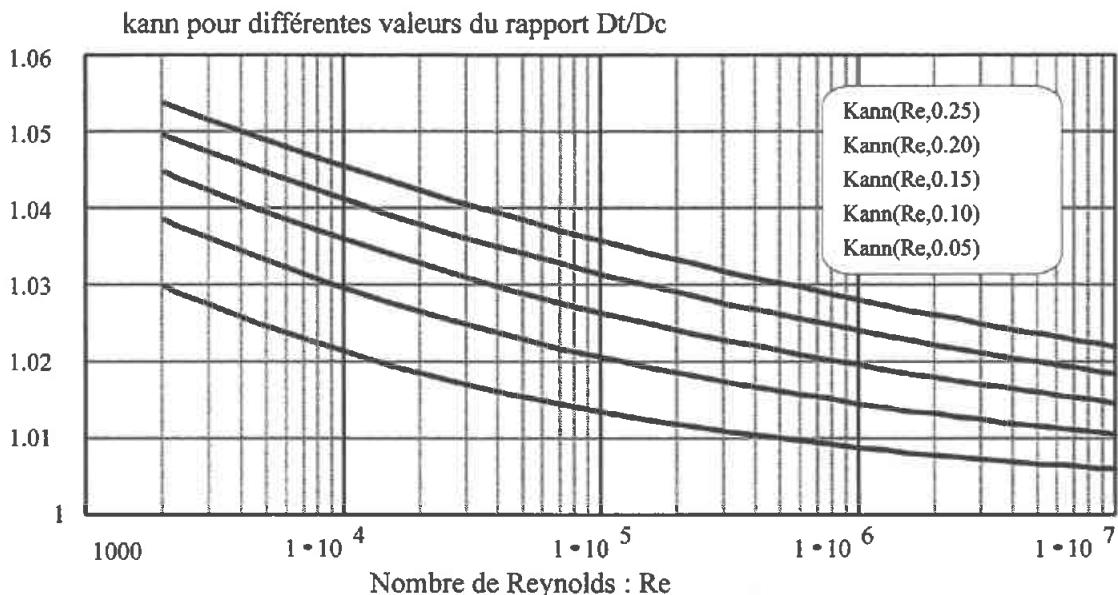


Fig. 7 - Coefficients correctifs pour les écoulements annulaires.

f) Exemple numérique de l'influence des dépôts sur les pertes de charge

En avant propos, il est important de noter qu'en règle générale, qu'un accroissement de la valeur de la rugosité s'accompagne d'un accroissement de l'épaisseur des dépôts. L'exemple ci-après (fig. 8) sur un tubage d'injection de diamètre 7" montre, pour différentes valeurs de la rugosité, l'influence sur les pertes de charge de l'épaisseur des dépôts (E_d). Les conditions d'exploitation prises en compte sont les suivantes :

Longueur du tubage : 1890 m

Salinité : 26,1 g/l

Température de l'eau géothermale : 78°C

Pression en tête de puits : 1 bar

Débit Q : de 0 à 200 m³/h

Epaisseur E_d des dépôts : 0 ; 0,005 ; 0,01 ; 0,015 et 0,02 m

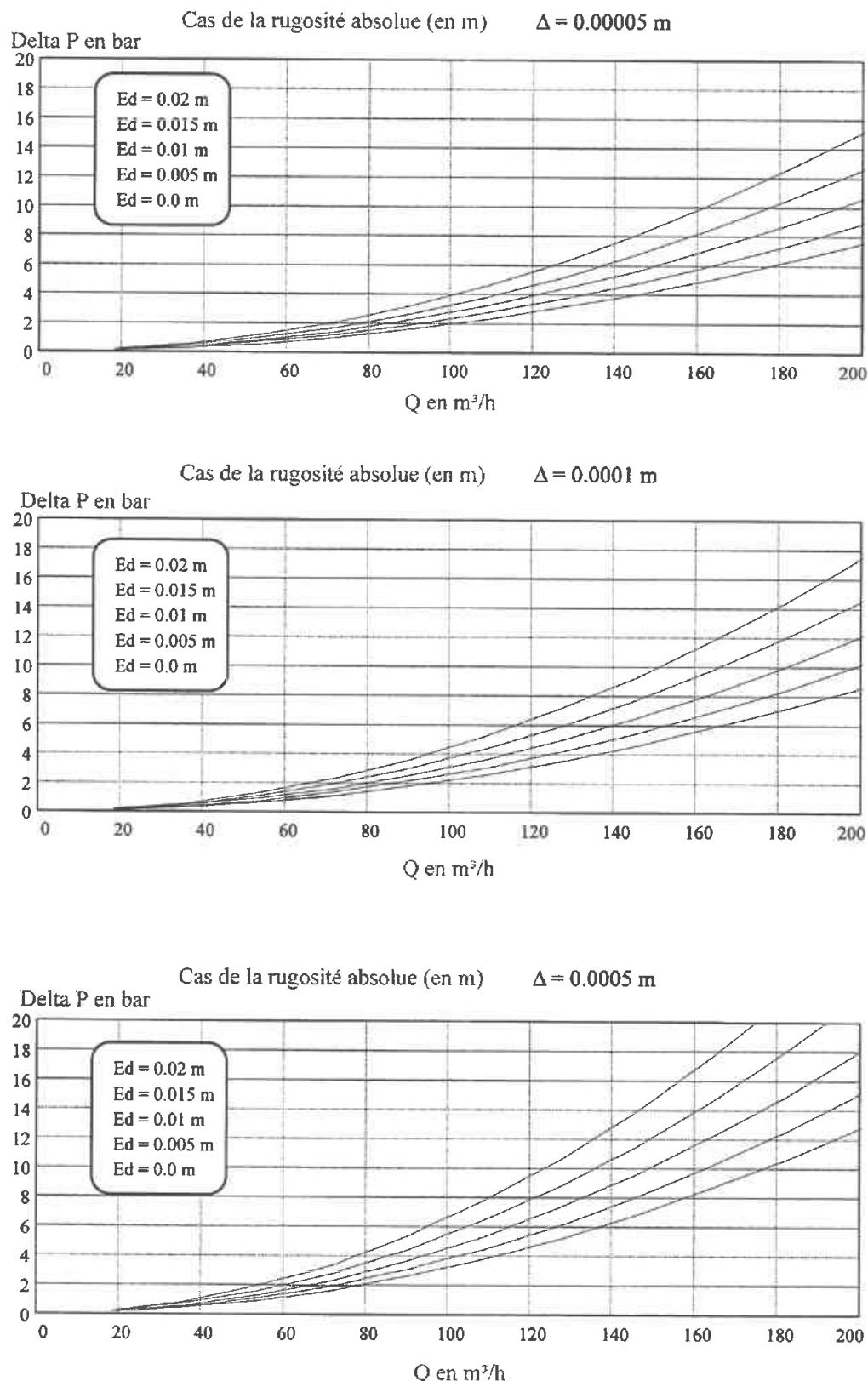


Fig. 8 - Pertes de charge en fonction du débit et de l'épaisseur des dépôts pour 3 valeurs de rugosité (Δ : 0,00005 ; 0,0001 et 0,0005 m).

2.5.2. Méthodes de suivi de l'efficacité du traitement à partir des paramètres d'exploitation (consommations électriques, niveau de rabattement, pression de réinjection)

a) Généralités, principe

Les conséquences d'une corrosion d'un tubage se traduisent toujours par un accroissement des pertes de charge. A débit donné, un accroissement des pertes de charge se constate toujours par une modification des valeurs de pression et indirectement par une augmentation de la puissance électrique de pompage.

D'une manière générale, un traitement n'est jamais efficace à 100%. Il se produit donc une dégradation des paramètres d'exploitation qui résulte principalement :

- de l'augmentation de la rugosité et
- de l'accroissement de l'épaisseur des dépôts.

Dans les deux cas, pour conserver un débit d'exploitation identique, il faudra fournir plus de puissance de pompage; que la dégradation se présente au tubage de production ou au tubage d'injection. Dans certains cas extrêmes, il sera même impossible de maintenir le débit en raison d'un pression au niveau de la pompe de production (rabattement) devenue trop faible pour garantir les bonnes conditions de fonctionnement de cette pompe. Une pompe immergée n'est en effet jamais prévue pour fonctionner en milieu diphasique et encore moins pour "aspirer" le fluide.

On notera par ailleurs qu'il est usuel de considérer que les conditions aux sabots des tubages n'évoluent que très peu avec le temps. Il est en effet relativement rare qu'une dégradation significative des caractéristiques du réservoir soit constaté (sauf pour la concentration en sulfures dans un certain nombre de puits du sud et est parisien (Ignatiadis *et al.*, 1991a ; Ignatiadis, 1994).

b) Quelques ordres de grandeur

Quelque soit l'origine de la dégradation (rugosité ou épaisseur des dépôts), elle se traduira par une modification de la pression. Pour un débit donné, sur un puits de production, on constatera une baisse de la pression (baisse du rabattement) et, sur un puits d'injection, on constatera une augmentation de la pression en tête de puits. Dans les deux cas, le phénomène est du à une augmentation des pertes de charges et, dans les deux cas, la puissance électrique de pompage subira en conséquence une augmentation (fig. 9). La puissance hydraulique W_h de pompage est une fonction linéaire du débit Q et de la différence de charge ΔP (pression) fournie par la pompe (fig. 9) :

$$W_h = Q \cdot \Delta P \cdot 0.0278, \quad \text{avec } W_h \text{ en kW, } Q \text{ en m}^3/\text{h, et } \Delta P \text{ en bar.}$$

La puissance électrique de pompage W_e est fonction du rendement η de la pompe qui dépend du débit et de la pression (fig. 9). Au régime nominal, on retiendra pour une pompe d'injection en surface un rendement η toujours inférieur à 75% et pour une pompe immergée, un rendement η toujours inférieur à 50%. On a alors :

$$W_e = \eta \cdot W_h, \quad \text{avec } W_e \text{ en kW}$$

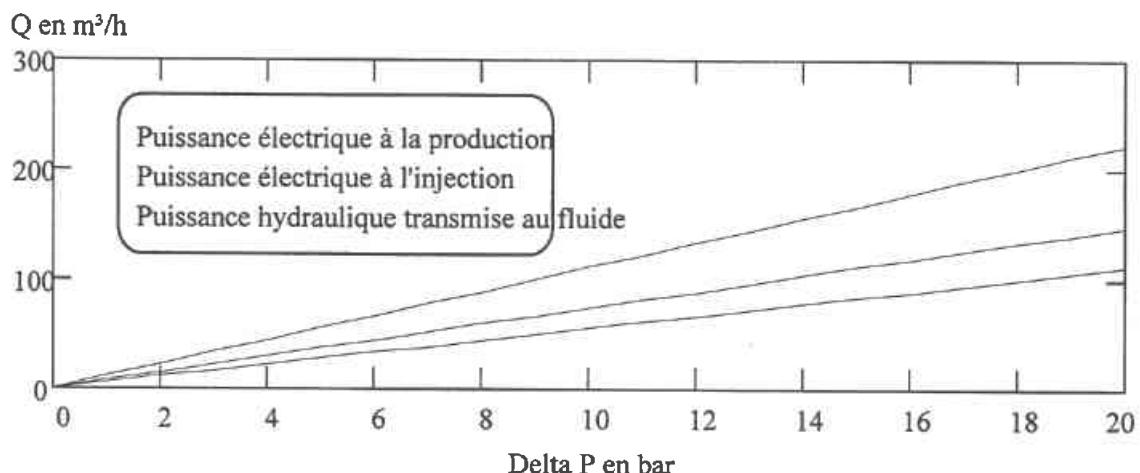


Fig. 9 - Puissance électrique à la production et à l'injection et puissance hydraulique transmise au fluide en fonction du débit (Q) et de la différence de charge (ΔP , pression) fournie par la pompe.

2.6. SUIVI PAR INVESTIGATION DANS LES PUITS (DIAGRAPHIES). CONTROLES DE L'EVOLUTION DU DIAMETRE INTERNE DES CUVELAGES

L'état des cuvelages peut être examiné in-situ par des appareils de mesure descendus dans le puits à l'extrémité inférieure d'un câble électrique. L'information, après pré-traitement par l'appareil lui-même, est transmise à une unité de surface où, mise en forme, elle est affichée en temps réel sur un écran vidéo. En géothermie cette unité est un camion au gabarit routier assurant les manœuvres de l'outil dans le puits, son alimentation électrique, le contrôle de son fonctionnement et l'affichage des mesures. L'unité porte les divers appareils nécessaires à sa totale autonomie (par ex.: générateur électrique). Elle comporte, en particulier, un ou deux treuils pour câbles multiconducteurs avec les indicateurs de poids et de profondeur permettant de surveiller la course de l'outil dans le puits ; elle transporte divers appareils (sas, etc.) nécessaires dans le cas d'intervention sur un puits éruptif. Les appareils de mesure peuvent atteindre plusieurs mètres de longueur. Le câble doit pénétrer verticalement dans le puits et horizontalement dans le camion. Deux poulies de renvoi sont donc nécessaires. La première est fixée sur l'extrémité supérieure du cuvelage ; la deuxième est suspendue à une grue à une hauteur permettant d'introduire et de retirer l'outil du puits. Il peut être nécessaire dans certains cas de démonter la tête de puits, voire déposer la pompe d'exhaure, pour pouvoir descendre l'outil dans le cuvelage.

La mise en oeuvre des appareils de mesure dans les puits peut donc, de par la logistique et les procédures afférentes, être lourde, longue et coûteuse. Les mesures devront donc rester peu fréquentes. Elles compléteront les mesures de surveillance de surface des phénomènes de dépôt-corrosion ; elles ne pourront les remplacer totalement.

Dans le cadre de la surveillance et du contrôle des phénomènes de dépôt-corrosion les appareils sont utilisés principalement pour la mesure du diamètre intérieur des cuvelages. Avant de décrire les appareils (2.6.2) nous montreront qu'il est nécessaire de surveiller l'évolution du diamètre intérieur dans le temps (2.6.1). L'inspection des puits par caméra-vidéo ne se rattache à aucun de ces procédés; elle fera l'objet d'un chapitre spécial (2.6.3).

2.6.1. Nécessité de surveiller l'évolution du diamètre intérieur des cuvelages

Pour les cuvelages de diamètre nominal supérieur à 4" la spécification 5A de l'American Petroleum Institute définit les tolérances suivantes :

- sur le diamètre extérieur : $\pm 0,75\%$
- sur l'épaisseur : - 12,5 %.

Les diamètres intérieurs des casings les plus communément employés dans les puits géothermiques varient donc entre les limites répertoriées dans le tableau 13.

Cuvelage (pouce ÷ lb/ft)	Diamètres (mm)			
	Extérieur nominal	Intérieur		
		Minimal	Théorique	Maximal
13 3/8 54,5	339,7	317,9	320,4	325,4
9 5/8 36	244,5	224,8	226,6	230,7
7 26	177,8	158,1	159,4	163,1

Tabl. 13 - Limites de variation théoriques des diamètres intérieurs des cuvelages.

Dans la plupart des cas il n'a pas été effectué de mesure sur le tubage neuf fraîchement installé dans le puits. Le diamètre, après des années de service, ne peut qu'être comparé au diamètre théorique intérieur. Par exemple le tubage est déclaré corrodé (resp. : recouvert de dépôts) si le diamètre intérieur est supérieur (resp. : inférieur) au théorique. Cependant cet arbitraire inévitable peut être compensé en partie en tenant compte des tolérances relatives à la masse des tubes éditées par la spécification API 5A :

- masse par longueur : + 6,5 % ; - 3,5 %
- chargement : - 1,75 %.

(un chargement correspond au minimum à 18 144 kg soit 475 m de 7" 26 lb/ft).

Ces règles peuvent assurer une certaine homogénéité dans les tubes eux-mêmes et entre les tubes d'un même chargement. Leur vérification ne peut être véritablement effectuée que lors de la mesure du diamètre intérieur d'un cuvelage neuf nouvellement cimenté dans un puits.

Faute de cette mesure l'évolution du tubage par rapport à son état neuf ne peut être appréciée de manière absolue. Il est néanmoins possible de déterminer l'intensité des phénomènes de dépôt-corrosion dans une période donnée en comparant entre eux les enregistrements des mesures effectuées au début et à la fin de la période. Pour cela le maître d'ouvrage devra conserver par devers lui les enregistrements des mesures et les prêter, seulement, aux attributaires des travaux de mesure.

2.6.2. Appareils de mesure du diamètre intérieur du cuvelage

Les appareils de mesure du diamètre intérieur des cuvelages sont de type mécanique à palpeurs (a) ou ultra-sonique (b).

a) Appareils de mesure mécaniques à palpeurs

Les instruments comportent un corps central cylindrique muni de doigts radiaux pivotant sur des axes perpendiculaires à l'axe longitudinal de l'appareil. Un mécanisme adéquat repousse le bras extérieur du doigt contre la paroi du cuvelage. La mesure effectuée est donc celle de la distance de l'axe longitudinal du corps central à l'endroit où frotte le bras sur la paroi.

Le bras intérieur est au contact d'une came ou d'un plateau se déplaçant longitudinalement. La position axiale de l'élément est une fonction du rayon de la paroi. Sa connaissance permet de calculer le rayon. La position axiale ne varie pas linéairement avec le rayon ; ceci est pris en compte en assortissant corps d'outil et palpeurs au diamètre à mesurer d'une part et en étalonnant l'appareil sur plusieurs diamètres autour de ce dernier avant la descente dans le puits.

Pour pouvoir connaître avec précision la profondeur de l'instrument dans le puits le câble d'alimentation et de suspension doit être maintenu en traction. Pour cela la mesure est effectuée en remontant depuis la base du cuvelage jusqu'à son extrémité supérieure. L'angle des doigts avec le corps favorable à cela est aussi favorable à leur accrochage avec la paroi lors de la descente. En conséquence, ils doivent être enfermés dans le corps de l'appareil lors de cette manœuvre. Pour cela l'appareil comporte un dispositif d'effacement ou de dégagement des doigts. Les éléments mécaniques suivant le mouvement du bras intérieur du doigt possèdent une certaine inertie ; les forces des ressorts repoussant les doigts contre la paroi du cuvelage doivent être limitées afin de ne pas empêcher l'ascension de l'outil dans le puits. En conséquence lors du passage du doigt sur un creux (resp. : une bosse) l'outil indiquera un diamètre plus grand (resp. : petit) que le diamètre réel, voire même si le bras rebondit, des irrégularités inexistantes. Il faut remarquer que, dans un tubage, le diamètre intérieur des manchons de liaison est supérieur à celui du corps des tubes (161,5 contre 159,4 mm pour un cuvelage 7" 26 lb/ft VAM). Au niveau des manchons, l'appareil pourra indiquer des pics de corrosion. Pour corriger cette lecture il faudra reporter sur l'enregistrement de la mesure du diamètre intérieur l'emplacement des manchons de liaison à partir de la composition détaillée du cuvelage. Celle-ci figure dans le "Rapport de fin de sondage" que le Maître d'ouvrage doit soigneusement conserver. Afin de pouvoir comparer la mesure effectuée à une antérieure il faudra que les effets d'inertie soient à peu près identiques dans les deux cas. Pour cela la vitesse ascensionnelle de l'outil devra être la même. Lors d'une mesure il pourra être intéressant, pour évaluer les effets d'inertie, de repasser l'outil à une vitesse différente sur une zone déjà inspectée sélectionnée à cause d'une caractéristique typique (forte intensité des phénomènes de dépôt-corrosion, artefact).

La position du centre de gravité de la section droite du cuvelage ne peut être déterminée qu'après tracé du pourtour de celle-ci. Celui-ci est effectué dans un repère polaire lié à l'outil. Il est d'autant plus précis que le nombre de points dont on mesure la position est grand. A cause du temps nécessaire à l'acquisition et la transmission de l'information les mesures ne sont pas simultanées. La section est dessinée (le long de l'axe du cuvelage) à partir de points d'abscisses

curvillignes différents. Ceci ne présente pas de problèmes en pratique. Dans le cas de l'outil Schlumberger TGS 16 bras à la vitesse ascensionnelle de 8 m/min un même doigt effectue une mesure tous les 5,8 mm et se déplace de 0,3 mm pendant la durée (2 ms) de celle-ci. Dans les images des sections radiales la paroi extérieure du tubage est présentée sous la forme d'un cercle de diamètre égal au diamètre nominal et ayant pour centre le barycentre de la section intérieure. Ceci est arbitraire car les doigts des appareils mécaniques ne peuvent atteindre que la paroi intérieure.

La formation productrice n'est pas sableuse. L'intensité de l'abrasion par des particules solides transportées par le fluide géothermal est donc négligeable. Les phénomènes de dépôt-corrosion sont d'origine chimique ; leur intensité ne dépend que des conditions physico-chimiques régnant dans une section et est pratiquement la même sur tout le pourtour de celle-ci. En conséquence l'image probablement la plus représentative d'une paroi extérieure pourrait être celle montrant l'épaisseur de métal la plus constante possible à l'intérieur d'un cercle de diamètre égal au diamètre nominal (extérieur) du tubage.

L'appareil CIT de Cogeo-Hunting possède 60 doigts et transmet seulement les valeurs maximale et minimale du rayon. Le tubage pourra être considéré, avec une bonne probabilité, posséder un rayon moyen égal à la moyenne des rayons mesurés.

b) Appareils de mesure ultrasoniques

Les appareils ultrasoniques permettent de mesurer bien d'autres grandeurs (épaisseur cuvelage, adhérence ciment sur cuvelage) que le seul diamètre intérieur du cuvelage. Le nombre de points auscultés est aussi beaucoup plus élevé qu'avec les appareils mécaniques à palpeurs. Cette richesse d'information a pour contrepartie un coût d'utilisation et d'interprétation très élevé qui limite l'emploi de ces instruments aux cas spéciaux (litiges, difficultés anormales d'interprétation) où les appareils mécaniques à palpeurs sont insuffisants.

Les appareils émettent une onde ultrasonique vers le cuvelage et analysent les échos provenant de sa paroi et/ou des diverses interfaces acier-ciment et ciment-formation. Ils comportent, suivant les grandeurs à mesurer, des émetteur-récepteur fixes ou rotatifs voire un émetteur et un récepteur séparés. Ils peuvent être également équipés d'un émetteur-récepteur déterminant les propriétés du fluide remplissant le puits par l'analyse de l'écho émis par une paroi située à une distance connue.

Les appareils ultrasoniques sont nombreux, compliqués et surtout employés peu fréquemment en géothermie. Il paraît donc difficile, voire présomptueux, à l'heure actuelle de définir leurs procédures d'utilisation. Il faut simplement rappeler ici, à part le respect des consignes de sécurité, la nécessité du report sur l'enregistrement des profondeurs des manchons de liaison des tubages. Le Maître d'ouvrage devra s'adresser à un Maître d'oeuvre possédant l'expérience de ce type d'outils et donc à même de lui indiquer, dans la vaste gamme existante, le plus adapté au problème rencontré.

2.6.3. Appareils d'inspection des puits par caméra

Les images lues par une caméra vidéo dans le puits sont visionnées en temps réel en surface sur un écran de télévision. Ce procédé semble le plus attrayant car mettant en oeuvre le sens dans lequel l'homme est le plus confiant. Malheureusement, il est nécessaire pour voir dans l'obscurité du puits d'emporter un éclairage. Les particules contenues dans le fluide ou en provenance de la paroi réfléchissent, dispersent la lumière empêchant, sauf propreté exceptionnelle, toute vision nette. Seule une idée très précise, obtenue avec d'autres appareils de ce que l'on cherche permet de le distinguer dans un fond uniformément flou.

Sauf développement technique permettant de maintenir la caméra dans un volume d'eau propre s'étendant jusqu'aux parois du puits la vision n'est pas utilisable efficacement dans les puits géothermiques. L'observation du monde marin semble confirmer cette approche. En effet, les orgues repèrent leurs proies à distance par sonar et n'utilisent la vue que lorsqu'elles sont dans leur voisinage.

3. CONCLUSION : OBJECTIFS, PERIODICITES ET JUSTIFICATIONS DES CONTROLES

L'objectif des auteurs était de présenter les méthodologies utilisées ou à utiliser pour le suivi de la corrosion et de l'efficacité des traitements par inhibiteur de corrosion dans les centrales géothermiques.

Ce rapport, dont les limites représente l'état actuel des connaissances des rédacteurs, n'est cependant pas un calendrier précis des mesures ou analyses à réaliser pour tel ou tel paramètre ou espèce contenu dans le fluide géothermal. Ceci reste à établir entre le maître d'oeuvre sous-sol et le maître d'ouvrage en fonction des besoins de l'installation (phase à laquelle se trouve l'installation, problèmes de fonctionnement apparus ou suspectés) et du compromis technico-économique de l'exploitation.

En outre, ce rapport n'est pas seulement un inventaire de méthodologies, mais aussi un rapport critique de celles-ci laissant apparaître la nécessité d'utiliser telle ou telle méthodologie suivant une périodicité minimale. Cette périodicité minimale est d'ailleurs absolument nécessaire mais pas suffisante (elle serait facile à établir par les auteurs, mais dépasserait le cadre contractuel de ce rapport). De plus, il est fort probable qu'un maître d'ouvrage ou exploitant ayant lu ce rapport saura quel crédit accorder aux méthodologies appliquées pour le suivi de son exploitation et pourra juger lui-même de leur périodicité qui est fonction du compromis entre performances actuelles de l'exploitation et résultats escomptés.

Le tableau suivant présente un récapitulatif des diverses méthodes de suivi d'une exploitation géothermale, leurs objectifs et phénomènes, qu'elles permettent de mettre en évidence. En outre, il est proposé une périodicité annuelle minimale (ou autre le cas échéant) pour chaque type de contrôle.

Les auteurs pensent que ce rapport contractuel a répondu à l'essentiel des questions posées et osent espérer qu'avec la large diffusion assurée par l'Ademe auprès de la profession leur travail contribuera à optimiser efficacement l'exploitation des installations géothermiques.

Moyen de contrôle	Périodicité annuelle minimale recommandée	Objectifs
		Phénomènes mis en évidence
Minéralisation du fluide (cations et anions totaux) et paramètres physiques (température, pH, Eh, conductivité)	4	<ul style="list-style-type: none"> permet de déceler toute variation du chimisme (suivi de la concentration des espèces en fonction du temps et du débit) du fluide influençant les processus de déposition et de corrosion
Détermination du point de bulle et du GLR Analyse des gaz	2	<ul style="list-style-type: none"> permet de détecter une éventuelle modification de la composition de la fraction gazeuse du fluide liée à des phénomènes de corrosion-déposition (eux-mêmes liés au dégazage)
Dosage du fer	6	<ul style="list-style-type: none"> paramètre sensible à un arrêt de traitement et indicateur de l'efficacité d'un inhibiteur de corrosion le dosage du fer permet d'apprécier l'évolution du processus de corrosion-déposition
Dosage des sulfures	6	<ul style="list-style-type: none"> permet d'évaluer le risque de déposition de sulfures de fer et une éventuelle recrudescence de l'activité bactérienne (évolution de la concentration en HS^- en fonction du débit)
Teneur en fer dans le réservoir	1	<ul style="list-style-type: none"> le tracé de la teneur en fer en fonction de l'inverse du débit (Q) permet, à débit infini soit pour $1/Q = 0$, de déterminer la teneur en fer du réservoir. cette évaluation des teneurs en fer du réservoir permet d'estimer la quantité de fer issue de la corrosion
Teneur en sulfures dans le réservoir	1	<ul style="list-style-type: none"> le tracé de la teneur en sulfures en fonction de l'inverse du débit (Q) permet, à débit infini soit pour $1/Q = 0$, de déterminer la teneur en sulfures du réservoir. cette évaluation des teneurs en sulfures du réservoir permet d'estimer la production bactérienne de sulfures.
Analyse bactériologique	3	<ul style="list-style-type: none"> numération bactérienne dans le fluide et en particulier des bactéries sulfato-réductrices (BSR) nécessité de contrôler la concentration en BSR dont la prolifération engendrerait une augmentation de la concentration en sulfures et un risque accru de déposition de sulfures de fer une recrudescence de l'activité bactérienne dans le proche réservoir occasionnant une augmentation de la concentration bactérienne dans le fluide est un phénomène à évolution relativement lente ne nécessitant pas des contrôles très rapprochés
Mesure de la consommation d'inhibiteur dans la cuve	tous les jours	<ul style="list-style-type: none"> même si l'arrêt de l'injection d'inhibiteur n'entraîne pas instantanément la reprise de la corrosion généralisée de l'ensemble des tubages, la partie inférieure du puits de production perdra sa protection la première
Mesure de la vitesse de corrosion par méthode gravimétrique		<ul style="list-style-type: none"> connaissance du mode de corrosion par mode d'exploitation (débit) : hiver = 6 mois; demi saison = 2 mois; été = 4 mois). évaluation de l'efficacité d'inhibition détermination des phases cristallisées sur les coupons
Coupons de corrosion en phase de réglage du traitement	4	<ul style="list-style-type: none"> si la perte de poids est suffisante alors suivi par coupon tous les 3 mois.
Coupons de corrosion en phase de routine	2	<ul style="list-style-type: none"> suivi de l'efficacité du traitement

Moyen de contrôle	Péodicité annuelle minimale recommandée	Objectifs Phénomènes mis en évidence
Mesure de la vitesse de corrosion par résistance de polarisation (Sonde électrochimique)	tous les jours coupon sorti tous les 4 mois	<ul style="list-style-type: none"> la R_p (inversement proportionnelle au courant de corrosion et donc à la vitesse de corrosion) permet de suivre l'évolution de la corrosion en fonction du temps et du débit. Il est donc intéressant de la suivre quotidiennement. Une sonde électrochimique permet de d'apprécier la vitesse de corrosion, d'évaluer l'efficacité de l'inhibiteur ainsi que son mode d'action et de connaître (par observation visuelle du coupon à sa sortie) le mode de corrosion en fonction du mode d'exploitation.
Diagraphie	1 fois tous les trois ans	<ul style="list-style-type: none"> observation directe de l'état interne des cuvelages contrôle des phénomènes de corrosion-dépôt suivi de l'évolution du diamètre interne des cuvelages procédure longue, lourde et coûteuse qui ne peut être mise en oeuvre fréquemment
Inspection vidéo	à mettre en oeuvre à titre exceptionnel	<ul style="list-style-type: none"> permet d'apprécier l'état du cuvelage mais aussi des appareils immergés tels que pompe d'exhaure, tube d'injection en fond de puits procédure difficile à mettre en oeuvre et honéreuse, à n'utiliser qu'à titre exceptionnel suite à de graves problèmes d'exploitation
Mesure du taux d'inhibiteur dans le fluide en tête du puits de production	lors de la mise en place ou de l'arrêt d'un traitement par inhibiteur	<ul style="list-style-type: none"> nécessité de suivre la concentration en inhibiteur lors de la mise en place et de l'arrêt d'un traitement afin d'évaluer son efficacité, ses cinétiques d'adsorption et désorption
Contrôle de l'intégrité du TIAFP	6	<ul style="list-style-type: none"> permet de déceler toute rupture du système d'injection d'additif en fond de puits
Contrôle du fonctionnement de la centrale de dosage et d'injection d'inhibiteur	tous les jours	<ul style="list-style-type: none"> il est très important de vérifier l'asservissement de la quantité d'inhibiteur injectée au débit géothermal afin d'éviter tous sous-dosage de l'inhibiteur qui serait préjudiciable à l'efficacité du traitement en cas de non asservissement de la centrale de dosage, ce contrôle doit permettre de diagnostiquer tous dysfonctionnement du dispositif d'injection conduisant à une modification de la quantité d'inhibiteur injectée
Suivi de la perte de charge dans les tubages	6	<ul style="list-style-type: none"> contrôle de l'évolution du phénomène de déposition évaluation de l'efficacité d'inhibition de croissance cristalline d'un inhibiteur perte de charge significative dans le cas de la formation de dépôts
Suivi de paramètres d'exploitation (consommation électrique, niveau de rabattement, pression d'injection)	6	<ul style="list-style-type: none"> évaluation de l'intensité des phénomènes de corrosion-déposition et de l'efficacité du traitement par inhibiteur détection d'anomalies de fonctionnement du système d'injection, de la pompe d'exhaure

BIBLIOGRAPHIE

ABOU AKAR A., LAFFORGUE M., (1994) - Etude de la corrosion par coupons en acier au carbone placés en zones monophasique et diphasique sur lma centrale géothermique de Chelles. Rapport BRGM n° R 37832 GGP DR 94, 92p.

ABOU AKAR A., IGNATIADIS I. (1994) - A new model for iron sulphide deposition in geothermal wells. In: Proceedings of the International Symposium, Geothermics 94 in Europe, from Research to Development, BRGM (ed), Orléans France, 8-9 February 1994, pp.215-222.

AMALHAY M., IGNATIADIS I. (1992) - Etude de la corrosion en milieu géothermal du Bassin parisien : Historique, état actuel et perspectives. Rapport BRGM n° R 36054 IRG SGN 92, 160 p.

AMALHAY M., IGNATIADIS I. (1993) - Laboratory studies and field tests in a geothermal environment to measure carbon steel corrosion rates using electro-chemical methods and to determine the influence of fluid composition, the presence of an inhibitor and of scale. First meeting of JOULE II contractors (contract n° JOU2-CT92-0108), September 30 - October 1, 1993, Patras, Greece.

AMALHAY M., IGNATIADIS I. (1993) - Etude du comportement de l'acier au carbone API K55 dans le fluide géothermal dégazé. Rapport BRGM n° R37868 IRG SGN 93, 39 p.

AMALHAY M. (1994) - Contribution à l'étude et à la compréhension des phénomènes de corrosion-dépôts et de leur inhibition dans les puits géothermiques exploités en basse enthalpie. Thèse d'Université. Université de Provence Aix Marseille I, p. 210.

AMALHAY M., GAUTHIER B., IGNATIADIS I. (1994) - Influence of some physico-chemical parameters and exploitation conditions on corrosion and scaling in geothermal wells in the Paris basin. In: Proceedings of the International Symposium, Geothermics 94 in Europe, from Research to Development, BRGM (ed), Orléans France, 8-9 February 1994, pp.233-240.

ASTM (1981) - Standard practice for preparing, cleaning and evaluating corrosion test specimens. In: 1983 Annual book of ASTM standards Section 3: Metals test methods and analytical procedures. vol. 03.02 Metal corrosion, erosion and wear. ASTM 1916 Race street, Philadelphia, PA 19103.

BRAY P., LESUEUR H., IGNATIADIS I., BOISDET A. (1993a) - Instrumentation et télégestion du réservoir géothermique du Dogger du bassin de Paris. Rapport final CCE XVII GE/335/88/FR et Rapport BRGM R37577 IRG SGN 93, 66 p., 4 volumes, volume 1/4.

BRAY P., LESUEUR H., IGNATIADIS I., BOISDET A. (1993b) - Annexe 1. Documents relatifs aux capteurs. Rapport final CCE XVII GE/335/88/FR et Rapport BRGM n° R7577 IRG SGN 93, 75 p., 4 volumes, volume 2/4.

BRAY P., LESUEUR H., IGNATIADIS I., BOISDET A. (1993c) - Annexe 2. Exemples d'utilisations des logiciels Télégraph, et TelExpert. Rapport final CCE XVII GE/335/88/FR et Rapport BRGM n°R7577 IRG SGN 93, 30 p., 4 volumes, volume 3/4.

BRAY P., LESUEUR H., IGNATIADIS I., BOISDET A. (1993d) - Annexe 3. Notices d'utilisations des logiciels Télégraph, et TelExpert. Rapport final CCE XVII GE/335/88/FR et Rapport BRGM n°R7577 IRG SGN 93, 64 p., 4 volumes, volume 4/4.

COUGET P., DE LAULANIE H., LEBLAN P., LE BOUCHER B., LEFEBVRE Y., MOINARD M., PAILLASSA R. et SAMARAN J.P., (1969) - Recommandations pour la conduite des essais de corrosion. Revue de l'Institut Français du pétrole, Juillet-Août 1969 XXIV, n° 7/8, pp. 807-840.

DAUMAS S., GOYENECHE O. et BIANCHI A. (1985a) - Activités métaboliques des bactéries des eaux géothermales du Dogger et du Trias du Bassin Parisien. C. R. Acad. Sc. Paris, t. 301, Série III, n°6, pp. 295-297.

DAUMAS S., LOMBART R. et BIANCHI A. (1985b) - A Bacteriological study of Geothermal Spring Waters Dating from the Dogger and Trias Period in the Paris Basin. Geomicrobiology Journal, Vol.4, n°4, pp. 423-433.

DAUMAS S. (1986) - Corrosion bactérienne en géothermie à basse température. Mécanismes de corrosion par les bactéries sulfato-réductrices. Thèse, Université de Provence, Aix-Marseille I, 118 p..

FOUILLAC C., FOUILLAC A.M., CRIAUD A. (1990) - Sulphur and oxygen isotopes of dissolved sulphur species in formation waters from the Dogger geothermal aquifer, Paris Basin, France. Applied Geochem. Vol. 5, N°4 p. 415-427.

GUANDALINO S. (1990) - Mesure in situ par sonde électrochimique de la concentration en hydrogène dissous dans les fluides géothermaux du réservoir du Dogger (Bassin parisien), Rapport de stage d'Ingénierat, IMRG - Institut des Sciences de l'Ingénieur de Montpellier, Juin 1990, 71 p.

IDEI'CIK I.E. (1979) - Mémento des pertes de charge, Eyrolles Ed.

IGNATIADIS I., BRACH M., LE DINH BAO B., LAFFORGUE M. (1990a) - Suivi journalier physico-chimique d'hiver et d'été de fluides géothermaux du Dogger du Bassin Parisien. Rapport BRGM n° R 31928 IRG SGN 90, 78 p.

IGNATIADIS I., CHERADAME J.-M., BRACH M., CASTAGNE S., GUEZENNEC J. (1990b) - Reduction by biocide treatment of hydrogen sulphide concentration in a geothermal brine. In "Microbially influenced corrosion and biodeterioration". Ed. N.J. Dowling, M.W. Mittelman, J.C. Danco. Proceedings or the International Congress on "Microbially Influenced Corrosion" Knoxville USA 7-12 october 1990, section 8, pp 33-36.

IGNATIADIS I., CHERADAME J.M., LAFFORGUE M., CASTAGNE S. (1991a) - Evolution des teneurs en sulfures dissous dans les fluides géothermaux du réservoir du Dogger du Bassin parisien. Rapport BRGM n° R33518 IRG SGN 91, 134 p.

IGNATIADIS I., TETON S., LAFFORGUE M. (1991b) - Evaluation de l'action d'un inhibiteur de corrosion organique sur les dépôts des sulfures de fer en milieu géothermal reconstitué et réel. Rapport BRGM n° R33945 IRG SGN 91, 90 p.

IGNATIADIS I., AMALHAY M., LAFFORGUE M., BRACH M. (1991c) - Dosage des sulfures et mercaptans dissous dans les fluides géothermaux du Dogger du bassin parisien. Rapport BRGM n° R 33488 IRG SGN, 91 p.

IGNATIADIS I., POLICE O. (1991) - Méthodes de dosage d'agents tensio-actifs organiques utilisés comme inhibiteurs de corrosion en géothermie. Rapport BRGM n° R 33517 IRG SGN 91, 80 p.

IGNATIADIS I., ABOU AKAR A., LAFFORGUE M., BRAY Ph. (1992a) - Prélèvement d'échantillons de fluide géothermal par le tube d'injection d'additifs en fond de puits de production sur le site d'ORLY 1 (GOR-2). Rapport BRGM n° R 34513 IRG SGN 92, 76 p.

IGNATIADIS I., AMALHAY M., LAFFORGUE M. (1992b) - Corrosivité du fluide géothermal vis-à-vis de l'acier au carbone neuf ou précorrodé en absence et en présence d'inhibiteur de corrosion. Rapport BRGM n° R 36056 IRG SGN 92, 106 p.

IGNATIADIS I., ABOU AKAR A. (1992) - Prélèvement d'échantillons de fluide géothermal en fond de puits de production au moyen du préleveur de fond PRINPIMO sur le site de RIS ORANGIS (GRO-2). Rapport BRGM n° R 36055 IRG SGN 92, 68 p.

IGNATIADIS I. (1993a) - Experimental concentration versus time curves for the iron (II) sulphide precipitation reaction in partly reconstituted geothermal fluids in the presence and in absence of surfactant additive. To be submitted in Chemical Geology. First meeting of JOULE II contractors (contract n° JOU2-CT92-0108), September 30 - October 1, 1993, Patras, Greece.

IGNATIADIS I. (1993b) - Estimation of the solubility product of the iron sulphide controlling the solubility of iron and sulphides dissolved in geothermal fluids from production wellheads in the Paris Basin. First meeting of JOULE II contractors (contract n° JOU2-CT92-0108), September 30 - October 1, 1993, Patras, Greece.

IGNATIADIS I., AMALHAY M., CHERADAME J.M. (1993) - Etude des dégradations des paramètres hydrodynamiques des puits de Coulommiers, phase II. Note technique n° 93CFG378, CFG 93 p. 35.

IGNATIADIS I. (1994) - Origins of the increased sulphide concentration s noted in geothermal fluids at production wellheads in the south and east of the Paris basin. In: Proceedings of the International Symposium, Geothermics 94 in Europe, from Research to Development, BRGM (ed), Orléans France, 8-9 February 1994, pp.241-248.

IGNATIADIS I., ABOU AKAR A., AMALHAY M. (1994a) - Methods for monitoring corrosion and the efficiency of treatment by corrosion inhibitor on the geothermal projects of the Paris Bassin. In: Proceedings of the International Symposium, Geothermics 94 in Europe, from Research to Development, BRGM (ed), Orléans, France, 8-9 February 1994, pp. 257-266.

IGNATIADIS I., ABOU AKAR A., AMALHAY M. (1994a) - Monitoring of corrosion and the efficiency of treatment by corrosion inhibitor on the geothermal projects of the Paris Bassin. In: Proceedings du 2ème Colloque Européen "Corrosion dans les Usines Chimiques et parachimiques, Grenoble 21-22 septembre 1994, CEFRACOR (ed), Paris, France, Section C2 P15-1 - P15-8.

IGNATIADIS I., LE DINH BAO B. (1994) - Laboratory studies and field tests in a geothermal environment for the determination of anti-corrosion properties of silica films deposited on carbon steel. In: Proceedings of the International Symposium, Geothermics 94 in Europe, from Research to Development, BRGM (ed), Orléans France, 8-9 February 1994, pp.189-198.

INSTITUT MIXTE DE RECHERCHES GEOTHERMIQUES, (1985) - Rapport annuel d'activités 1986. IMRG, BRGM/AFME, Orléans, France.

INSTITUT MIXTE DE RECHERCHES GEOTHERMIQUES, (1986) - Rapport annuel d'activités 1986. IMRG, BRGM/AFME, Orléans, France.

INSTITUT MIXTE DE RECHERCHES GEOTHERMIQUES, (1987) - Rapport annuel d'activités 1987. IMRG, BRGM/AFME, Orléans, France, 42 p.

INSTITUT MIXTE DE RECHERCHES GEOTHERMIQUES, (1988) - Rapport annuel d'activités 1988. IMRG, BRGM/AFME, Orléans, France, 67 p.

INSTITUT MIXTE DE RECHERCHES GEOTHERMIQUES, (1989) - Rapport annuel d'activités 1989. IMRG, BRGM/AFME, Orléans, France, 84 p.

INSTITUT MIXTE DE RECHERCHES GEOTHERMIQUES (1990), - Rapport annuel d'activités 1990. IMRG, BRGM/AFME, Orléans, France, 82 p.

INSTITUT MIXTE DE RECHERCHES GEOTHERMIQUES (1991), - Rapport annuel d'activités 1991. IMRG, BRGM/AFME, Orléans, France, 96 p.

INSTITUT MIXTE DE RECHERCHES GEOTHERMIQUES (1992), - Rapport annuel d'activités 1991. IMRG, BRGM/AFME, Orléans, France, 108 p.

INSTITUT MIXTE DE RECHERCHES GEOTHERMIQUES (1993), - Rapport annuel d'activités 1991. IMRG, BRGM/AFME, Orléans, France, 114 p.

NACE (1975) - Standard RP07-75, National Association of Corrosion Engineers, Houston, Texas, 1975.

NACE (1987) Standard RPO 775-87 item 53031. Standard Recommended Practice Preparation and Installation of corrosion coupons and interpretation of test data in oilfield operations. National Association of Corrosion Engineers, Houston, Texas, 1987.

ANNEXE 1

**MISE EN OEUVRE, PREPARATION
ET TRAITEMENT DES COUPONS
DE CORROSION**

NORMES APPLICABLES :

ASTM G1-81 Standard practice for preparing, cleaning and evaluating corrosion test specimens (Subcommittee G01.05 on laboratory corrosion tests).

NACE Standard RPO 775-87 item 53031. Standard Recommended Practice Preparation and Installation of corrosion coupons and interpretation of test data in oilfield operations (january 1987).

Chambre syndicale de la recherche et de la production du pétrole et du gaz naturel, comité des techniciens, commission exploitation, sous-commission "corrosion", groupe "coupons" : "Recommandations pour la conduite des essais de corrosion". Revue de l'Institut Français du Pétrole (juillet-août 1969).

Les coupons, retirés du fluide géothermal doivent être dégraissés (A.1.1) puis desquamés (A.1.2) avant d'être pesés (A.1.3).

A.1.1. Dégraissage préalable

Produits : alcool éthylique, acétone, toluène

Matériel : bain ultrasonique

Solution de dégraissage : alcool éthylique 1/3, acétone 1/3, toluène 1/3, en volume

Procédure : immersion de l'échantillon dans un mélange ternaire de solvants (alcool 1/3, acétone 1/3, toluène 1/3), puis passage aux ultrasons.

A.1.2. Desquamation

Produits : HCl (33 %), oxyde d'antimoie Sb_2O_3 , chlorure d'étain $SnCl_2$

Matériel : 2 brosses en nylon

Bain de Clarke : préparer sous la hotte à 25°C la solution suivante :

HCl (33 %) 1 litre, oxyde d'antimoine Sb_2O_3 (20 g), chlorure d'étain $SnCl_2$ (50 g).

Procédure : effectuer la desquamation sous la hotte également à 25°C.

Temps de trempe entre deux desquamation du même coupon : 5 mn.

- 1) sécher les échantillons à l'étuve (50°C) ;
- 2) peser les échantillons. Ce poids est le poids des échantillons avec dépôts et avant desquamation ;
- 3) préparer une solution de desquamation ;
- 4) mettre la solution dans un grand becher ou un cristallisoir ;
- 5) mettre un barreau magnétique dans le récipient ;

- 6) desquamation : suspendre un ou plusieurs échantillons dans la solution ;
- 7) laisser les échantillons pendant 5 minutes dans la solution ;
- 8) sortir les échantillons de la solution ;
- 9) frotter les échantillons avec une brosse ;
- 10) rincer les échantillons à l'eau déminéralisée ;
- 11) sécher les échantillons au séchoir ;
- 12) peser l'échantillon sur une balance de précision (au 1/10ème de mg près) ;
- 13) effectuer, 5 fois si nécessaire, sur chaque échantillon les manipulations 6 à 12 ;
- 14) tracer la courbe de variation de masse d'un échantillon en fonction du temps de desquamation. Les points pour lesquels l'échantillon ne porte plus de dépôts sont alignés sur une droite. La masse de l'échantillon, sans produit de corrosion après exposition, est donnée par l'intersection de cette droite avec l'axe des masses (cf. courbe modèle ci-dessous) ;
- 15) calculer la perte de poids et la traduire en vitesse de corrosion connaissant la surface et le temps d'exposition.

ANNEXE 2

**TABLEAU RECAPITULATIF
DES MESURES OU DES DOSAGES
PHYSICO-CHIMIQUES**

Eléments	Méthode d'analyse	Précision	Plage de variation au Dogger	Laboratoire susceptible de faire la mesure ou le dosage
H+ ou pH	potentiométrie sur site au moyen d'un pH-mètre et d'une électrode combinée spécifique	± 0,5 - ± 1 %	6,1 - 6,9	BRGM/SGN/ANA GUIGUES CFG SPEG
Température	thermomètre à thermocouple ou à mercure ou à résistance ou à thermistance	± 0,2 à ± 1 %	47 - 86	"
Eh potentiel redox	potentiométrie sur site au moyen d'un millivoltmètre et d'une électrode combinée spécifique	2 - 4 %	200 - + 30 mV/ENH	"
Conductivité	conductivimètre de terrain et électrode spécifique	0,5 - 1 %	> 100 mS/cm	"
Oxygène	oxymètre ou test colorimétrique	10 %	0 - 1 mg/l	"
[HCO ₃ ⁻] ou alcalinité ou réserve alcaline	titration (par pH-métrie) selon la méthode GRAN	5 %	260 - 565 mg/l	"
Sulfures d'hydrogène et mercaptans	titration potentiométrique entre une électrode de référence et une électrode spécifique Ag ₂ S/Ag	5 %	0 - 80 mg/l	"
Fe ²⁺ (fer dissous) et Fer total	colorimétrie sur site ou absorption atomique ou ICP	5 %	0 - 5 mg/l	"

Recommandations relatives au suivi de l'efficacité des traitements par inhibiteur

Eléments	Méthode d'analyse	Précision	Plage de variation au Dogger	Laboratoires susceptibles de faire la mesure ou le dosage
Cations majeurs Na ⁺ , K ⁺ , Ca ⁺⁺ , Mg ⁺⁺ , Li ⁺ , Sr ⁺⁺ , NH ₄ ⁺ , Al ⁺⁺⁺ , Mn ⁺⁺ , Ba ⁺⁺	ICP : dosage de certains éléments majeurs et traces Absorption atomique : dosage d'éléments en forte concentration	5 %	selon élément	BRGM/SGN/ANA GUIGUES CFG
Anions majeurs Cl ⁻ , Br ⁻ , SO ₄ ²⁻ , NO ₃ ⁻ , F ⁻ , H ₃ SiO ₄ ⁻ , HCO ₃ ⁻	ICP : dosage de certains éléments majeurs et traces Absorption atomique : dosage d'éléments en forte concentration	5 %	selon élément	"
Chromatographie ionique	5 - 10 %			
Inhibiteur	colorimétrie	5 - 10 %	0 - 5 mg/l	"
Cl ⁻	titration avec nitrate d'argent	0,3 %		
	absorption atomique	1 - 5 %	2600 - 20235 mg/l	"
	chromatographie ionique	5 - 10 %		
Ca ⁺⁺	titration complexométrique	0,3 %	154 - 1726 mg/l	"
	Absorption atomique	5 %		
Silice	colorimétrie	5 %	21 - 45 mg/l	"
SO ₄ ²⁻	absorption atomique	1 - 5 %	457 - 1282 mg/l	"
	chromatographie ionique	5 - 10 %		
Gaz libres	chromatographie en phase gazeuse	5 - 10 %	selon gaz majeurs CH ₄ : 12-53 % N ₂ : 19-61 % CO ₂ : 5-20 %	lab. spécialisé BRGM/SGN/ANA
GLR %	appareillage spécialisé rapport volume gaz/volume liquide	5 - 10 %	5 - 20	CFG BRGM/SGN/ANA
Isotopes de : Soufre, Oxygène Hydrogène	spectrométrie de masse	0,1 - 1 %	selon l'élément	lab. spécialisé BRGM/SGN/ANA

ANNEXE 3

FINALITE DES MESURES PHYSICO-CHIMIQUES EN TERMES D'EXPLOITATION ET DE SUIVI

Paramètres mesurés	Utilité de la mesure	Appareillage	Conditions particulières
Débit du fluide	Connaissance des conditions d'exploitation	Débitmètre en centrale	Etalonnage périodique
Température	idem	Sonde PT 100 ou thermomètre	Idem
Pression	idem	Manomètre à cadran ou sonde	Idem
Eh	Détection d'une entrée d'eau (le Eh et le pH augmentent)	Milli voltmètre et électrode spécifique	Sur site
pH		pH-mètre	Sur site. Faire étalonnage préalable avec solutions étalons. Noter la temp. (°C)
Oxygène	Détection d'une entrée d'eau si proche de la tête de puits (sinon l'H ₂ S le neutralise)	Oxymètre ou test colorimétrique	Sur site
G.L.R. ou rapport gaz/liquide	Permet la reconstitution de la quantité d'H ₂ S et de CO ₂ (corrosivité du fluide) si analyse des gaz	Passage de l'eau géothermale dans un appareillage adapté	Sur site
Sulfures [HS ⁻] et mercaptans [RS ⁻]	Mesure la corrosivité du fluide ; évalue l'activité bactérienne dans le puits	Chaîne de titration Milli-voltmètre Electrode de référence et électrode Ag ₂ S/Ag	Se réalise sur site ou dans les heures qui suivent le prélèvement Conditionnement par ajout de NaOH Dosage des mercaptans délicat
HCO ₃ ⁻ et le CO ₂ des gaz libres (GL) et des gaz dissous (GD).	Utile pour calculer l'équilibre ionique de l'eau. Mesure de l'alcalinité de l'eau (assimilée à la dureté). Mesure de la corrosivité de l'eau	pH mètre étalonné. Cellule pour HCO ₃ ⁻ Appareillage spécial pour le prélèvement des gaz libres et des gaz dissous.	Prélèv. gaz sur site (GL et GD). Mesure sur site. Pour HCO ₃ ⁻ , conditionner l'échantillon comme pour les anions, si la mesure est faite en laboratoire.

Paramètres mesurés	Utilité de la mesure	Appareillage	Conditions particulières
Analyse des gaz libres et gaz dissous	Voir GLR et CO2 ci-dessus	En laboratoire par chromatographie	Certains éléments révèlent une éventuelle erreur de manipulation.
Comptage des particules	Indication qualitative de la stabilité du fluide : capacité de l'inhibiteur à limiter le nombre et la taille des particules	Compteur de particules	A réaliser sous pression. Mesures à exploiter en relatif sur le même puits.
Matières en suspension (MES)	Charge du fluide en matière solide (précipités, ...).	Filtration étagée	Risques d'erreur importants dus aux changements de pression (précipitations d'espèces)
Anions (Cl ⁻ , ...)	Connaissance du fluide géothermal. Contrôle d'un éventuel mélange d'eaux (perçement avec entrée d'eau).	En laboratoire	Flacons en polypropylène
Cations	Connaissance du fluide géothermal. Contrôle d'un éventuel mélange d'eaux.	En laboratoire	Flacons en polypropylène
Fer dissous [Fe ⁺⁺]	Mesure d'une vitesse apparente de corrosion.	Colorimètre de terrain ou labo.	Filtration préalable de l'échantillon à 0,45 micron
Fer total	Par différence avec le fer dissous, existence de particules de fer ou de sulfures de fer.	Colorimètre de terrain ou de labo.	Acidification de l'échantillon pH > 1,6 (avec HNO ₃ suprapur)
Isotopes	Détermination de l'origine des eaux. Détermination de l'origine des sulfures.	Spectrométrie de masse	Se conformer aux instructions du labo

Paramètres mesurés	Utilité de la mesure	Appareillage	Conditions particulières
Manganèse [Mn]	Mesure de la vitesse de corrosion généralisée, à condition de connaître la teneur dans le réservoir.	En laboratoire par adsorption	Problème de la limite de détection : quelques ppb.
Niveau d'injection du produit dans le puits de production	Contrôle de la protection de l'ensemble du puits de production par l'inhibiteur.	Pression matelas d'azote (TAI GPC Scoflex) ou traçage par colorant (TTFP CFG Forplex).	
Quantité d'inhibiteur injectée	Contrôle du dosage moyen injecté.	Débitmètre sur le tube d'injection (TTFP CFG Forplex) et niveau du produit dans la cuve (TTFP CFG Forplex et TAI GPC Scoflex).	Contrôle quotidien.
Teneur du fluide en inhibiteur à l'injection	Qualité de la protection du puits d'injection.	Par dosage d'un élément de l'inhibiteur (amines, ...)	Mesure réalisée en tête de puits d'injection.

RÉALISATION BRGM

impression et façonnage :
SERVICE REPROGRAPHIE