

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université M'Hamed Bougera de Boumerdes



Faculté des Sciences de l'Ingénieur
Département de Génie Civil

Mémoire

Présenté pour l'obtention du diplôme Master
Spécialité : Matériaux en Génie Civil

THÈME

Le Ciment Pétrolier à bas de nano-silice

❖ Réalisée Par:

Slimani Amina

Proposé et suivi par :

Dr. DAOUI Abdelhakim

Boumerdes 2020-2021

Remerciements

Tout d'abord je remercie (الله) le tout puissant qui m'a donné la santé, le courage et la patience pour mener à bien ce modeste travail. Je remercie nos très chers parents pour leurs soutiens et leurs patiences.

J'exprime toutes mes profondes reconnaissances à mon promoteur ***Dr. Daoui Abdelhakim*** et ***Mon enseignant Pr Safi Brahim*** pour leur aide, et leurs conseils ainsi que leur disponibilité durant toute la période de notre projet.

Je souhaite exprimer notre profonde gratitude à tous les enseignants qui me formés du primaire à l'université.

Je tiens à remercier très sincèrement l'ensemble des membres du jury qui m'ont fait le grand honneur d'accepter d'évaluer et de juger mon travail.

En fin nous remercions tous ceux qui ont contribué de loin ou de près à la réalisation de ce travail

Merci à tous

DÉDICACE

*A QUI JE LA PRÉFÈRE A MOI-MÊME ET POURQUOI PAS, ELLE
S'EST SACRIFIÉE POUR MOI, ET N'A ÉPARGNÉ AUCUN EFFORT
POUR ME RENDRE TOUJOURS HEUREUSE*

(MA CHÈRE MÈRE)

اللهم ارحم امي وبلغها عني السلام سلام المشتاق لوجهها الطاهر

*CE TRAVAIL EST DÉDIÉ À MON PÈRE SLIMANI AMAR, QUI M'A
TOUJOURS POUSSÉ ET MOTIVÉ DANS MES ÉTUDES.*

À MON MARI AZIZ.

À MA PETITE NADJIBA.

À MESS CHÈRES FRÈRES ET SŒURS CHACUN PAR SON NOM.

À MA GRAND-MÈRE.

À MES COPINES KHEROUFA ET ROUMAISSA.

À TOUS L'ENSEIGNEMENT DE DÉPARTEMENT GÉNIE CIVIL.

À TOUTE LA FAMILLE SLIMANI.

À TOUS CEUX QUI ME SOUHAITENT L'ÉCHEC.

À TOUS CEUX QUI MON AIDÉS DE PRÈS ET DE LOIN.

Sommaire

Liste des tableaux et des figures

Résumé

INTRODUCTION GENERALE

Partie théorique

Chapitre I : Généralités sur les ciments

<u>I.1. Introductions</u>	9
<u>I.2. Définition du ciment</u>	9
<u>I.3. CONSTITUANTS DU CIMENT</u>	9
<u>I.4. MATIERES PREMIERES PRINCIPALES DU CIMENT</u>	10
<u>I.5. Matières auxiliaires</u>	12
<u>I.6. Ajouts cimentaires</u>	12
<u>I.7. Définition du ciment portland</u>	14
<u>I.8. Etapes de fabrication du ciment portland</u>	14
<u>I.9. Composition chimique et minéralogique du clinker</u>	17
<u>I.9.1. Composition chimique</u>	17
<u>I.9.1. Composition minéralogique</u>	18
<u>I.10. Catégories des ciments</u>	19
<u>I.10.1. Classification des ciments</u>	19
<u>I.10.2. Types des ciments les plus courants</u>	19
<u>I.11. Caractéristiques du ciment</u>	22

Chapitre II : Ciment pétrolier

<u>1. Introduction</u>	25
<u>2. Définition</u>	25
<u>3. Classifications des ciments pétroliers</u>	26
<u>4. Les caractéristiques « pétrolières » du ciment</u>	27
❖ <u>Remarque</u>	27
<u>5. La Cimentation</u>	30

Chapitre III : Nano Silice

<u>III.1. Introduction</u>	31
<u>III.2. Les nanomatériaux</u>	32
<u>III.2.1 La raison derrière l'utilisation de nanomatériaux</u>	33

III.3. Définition de Nano-silice.....	34
III.4. Fabrication de nano-silice.....	35
Autres méthodes :	36
III.5. Composition chimique de la nano-silice.....	37
III.6. Caractérisation de la nano-silice.....	38
III.7. Préparation de la pâte de ciment avec nano-silice	39

Etude expérimentale

Chapitre IV : caractérisation des matériaux utilisés

IV.1 Caractérisation des matériaux utilisés	40
IV.1.1 Caractérisation des ciments :	41
A-caractéristique chimique et minéralogique.....	42
A-1-la composition chimique de ciment.....	43
IV.1.2 L'eau de gâchage :	44
IV.1.3. Bentonite :	45
IV.1.4 La nano-silice utilisé :	45
IV.2 Formulation des laitier de ciment a bas de Nanosilice	46
IV.2.1 Études rhéologiques :	47
IV.2.2 Formulation des mortiers :	47
IV.2.3 Les essais effectués :	47

Chapitre V : Résultats et interprétations

V.1. Introduction :	50
V.1.1. Fluidité (Essai de l'étalement):	51
V.2. Etude rhéologiques des laitiers de ciment étudiés:	52
V.3. Masse volumique apparente:	53
V.4. résistance mécanique des laitier des ciments.....	54
Conclusion générale :	55
Référence bibliographique	56

Liste des tableaux :

Tableau I.1: Composition chimique du gypse

Tableau I.2: Teneurs moyennes des oxydes constitutifs du clinker

Tableau I.3: Composition minéralogique du clinker.

Tableau I.4: Exigences chimiques définies en termes de valeurs caractéristiques des ciments courants.

Tableau.II.1: différentes classes de ciments pétrolier (API 1995)

Tableau IV.1 : Composition chimique de ciment.

Tableau IV .2 composition minéralogique.

Tableau IV.3: Composition chimique de la bentonite de Maghnia.

Tableau IV.4 : les échantillons préparés pour la rhéologie

Tableau V.1 : Essai d'étalement

Tableau V.2 : La masse volumique des pâtes des ciments

Tableau V. 3 : les résultats à la compression et à la flexion des mortiers

Liste des figures :

Figure I.1: Différents types d'ajouts cimentaires.

Figure I.1: Schéma de fabrication du ciment portland selon les différentes voies.

Figure I.3: Broyeur sécheur à boulets.

Figure I.4: Schéma descriptif des différentes phases de cuisson.

Figure I.5: Grains polycristallins d'un ciment anhydre

Figure.II.1 : Illustration des différentes possibilités de migration des fluides dans et autour d'un tubage cimenté.

Figure.II.2 : La DV et jeu de bouchons

Figure.II.3: illustration de la cimentation étagée.

Figure III.1 : Photomicrographie de MEB d'hydroxyde de calcium 28 jours : (a) sans ajout ; (b) 3 % de NS ;(c) 3 % de SF

Figure IV.1 : Ciment Pétrolier De Classe G

Figure.IV.2.Protocole et équipement des essais rhéologiques

Figure IV.3 : les échantillons de CT 1% 2% et 4% de NS

Figure IV.4 : Mini- cône pour mortier et pâte de ciment

Figure IV.5: Confection des éprouvettes des laitiers de ciments

Figure IV.6 : Etuve de séchage –Laboratoire FT -

Figure IV.7 : Essai de traction par flexion et à la compression

Figure V.1 : Evolution des paramètres rhéologiques des laitiers de ciment en fonction du teneur en nanosilice NS

Figure V.2: Comportement rhéologique des laitiers de ciment étudiés à base de Nano silice à différents dosages:

Figure V. 3 : les éprouvettes de mortier témoin et de mortier avec 1% 2% et 4% de nano-silice

FigureV.4 : Evolution de la résistance à la compression en fonction du % NS

Figure V.5 : Masse volumique, Résistance à la compression, à la flexion des laitiers de ciment à base de nano silice

Résumé

L'objectif de ce travail, est d'étudier l'effet de la nanosilice sur les propriétés à l'état frais et durci des laitiers de ciments destinés à la cimentation des puits du pétrole. pour voir la possibilité de substituer la bentonite par la nanosilice et améliorer certaines propriétés rhéologiques et physicomécaniques des laitiers de ciment pétrolier. Une étude rhéologique et physicomécanique a été menée sur une série des coulis de ciment (ciment classe G local) à différent de la nanosilice à différents dosages (1%, 2% et 4%NS). Les caractéristiques des ces ciments ont été comparées à celles du ciment pétrolier témoin (ciment pétrolier allégée à la bentonite).

Mots-clés: Cimentation, ciment classe G, Nanosilice, perte de circulation, rhéologie, paramètres rhéologiques, résistances mécaniques

Abstract

The objective of this work is to study the effect of nanosilica on the fresh and hardened properties of petroleum cement intended for cementation of oil wells. To see the possibility of replacing bentonite with nanosilica and improving certain rheological and physic mechanical properties of petroleum cement. A rheological and physic mechanical study was carried out on a samples of petroleum cement (local class G cement) to differ from nanosilica at different dosages (1%, 2% and 4% NS). The characteristics of these cements were compared with those of the control petroleum cement (lightweight petroleum cement with bentonite).

Keywords: Cementation, class G cement, Nanosilica, loss of circulation,

INTRODUCTION GENERALE

La cimentation des puits de pétrole est une opération critique dont le succès dépend autant de la formulation du coulis de ciment que de la conduite de l'opération. Lors de cette opération, ce sont essentiellement les propriétés rhéologiques qu'il s'agit de maîtriser et d'adapter aux contraintes du procédé. En cours d'exploitation et après fermeture du puits, ce sont les propriétés structurales ou texturales et celles qui en dépendent -étanchéité, résistance, adhésion au casing et à la formation, durabilité- qui prennent le pas.

Depuis plus de cinquante ans, les ciments sont largement utilisés dans les sondages pétroliers afin de réaliser la séparation des diverses zones productrices ou fissurées mises en communication au cours du forage. Pour ce, ces ciments doivent posséder certaines propriétés dont les principale sont une facilité de mise en place et une résistance mécanique suffisante.

Des recherches antérieures indiquent que l'inclusion de nanoparticules modifie les propriétés de l'état frais et durci, même en comparaison avec des ajouts minéraux traditionnels. Les particules colloïdales de silice amorphe ont un impact considérablement sur le processus d'hydratation de C_3S , la Nano-silice diminue le temps de prise du mortier par rapport à la fumée de silice (SF) et une réduction de l'eau de purge et de ségrégation, tout en améliorant la cohésion des mélanges à l'état frais. Certains auteurs défendent que le pourcentage approprié de nano-silice doit être de petite taille (1 à 5 % en poids) en raison de difficultés causées par l'agglomération pour disperser les particules au cours de mix, tandis que d'autres indiquent que l'amélioration des propriétés peuvent également être obtenus avec des dosages plus élevés, d'environ 10% en poids, si les ajustements sont apportés à la formulation en vue d'éviter un excès de l'auto-dessiccation et microfissures qui pourraient faire obstacle à la force. Compte tenu de ces progrès, l'objectif de cette étude est d'étudier l'influence des nanosilice dans les mortiers de ciment pétrolier.

Le présent manuscrit est subdivisé en cinq chapitres (deux parties), répartie comme suit :

Chapitre I, II et III une synthèse bibliographique et théorique sur les ciments en général et les ciments pétroliers en particulier sans oublier un aperçu sur les nanosilice utilisée dans la partie expérimentale et deux autres chapitres pour le travail expérimental, La deuxième partie sera devisée aussi en deux chapitres (chapitre IV et chapitre V).Le chapitre IV est consacré à la caractérisation des matériaux utilisés, à savoir les caractéristiques chimiques, physiques et mécaniques des matériaux utilisés (ciment, nanosilice). Les différentes formulations par pourcentage de NS des laitiers de ciment présentés dans ce même chapitre. Le chapitre V donnera les résultats des différents essais réalisés et leurs interprétations. Enfin, une conclusion générale clôtura ce mémoire en synthétisant les principaux résultats obtenus par notre travail.

Partie Théorique

Chapitre I :

Généralités sur les ciments

Chapitre I : Généralités sur Les Ciments

I.1.Introduction :

La connaissance et la modification des propriétés des laitiers de ciment, pour les rendre aptes aux différents types de cimentation des puits de pétrole et de gaz, ne peuvent se faire que dans la mesure où l'on connaît la constitution des ciments anhydres et aussi celle des ciments hydratés. On sait que les ciments sont des liants hydrauliques, c'est-à-dire qu'au contact de l'eau leurs constituants minéralogiques s'hydratent en donnant naissance d'abord à une pâte, puis à un matériau dur caractérisé par des propriétés mécaniques intéressantes et capables de lier d'autres matériaux. Les propriétés du laitier de ciment et celles du matériau dur dépendent de la nature des hydrates formés. Or, ces facteurs sont fortement influencés par la température et la pression, ce qui est le cas dans les puits de pétroles et de gaz ; d'où la nécessité de tenir en compte de ces facteurs. Il convient au préalable, de savoir quels sont les constituants du ciment et comment il se fabrique. [1].

I.2.Définition du ciment :

Le ciment est une matière pulvérulente se présentant sous l'aspect de poudre très fine formant avec l'eau ou avec une solution saline une pâte plastique liante, capable d'agglomérer, en durcissant, des substances variées. Il désigne également, dans un sens plus large, tout matériau interposé entre deux corps durs pour les lier. Autrement on peut dire que le ciment est une gangue hydraulique durcissant rapidement et atteignant en peu de jours son maximum de résistance. Après durcissement, cette pâte conserve sa résistance et sa stabilité, même sous l'eau. Son emploi le plus fréquent est sous forme de poudre utilisée avec de l'eau pour aggréger du sable fin et des graviers (granulats) pour donner le béton et le mortier [2].

I.3. CONSTITUANTS DU CIMENT :

Les ciments sont constitués, par mélange et broyage. Ils se composent de:

I.3.1. Le clinker

Le constituant principal des ciments industriels actuels est le clinker, mot anglais signifiant scorie. Il est obtenu en cuisant, vers 1450°C, des mélanges appropriés de calcaire et d'argile, appelés crus. L'argile, principalement composée de silicates d'alumine, se scinde sous l'effet de la chaleur en ses constituants, silice et alumine, qui se combinent ensuite à la chaux provenant du calcaire pour donner des silicates et des aluminates de chaux.

I.3.2. Le gypse

Le gypse dénommé aussi gypsite est une roche saline commune des bassins sédimentaires soumis à subsidences, elle est composée principalement du minéral gypse, minéral salin très commun des séries sédimentaires, et

Chapitre I : Généralités sur Les Ciments

de sulfate doublement hydraté de calcium. Ce dernier est à la fois une espèce chimique et une espèce minérale, décrite par la formule $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Le gypse est la roche qui permet de fabriquer industriellement le plâtre.

Composant	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	K_2O	Na_2O	SO_3	Cl^-
%	10,05	2,99	1,55	26,90	3,86	0,41	0,05	30,33	0,007

Tableau I.1: Composition chimique du gypse.

I.3.3. Les additifs

On les ajoute éventuellement afin d'améliorer certaines propriétés. Les additifs ne doivent pas présenter des actions nocives sur les propriétés des ciments mais ils peuvent, suivant les cas, modifier certaines de leurs caractéristiques. Il peut s'agir d'agents de mouture, fréquemment employés, qui sont des sels organiques solubles utilisés à des doses extrêmement faibles. Il peut s'agir également de sels solubles, tels certains adjuvants pour mortier, béton ou coulis. La proportion d'additifs doit toujours rester très faible, le pourcentage admis ne doit pas dépasser 0.5% de la masse totale, valeur dans laquelle se trouve comprise la proportion d'agent de mouture, et ceci pour tous les ciments à l'exception des CEM III/A ou B et des CEM III/C, pour lesquelles la proportion de sels chlorés (NaCl) est autorisée jusqu'à 1% [3].

I.4. MATIERES PREMIERES PRINCIPALES DU CIMENT :

Les matières premières principales sont 80% de calcaire et 20% d'argile. Ces matières premières sont présentes partout. Des roches naturelles, les marnes ou calcaires argileux, ont une composition qu'est proche de cette composition. Des correcteurs, minerai de fer qui apporte Fe_2O_3 , bauxite (Al_2O_3), sable (SiO_2) sont ajoutés pour atteindre la composition souhaitée.

I.4.1. Les calcaires

Le calcaire est une roche sédimentaire carbonatée, composée d'au moins de 50% de calcite et pouvant contenir de la dolomite, de l'aragonite. Les calcaires se forment soit par accumulation de fragments de squelettes ou de coquilles calcaires (coraux, bivalves, foraminifères,...), soit par précipitation chimique ou biochimique de carbonates de calcium. Ce dernier est utilisé en un poids qu'est trois fois supérieur à celui d'argile, on le retrouve sous les formes suivantes:

- **Marbre:** C'est une matière pure de composition chimique: CaCO_3 ou $\text{CaCO}_3 + \text{MgCO}_3$.
- **Calcaires durs:** possèdent une structure microcristalline et contiennent le plus souvent des impuretés.

Chapitre I : Généralités sur Les Ciments

- **Craie:** C'est une roche tendre blanche et micro granulaire, elle est composée de cristaux fins de calcite organogène de teneur en CaCO_3 atteint souvent 98 à 99% sous forme de tuff-calcaire et les types lithologiques suivants:
- **Calcaire cristallin:** représenté par des cristaux de calcite qui peuvent être formés par voie chimique de dimensions variables (0,01 à 2,0mm), ces calcaires sont formés lors de la précipitation des solutions.
- **Calcaire organogène:** constitué de squelette ou de coquille d'animaux ou de végétaux, constitués de calcite et d'aragonite.
- **Calcaire détritique:** formé de débris des calcaires anciens.
- **Calcaire à structure mélangée:** variété intermédiaire entre les trois calcaires cités, ils sont très répandus dans la nature.

I.4.2. Les argiles

L'argile est un minéral (plus exactement une famille des minéraux) de la famille des silicates, plus précisément des phyllo-silicates (silicates en feuillets). Leur structure est identifiable par étude aux rayons X; elle se caractérise par la superposition de feuillets composés de couches tétraédriques ou octaédriques. Dans l'espace entre les feuillets, ou espace interfoliaire, se placent divers cations comme K, Na, Ca. L'argile est généralement issue de l'altération par l'eau des autres silicates (sauf le quartz). C'est pour cette raison qu'on le trouve systématiquement dans les sols et les formations superficielles. Minéral détritique ultra fin, on le trouve aussi très fréquemment dans les roches sédimentaires. Mélangé à un autre minéral comme la calcite il formera de la marne, sa formule générale est la suivante: $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot n\text{SiO}_2 \cdot m\text{H}_2\text{O}$.

• Classification des argiles

Les argiles peuvent être classées de plusieurs manières du point de vue minéralogique on peut classer les argiles en différents groupes:

- Groupe de kaolin: $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
- Groupe de l'halloysite: $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
- Groupe de la montmorillonite: $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$
- Groupe des minéraux argileux micacés (séricite)
- Groupe des minéraux argileux magnésiens (sépiolite)

I.4.3. Les marne

C'est une roche sédimentaire formée d'un mélange de carbonate de calcium (le calcaire) et d'argile comptant pour 35 à 65%. Les marnes ont une composition chimique intermédiaire entre les calcaires marneux d'argile (5 à 35%) et les argiles calcareuses ou marnes argileuses (65 à 90%). Les marnes sont très répandues dans la nature, elles contiennent les éléments principaux nécessaires à la fabrication du ciment mais doivent être corrigés par des rapports de calcaires ou d'argiles afin de parfaire leur dosage, les calcaires argileux sont préférés pour la fabrication des ciments puisqu'ils se présentent comme mélange naturel de calcaire et de substance argileuse.

Chapitre I : Généralités sur Les Ciments

I.5. Matières auxiliaires

Leur utilisation est sans cesse croissante, on distingue:

- Les matériaux correctifs, qui sont ajoutés au cru pour ajuster les teneurs en certains oxydes comme SiO_2 , Al_2O_3 et Fe_2O_3 .
- Les régulateurs de prise du ciment.
- Les minéralisateurs.
- D'autres ajouts comme les fluidifiants et les entraîneurs d'air... [4].

I.5.1. Les matériaux correctifs

On distingue:

- Les correctifs siliceux: le sable et le grès.
- Les correctifs alumineux: bauxite...
- Les correctifs ferrugineux: minerai de fer, pyrite grillée.

I.5.2. Les minéralisateurs

L'activation chimique du processus de cuisson se réalise grâce à des minéralisateurs accélérateurs qui mènent à une:

- Accélération de la décomposition de CaCO_3 .
- Accélération des réactions à l'état solide par action sur le réseau cristallin.
- Diminution de la température de formation du clinker fondu.
- Augmentation de la quantité de la phase fondue.

I.6. Ajouts cimentaires :

L'utilisation accrue des ajouts cimentaires s'avère une méthode éprouvée pour lutter contre les changements climatiques et améliorer la qualité de l'air.

Les ajouts cimentaires sont ajoutés au clinker afin de produire un ciment mélangé ou ajoutés au mélange de béton comme agent complémentaire.

I.6.1. Définition des ajouts cimentaires

Ce sont des matières premières naturelles, artificielles, sous-produits d'une autre industrie, résidus industriels ou déchets industriels polluants, ils sont ajoutés soit au mélange de matières premières avant le broyage, soit à la farine crue, soit au clinker portland avant ou après le broyage, leur pourcentage dans la masse varie suivant le but de l'addition et le rôle qu'ils peuvent jouer, ainsi on trouve des ajouts en faibles teneurs, moyennes ou en fortes teneurs. On distingue deux types d'ajouts: inertes et Actifs [5].

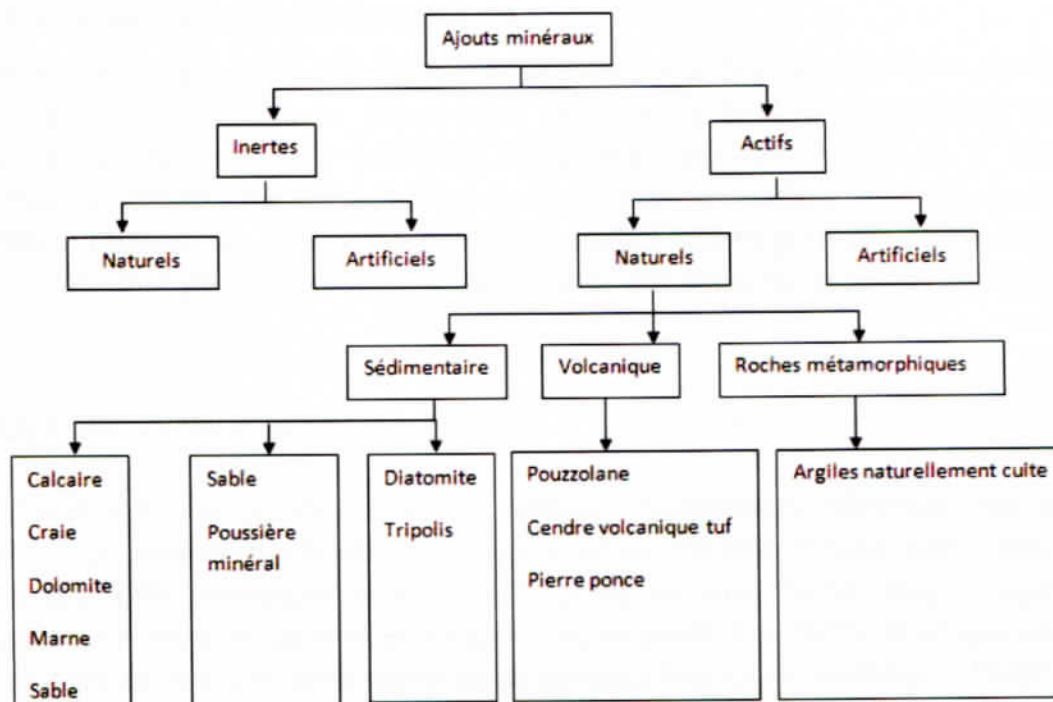


Figure I.1: Différents types d'ajouts cimentaires.

I.6.2. Les ajouts cimentaires

Les différentes variétés du ciment sont liées directement par les qualités et les proportions des différents matériaux ajoutés au clinker, selon leurs activités, on peut les classées en trois types [6].

I.6.2.1. Les fillers calcaires

Ils sont constitués du calcaire broyé. Ils jouent un rôle de remplissage. Une partie de clinker peut être remplacée sans avoir un impact sur les propriétés finales par un matériau pratiquement inerte comme le carbonate de calcium qui a une bonne affinité pour les hydrates du ciment. En fait, les fillers calcaires ne sont pas complètement inertes, ils conduisent à la formation des carboaluminates de calcium.

I.6.2.2. Les ajouts pouzzolaniques

Ils tirent leur nom des pouzzolanes, cendres volcaniques utilisées par les romains en mélange avec de la chaux pour faire leur ciment. Par extension, un matériau est dit pouzzolanique s'il conduit à des propriétés hydrauliques en mélangeant avec la chaux.

Ces ajouts peuvent être d'origine naturelle comme les matériaux d'origine volcanique ou des sous-produits industriels comme les cendres volantes obtenues par dépoussiérage des gaz de chaudières alimentées au charbon pulvérisé ou les fumées de silice, sous-produit de l'industrie du silicium.

Chapitre I : Généralités sur Les Ciments

I.6.2.3. Les ajouts hydrauliques latents

Ce sont des composés qui contiennent les principaux oxydes du clinker, CaO , SiO_2 , Al_2O_3 dans des proportions telles qu'ils conduisent à la formation des hydrates similaires. Cependant, leur solubilité dans l'eau est très inférieure à celle des anhydres du clinker, de sorte qu'il est nécessaire de modifier le milieu pour qu'ils réagissent (activation). Ce sont essentiellement les laitiers granulés de haut-fourneau obtenus par trempe du surnageant de la fonte résultant de la fusion du minerai de fer.

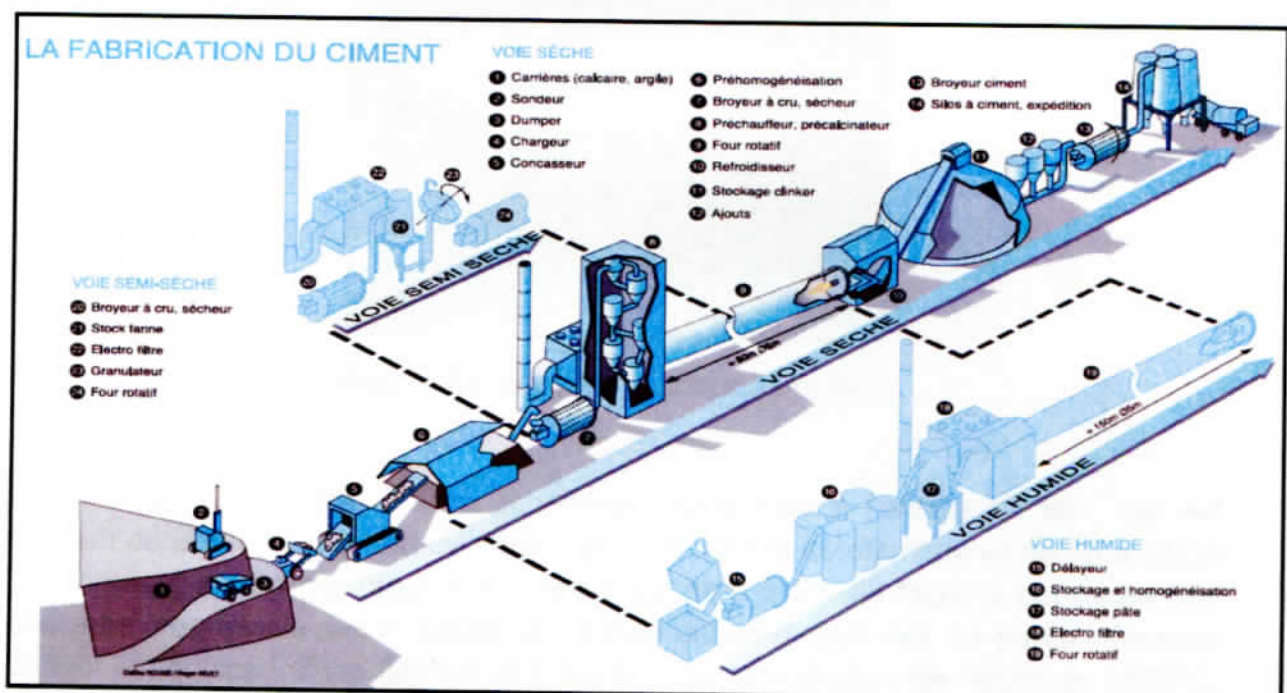
I.7. Définition du ciment portland :

Le ciment est une poudre finement broyée (pulvérisée), obtenue par broyage simultané ou séparé du clinker et de gypse, et qu'une fois gâchée avec l'eau donne lieu à une pâte plastique, qui se transforme en une pierre durcie, ayant une résistance mécanique. Le clinker portland est un produit renfermant en grande partie des silicates de calcium, obtenu par cuisson jusqu'à la fusion partielle à 1450°C , d'un mélange dosé et homogénéisé de matières premières constituées essentiellement de chaux, de silice et de proportion moindre d'alumine et d'oxyde de fer (Taylor, 1964). [7].

I.8. Etapes de fabrication du ciment portland :

La matière première, composée de calcaire et d'argile est extraite des carrières. A ceci vient s'ajouter d'autres matières telles que du laitier de haut fourneau, de la pyrite, des pouzzolanes, etc....en fonction du type de ciment à fabriquer.

La matière première est finement broyée, dosée et mélangée avant d'être introduite dans un four rotatif. Circulant en sens inverse des gaz de combustion.



Chapitre I : Généralités sur Les Ciments

Figure I.2: Schéma de fabrication du ciment portland selon les différentes voies.

I.8.1. Extraction et préparation des matières premières

Les matières premières sont extraites des parois rocheuses d'une carrière à ciel ouvert par abattage à l'explosif ou à la pelle mécanique ou encore par ripage au bulldozer. La roche est reprise par des dumpers vers un atelier de concassage. Pour produire des ciments de qualités constantes, les matières premières doivent être très soigneusement échantillonnées, dosées et mélangées de façon à obtenir une composition parfaitement régulière dans le temps.

I.8.2. Séchage et broyage

Pour favoriser les réactions chimiques qui suivent, les matières premières doivent être séchées et broyées très finement (quelques microns) dans des broyeurs à boulets comme le montre **la figure I.3** ou dans des broyeurs à meules verticaux. Ces derniers, plus récents, sont plus économiques en énergie et permettent un séchage plus efficace.

Il est possible de fabriquer un ciment portland selon trois voies: la voie humide, la voie sèche et semi-sèche.

La première est plus ancienne et implique une grande consommation d'énergie pour évaporer l'eau excédentaire. Dans ces procédés, les matières premières sont parfaitement homogénéisées et séchées lors de l'opération de broyage afin d'obtenir la farine. Celle-ci peut être introduite directement dans le four sous forme pulvérulente (voie sèche), ou préalablement transformée en granules par humidification (voie semi sèche).

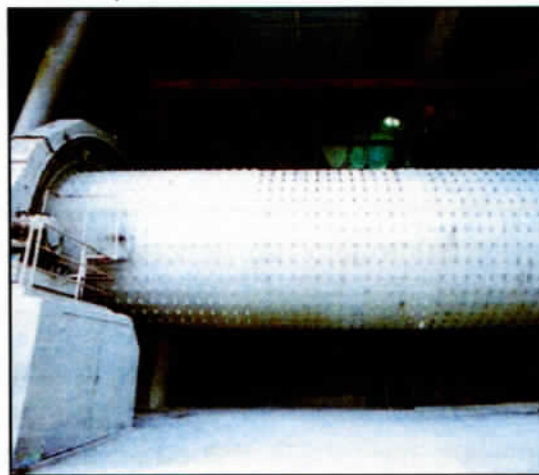


Figure I.3: Broyeur sécheur à boulets.

I.8.3. Cuisson

Une fois le cru préparé, il sera acheminé directement à l'entrée du four, qui est souvent constitué d'un grand cylindre d'environ 3 à 6m de diamètre et de 50 à 150m de longueur, incliné par rapport à l'horizontale de 3 à 5% de façon à permettre une descente progressive des matières en rotation autour de son axe. La partie inférieure du four est équipée d'une flamme entretenant une température de l'ordre de 1450°C;

Chapitre I : Généralités sur Les Ciments

en s'approchant de cette zone, le cru subi des transformations successives qui le conduisent au produit fini qui est le **clinker**. Les réactions chimiques de transformation de cru dans le four sont comme suit:

- Jusqu'à 100°C: évaporation de l'eau libre.
- $T > 100^\circ\text{C}$: Evaporation de l'eau constitutive à l'intérieur des minéraux.
- $T > 600^\circ\text{C}$: Décomposition des matières argileuses. (Silice SiO_2 , Alumine Al_2O_3 , Ferrite Fe_2O_3).
- $T > 850^\circ\text{C}$: Décarbonatation du calcaire selon cette réaction : $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$
- $T > 900^\circ\text{C}$: Commencement des processus d'interactions et de combinaisons chimiques entre la chaux (CaO) et les oxydes d'argile (SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3).
- $T = 1450^\circ\text{C}$: Clinkérisation.

A la sortie du four, le clinker tombe sur une grille de refroidissement rapide à travers laquelle est soufflé par l'air froid (la trempe). Le refroidissement après cuisson joue un rôle important sur la forme et la réactivité des constituants du clinker.

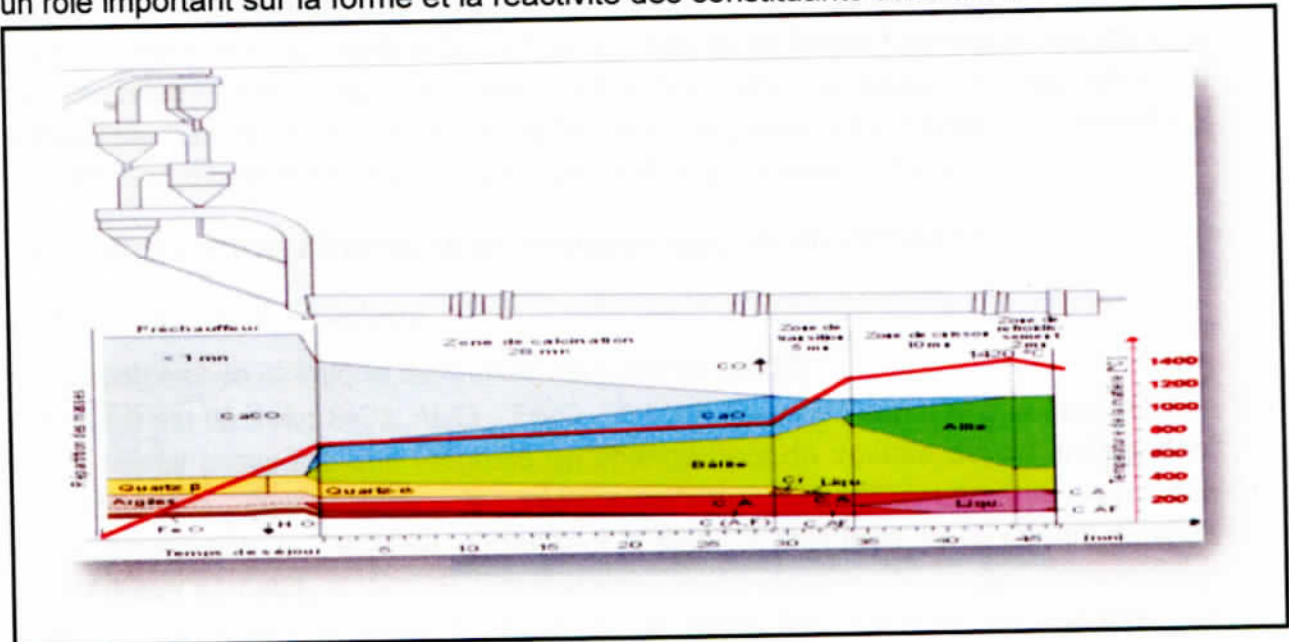


Figure I.4: Schéma descriptif des différentes phases de cuisson.

I.8.4. Broyage du ciment

Pour obtenir un ciment aux propriétés hydrauliques actives, le clinker doit être à son tour broyé très finement. Ce broyage s'effectue dans des broyeurs à boulets. Les corps broyant sont constitués de boulets d'acier qui, par choc, font éclater les grains de clinker et amènent progressivement le ciment à l'état de fine farine, ne comportant que très peu de grains supérieurs à 80 microns. A la sortie du broyeur, un cyclone sépare les éléments suffisamment fins des autres qui sont renvoyés à l'entrée du broyeur. C'est également lors du broyage que l'on ajoute au clinker le gypse (3 à 5%) indispensable à la régulation de prise du ciment.

Le clinker finement broyé, se présente sous la forme de grains polycristallins de quelques dizaines de microns comme l'indique la figure I.5.

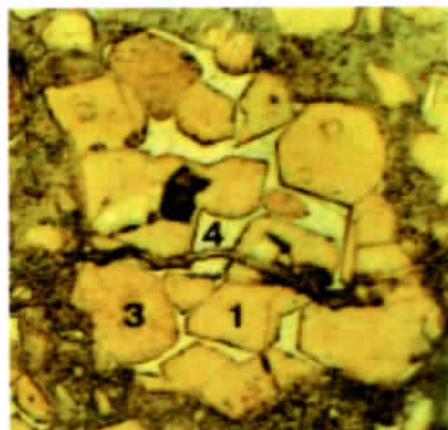


Figure I.5: Grains polycristallins d'un ciment anhydre (image obtenue par microscopie optique en lumière réfléchie sur section polie légèrement attaquée par HNO_3): 1= C_3S ; 3= C_2S ; 4= C_3A+C_4AF .

Les ciments aux ajouts sont obtenus par addition, lors du broyage du clinker, du gypse et des éléments minéraux comme les laitiers de hauts fourneaux, les cendres de centrales thermiques, les fillers calcaires, les pouzzolanes naturelles ou artificielles. Ainsi sont obtenues les différentes catégories de ciments qui permettront la réalisation d'ouvrages allant du plus courant au plus exigeant [8].

1.9. Composition chimique et minéralogique du clinker :

1.9.1. Composition chimique

La composition chimique du clinker est comme suit [9]:

- **CaO:** Il est lié avec SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , à l'état libre on l'appelle chaux libre (CaO_l). Ce dernier provoque une inégalité de changement de volume du ciment pendant l'hydratation (expansion), la résistance du ciment augmente en cas d'augmentation de CaO liée, cependant la stabilité chimique de ce ciment diminue en milieux agressifs.
- **SiO_2 :** Il se combine avec le CaO en formant les silicates de calcium, un pourcentage élevé de C_2S , dans ce cas le ciment durcit lentement ainsi sa résistance augmente à long terme. L'augmentation de C_2S donne une grande durabilité au ciment surtout au milieu agressif.
- **Al_2O_3 :** Il contribue à la prise et au durcissement rapide du ciment, cependant une grande teneur en Al_2O_3 donne un ciment très sensible à la couche sulfatée.
- **Fe_2O_3 :** Il joue le rôle du fondant, il diminue considérablement la température de clinkerisation. Il contribue à l'augmentation de la stabilité chimique dans les creux sulfatés.
- **MgO:** Il ne doit pas dépasser les 5%, l'augmentation de ce dernier provoque l'augmentation du volume (expansion).
- **TiO_2 :** Il provient de l'argile.
- **MnO_2 :** Il fait partie du clinker (1,5%).
- **P_2O_5 :** Il est présent sous forme d'impureté (0,2 à 0,3%), il ralentit le durcissement.

Chapitre I : Généralités sur Les Ciments

- **Na₂O** et **K₂O**: Ils représentent un faible pourcentage (0,5%), la formation des alcalis provoque la diminution de la résistance mécanique et ralentit l'hydratation.

Oxydes constitutifs	Teneur limite (%)	Source
CaO	60 à 69	Calcaire
SiO ₂	18 à 24	Argile
Al ₂ O ₃	4 à 8	
Fe ₂ O ₃	1 à 8	
MgO	0 à 5	Calcaire et argile
Alcalis (K ₂ O et Na ₂ O)	0 à 2	
SO ₃	0 à 3	

Tableau I.2: Teneurs moyennes des oxydes constitutifs du clinker

I.9.2. Composition minéralogique

On appelle clinker le produit tel qu'il sort du four après cuisson des matières premières, ces principaux minéraux sont:

- **Alite (C₃S)**: L'alite ou le silicate tricalcique, formulé 3CaO.SiO₂ ou C₃S en notation cimentière, est le principal constituant anhydre du clinker, qui lui confère ses propriétés hydrauliques.
- **Belite (C₂S)**: La belite ou le silicate bi calcique, formulé 2CaO.SiO₂ ou C₂S en notation cimentière, est le constituant qui permet au ciment d'atteindre des résistances élevées à moyen et à long terme.
- **Aluminate (C₃A)**: C'est la phase qui réagit en premier lors de l'hydratation en dégageant une grande quantité de chaleur (réaction exothermique), elle contribue essentiellement à la prise de la pâte du ciment. Elle est facilement attaquable par les sulfates.
- **Ferrite (C₄AF)**: Forme la solution solide C₂A et C₂F, elle réagit moins que C₃S, son rôle est mineur dans les réactions de durcissement.

En plus de ces quatre phases le clinker peut contenir également :

- **La chaux libre (CaO_l)** : dont le pourcentage ne peut pas dépasser 2% (risque d'expansion).
- **Périclase (MgO)**: dont le pourcentage ne peut pas dépasser 5% (risque d'expansion).

Chapitre I : Généralités sur Les Ciments

<i>Teneur (%)</i>	<i>Composant minéralogique</i>
<i>40 à 70</i>	<i>Silicate tricalcique (C_3S)</i>
<i>0 à 30</i>	<i>Silicate bicacique (C_2S)</i>
<i>2 à 15</i>	<i>Aluminate tricalcique (C_3A)</i>
<i>0 à 15</i>	<i>Ferro-aluminate tétra calcique (C_4AF)</i>

Tableau I.3: Composition minéralogique du clinker.

I.10. Catégories des ciments :

I.10.1. Classification des ciments

La classification des ciments se fait selon trois critères [10]:

- **Selon leur composition:** CPA/CPJ/CPZ/CHF/CLK/CLC ou CEM I, II, III.
- **Selon leur résistance:** 32,5, 42,5, 52,5 N/mm².
- **Selon la vitesse de prise:** N pour une prise normale et R pour une prise plus rapide.

I.10.2. Types des ciments les plus courants

I.10.2.a. Ciments Portland composés (CEM II - Norme NF EN 197-1)

Les ciments Portland composés résultent du mélange de clinker en quantité au moins égale à 65% et d'autres constituants tels que laitiers, cendres volantes, pouzzolanes, fumée de silice, dont le total ne dépasse pas 35%. Ces types de ciment sont bien adaptés pour les travaux massifs exigeant une élévation de température modérée, les routes et le béton manufacturé.

I.10.2.b. Ciments au laitier (Norme NF EN 197-1)

Selon le pourcentage du laitier, il y en a trois types dont la notation est respectivement % du clinker, % du laitier de haut fourneau:

- CEM III/A 35-64 36-65
- CEM III/B 20-34 66-80
- CEM III/C5-19 81-95

Ces ciments sont bien adaptés aux travaux suivants:

- Travaux hydrauliques, souterrains, fondations, injections.
- Travaux en eaux agressives: eaux de mer, eaux séléniteuses, eaux industrielles, eaux pures.
- Ouvrages massifs: fondations, piles d'ouvrages d'art, murs de soutènement, barrages.

Les bétons de ciment au laitier sont sensibles à la dessiccation; il faut les maintenir humides pendant le durcissement.

Chapitre I : Généralités sur Les Ciments

I.10.2.c. Ciments à maçonner (CM - Norme NF P 15-307)

C'est un Liant hydraulique pulvérulent fabriqué en usine et dont le développement de résistance est essentiellement due à la présence de clinker portland. Selon la résistance minimale à 28 jours, il existe trois classes de résistance (MC 5, MC 12,5 et MC 22,5). Le temps de début de prise ne doit pas être inférieur à 60 min. La teneur en SO_3 est limitée à 3,5% pour les classes 12,5 et 22,5 et à 2,0% pour la classe 5. Ces ciments, dont les résistances sont volontairement limitées par rapport aux ciments classiques, conviennent bien pour la confection des mortiers utilisés dans les travaux de bâtiment (maçonnerie, enduits, crépis...). Ils peuvent être également utilisés pour la fabrication ou la reconstitution de pierres artificielles. Ces ciments ne conviennent pas pour les bétons à contraintes élevées ou les bétons armés. Ils ne doivent pas être employés dans les milieux agressifs.

I.10.2.d. Ciment prompt naturel (CNP - Norme NF P 15-314)

Le ciment prompt naturel est obtenu par cuisson, à température modérée entre 1000 et 1200°C d'un calcaire argileux d'une grande régularité. La mouture est plus fine que celle des ciments portland. Le début de prise commence à environ 2 min, s'achève pratiquement à 4 min, mais il est plus réglable de 3 à 15 min en utilisant l'adjuvant Tempo (livré avec chaque sac de 25kg) qui ne modifie pas l'évolution du durcissement. Le ciment prompt naturel est utilisé en mortier avec un dosage de ciment double du volume de sable, et éventuellement en béton. Dans les cas d'urgences nécessitant une prise immédiate (aveuglements de voies d'eau), il est possible de l'employer en pâte pure. Parmi les nombreux emplois, on peut citer:

- Scelllements.
- Travaux spéciaux et travaux de réparation.
- Enduits de façade (en mélange aux chaux naturelles).
- Bétons projetés, moulages.
- Revêtements et enduits résistants aux eaux agressives et à bon nombre d'attaques chimiques, en particulier à l'acide lactique et aux déjections (bâtiments pour l'élevage, silos).
- Colmatage et travaux à la mer.
- Projection, travaux souterrains.

I.10.2.e. Ciment alumineux fondu (CA - Norme NF P 15-315)

Le ciment alumineux fondu résulte de la cuisson jusqu'à fusion d'un mélange de calcaire et de bauxite, suivie d'une mouture sans gypse à une finesse comparable à celle des ciments portland (début de prise minimum 1h 30min). Il développe des résistances à court terme élevées grâce à un durcissement rapide. Il est très résistant aux milieux agressifs et acides (jusqu'à des PH de l'ordre de 4). Il est normalisé pour les travaux à la mer (PM) et en eaux à haute teneur en sulfate (ES). Une chaleur d'hydratation élevée, liée à son durcissement rapide, permet au ciment fondu d'être mis en œuvre par temps froid (jusqu'à 10°C). C'est également un ciment réfractaire (bon comportement jusqu'à 1300°C).

Chapitre I : Généralités sur Les Ciments

I.10.2.f. Ciments blancs

La teinte blanche est obtenue grâce à des matières premières très pures (calcaire et kaolin) débarrassées de toutes traces d'oxyde de fer. Les caractéristiques sont analogues à celles de ciment portland gris (norme NF EN 197-1). Grâce à sa blancheur, le ciment blanc permet la mise en valeur des teintes des granulats dans les bétons apparents. La pâte peut être elle-même colorée à l'aide de pigments minéraux, ce qui fournit des bétons avec une grande variété de teintes tant pour les bétons de structure que pour les bétons architectoniques et les enduits décoratifs. La composition du béton doit être bien étudiée en fonction des granulats et des effets recherchés.

I.11. Caractéristiques du ciment :

I.11.1. Caractéristiques physico-chimiques

Comme cela a été étudié précédemment, le ciment est essentiellement constitué de :

- Silicate tricalcique: C_3S
- Silicate bicalcique: C_2S
- Aluminate tricalcique: C_3A
- Ferro-Aluminat tétracalcique: C_4AF

Une fois la poudre de ciment mélangé à l'eau, les réactions d'hydratation se développent, il se produit alors une cristallisation qui aboutit à un nouveau système de constituants hydratés avec formation de cristaux en aiguilles plus ou moins enchevêtrées produisant la prise. Les réactions chimiques d'hydratation s'accompagnent d'un dégagement de chaleur plus ou moins important selon le ciment et la rapidité de prise.

I.11.1. a. Indice d'hydraulicité

L'indice d'hydraulicité ou indice de Vicat est le rapport de la fraction acide du ciment à la fraction basique.

$$I = \frac{\text{Fraction acide}}{\text{Fraction basique}} = \frac{SiO_2 + Al_2O_3}{CaO + MgO}$$

I.11.1. b. Prise

On entend par la prise du ciment le phénomène d'épaississement du système: Ciment- Eau succédant au gâchage (augmentation brusque de la viscosité du mélange). La prise correspond chimiquement à une hydratation des principaux constituants et à la formation des composés hydratés assurant la cohésion de la matière.

I.11.1. c. Durcissement

Le durcissement est l'ensemble des phénomènes physico-chimiques transformant après la prise, le système Ciment – Eau en une masse solide résistant aux efforts

Chapitre I : Généralités sur Les Ciments

mécaniques. Il y a enchevêtrement des cristaux, ce qui donne à la pâte une adhésion et une dureté, c'est le durcissement.

I.11.1. d. Fausse prise

Dans la composition des ciments la présence du gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) est indispensable. Si le clinker est trop chaud ou s'échauffe trop au cours du broyage, il se forme alors un peu de plâtre ($\text{CaO} \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$) dont la prise très rapide donne l'impression d'un début de prise, c'est la fausse prise. Dans ce cas il ne faut surtout pas ajouter d'eau mais augmenter la durée de malaxage.

I.11.1. e. Chaleur d'hydratation

La dissolution des différents constituants est exothermique et, selon leur pourcentage relatif, le dégagement de chaleur est donc plus ou moins important. Suivant le type de ciment, cette chaleur est comprise à 12h, approximativement, entre 65J/g pour certain CPA-CEMI.

I.11.1. f. Finesse de mouture

La finesse de mouture, également appelée finesse de Blaine, exprimée en m^2/kg , représente la surface spécifique ou surface développée d'une masse de 1kg de ciment. Elle est d'une façon générale, comprise entre 300 et 350 (la finesse s'exprimait auparavant en cm^2/g et il existe de nombreux utilisateurs continuent à l'exprimer ainsi (il ressort qu'une finesse de 300 m^2/kg correspond à 3000 cm^2/g). Plus la finesse est grande, plus les résistances sont précoces et élevées, mais par contre, plus les risques de retrait qui accroissent par conséquent la fissuration ainsi que d'éventement du ciment.

I.11.1. j. Retrait

C'est la diminution du volume apparent de la matière. On le mesure sur des éprouvettes prismatiques de mortier de 4x4x16cm, conservées dans l'air à une température de 20°C et une hygrométrie de 50%. La norme impose les valeurs limites à 28 jours de:

- 800 $\mu\text{m}/\text{m}$ pour les ciments portland CPA-CEM I et CPJ-CEM II de la classe 32.5.
- 1000 $\mu\text{m}/\text{m}$ pour des types de ciment identiques mais de classes 32.5R-42.5 et 42.5R.

I.11.1. h. Expansion

Les causes possibles de l'expansion proviennent de l'hydratation des oxydes de calcium ou de magnésium que peuvent contenir certains ciments sous forme de chaux ou de magnésie libre. Les ciments doivent être stables, car les risques d'expansion dans le temps peuvent provoquer des désordres importants par dislocation des maçonneries.

Chapitre I : Généralités sur Les Ciments

I.11.1. i. Gonflement

Bien que non normalisé, il est utile de rappeler qu'alors qu'il se rétracte dans l'air, le ciment augmente de volume lorsqu'il est immergé dans l'eau, sa variation dimensionnelle étant environ 1/10^{ème} de celle constatée dans l'air.

I.11.2. Caractéristiques chimiques

Les exigences les plus importantes à respecter sont résumées dans le tableau ci-dessous:

Propriétés	Type de ciment	Classe de résistance	Valeur maximale (%)
Perte au feu	CPA-CEM I CHF-CEM III CLK-CEM III	Toutes les classes	≤ 5
MgO	CPA-CEM I	Toutes les classes	≤ 5
Résidu insoluble	CPA-CEM I CHF-CEM III CLK-CEM III	Toutes les classes	≤ 5
SO ₃	CPA-CEM I	32.5	≤ 3.5
	Et	32.5R	
	CPJ-CEM II (*)	42.5	
	CPZ-CEM IV	42.5	≤ 4
	Et	52.5	
	CLC-CEM V	52.5R	
	CHF-CEM III	Toutes les classes	
Chlorures	Tous les types de ciment (**)	52.5R	≤ 0.05
		Toutes les autres classes	≤ 0.10

Tableau I.4: Exigences chimiques définies en termes de valeurs caractéristiques des ciments courants.

Chapitre I : Généralités sur Les Ciments

Valable pour les CPJ-CEM II/A et B à l'exception des ciments ne contenant que des schistes calcinés comme constituant, autre que le clinker, pour lesquels la limite est de 4.5 % pour toutes les classes de résistance.

Les CHF-CEM II/A et B et les CLK-CEM III/C peuvent contenir plus de 0.10% de chlorures mais dans ce cas la teneur doit être déclarée.

Chapitre II :

Ciment pétrolier

II.1.Introduction :

Concernant les ciments pétroliers, les compositions optimales vis-à-vis de la quantité des différentes phases ont été établies par des groupes d'utilisateurs afin d'adapter les caractéristiques aux exigences requises. Les plus connus de ces groupes sont l'American Society for Testing and Materials (ASTM) et l'American Petroleum Institute (API). Les classes de ciments pétroliers existants sont classifiées par l'API. Les classes G et H sont les plus couramment utilisées dans l'industrie pétrolière. Elles sont utilisées dans la cimentation de puits entre la surface et 2300m de profondeur, ou à des profondeurs et températures plus élevées lorsqu'elles sont associées à des additifs spécifiques. Seule la surface spécifique différencie réellement les classes G et H, leur composition chimique est quasiment équivalente : le ciment de classe H a des grains plus gros que le ciment de classe G. Nous nous intéressons dans cette étude au ciment de classe G, défini par la spécification A.P.I (API 1995) et qui est utilisé depuis la surface jusqu'à environ 2440 m de profondeur lorsque les conditions nécessitent une résistance initiale élevée aux sulfates. (Lea & Hewlett 1998). [1]

II.2.Définition :

Le ciment pétrolier, est un ciment spécial utilisé pour la cimentation des puits de pétrole et de gaz, son objectif essentiel réside dans la séparation des différentes zones productrices et la protection des tubages de la corrosion des milieux agressifs. Il est soumis à certaines conditions telles que la température, la pression et les éléments agressifs, les sulfates, les chlorures et les hydrocarbonates.

II.3. Processus de fabrication :

Le ciment pétrolier est un ciment à base de portland broyé plus ou moins finement et mélange avec d'autres produits. Le mélange est composé de calcaire, d'argile et de quelques adjuvants comme le laitier de haut fourneau. A la température de 500°C, le mélange est déshydraté et

800°C le calcaire se décarbonate au-dessus de 900°C les réactions entre composants, commencent à se produire, et le mélange s'agglomère et donne naissance au clinker.

Quand la température atteint 1450°C on aura la formation du liquide qui est ensuite refroidi

Brusquement et se transforme au clinker granule. Ce dernier est concassé et stocké. Enfin, il est broyé en lui ajoutant du gypse et essentiellement d'autres additifs, et prend la forme connue sous le nom de ciment.

II.4.Classification de ciment pétrolier :

Il existe 8 classes désignées par les lettres A à H (API 1995). Cette classification est basée sur la profondeur, la température et la pression d'utilisation des ciments. Une seconde lettre informe sur la résistance du ciment aux sulfates : O (ordinaire), MSR (résistance modérée aux sulfates), HSR (résistance élevée aux sulfates), la différence est leur teneur en C3A. La concentration en C3A doit être inférieure à 8% en poids pour un ciment MSR et à 3% pour un HSR.

Tableau.II.1: différentes classes de ciments pétrolier (API 1995)

Classe	Applications
A	Utilisable de la surface à 1829m de profondeur lorsque aucune caractéristique particulière demandée.
B	Utilisable de la surface à 1829m de profondeur lorsque les conditions nécessitent un ciment à résistance modérée ou élevée aux sulfates.
C	Utilisable de la surface à 1829m de profondeur lorsque l'on désire une forte résistance initiale à la compression ; existe une faible, moyenne et forte résistance aux sulfates.
D	Utilisable de 1829m à 3050m de profondeur lorsque la température et la pression sont moyennement fortes.
F	Utilisable de 3050m à 4270m de profondeur pour des températures et des pressions extrêmement élevées, existe en moyenne et forte résistance aux sulfates.
E	Utilisable de 3050m à 4880m de profondeur pour les températures et les pressions très élevées existe en moyenne et forte résistance aux sulfates.
G	C'est un ciment de base utilisable de la surface à 2438m de profondeur, il peut être utilisé avec des accélérateurs ou retardateurs de prise pour couvrir de grandes gammes de profondeur et de température, il existe en moyenne et forte résistance aux sulfates.
H	Utilisable de la surface à 2438m de profondeur dans les mêmes conditions que le ciment G.

Dans la suite de cette étude, nous utiliserons le ciment de classe G.

❖ Remarque

Les ciments classe E et F possèdent dans leur formulation un retardateur. Il y a donc un risque d'incompatibilité avec d'autres additifs. Notamment si leur temps de pompabilité est trop court ou trop long il est pratiquement ; très difficile, sinon impossible de les retarder ou de les accélérer. Il faut donc les considérer comme des ciments spécifiques, ne possédant pas le caractère d'universalité des classe G et H. Après avoir précisé les classes de ciments normalisées, nous reproduisons les caractéristiques chimiques et physiques exigées par l'API. [2]

II.5. Les caractéristiques « pétrolières » du ciment

Dans les premiers instants qui suivent le gâchage de l'eau et du ciment, très peu de composés sont passés en solution, ou ont réagi avec l'eau. Le laitier de ciment peut donc être assimilé à une suspension aqueuse de fines particules solides.

Chapitre II : Ciment pétrolier

a) La densité

La densité du laitier peut être calculée très simplement à partir de la densité de poudre de ciment, de celle de l'eau de gâchage, et de celles de différents additifs entrant dans la composition du laitier.

$$DL = \frac{M + Ve + de + \sum Ma}{\frac{Mc}{d} + V + \sum Va}$$

M = Masse (kg)

V = VOLUME (l)

d = Densité

c = Ciment

E = Eau

Ad = Additifs

L = Laitier

- ✓ L'eau de gâchage peut avoir une densité supérieure à 1 (par exemple eau de mer : 1,03 ; saumure : 1,23)
- ✓ La densité du ciment varie de 3,15 à 3,22 suivant les lots et les types.

Le calcul de la densité se fait pour les programmes de cimentations, mais la mesure reste indispensable au laboratoire et sur le site. Cette mesure peut se faire avec la même balance que celle utilisée pour les boues de forage. Toutefois, la mesure de densité ayant une grande importance, car c'est celle qui permet de connaître le rapport E/C, une amélioration est apportée par la balance pressurisées.

➤ Domaine de densité des ciments usuels

D > 2,10 : Ciments Alourdis (avec baryte, oxydes de fer).

2 à 2,10 : ciments densifiés par réduction du E/C.

1,96 - 2 : classes E, F, H.

1,96 - 1,92 classe G.

1,85 : classe A, B, ciments de construction.

1,40 à 1,80 : ciment allégés classiques.

0,9 à 1,40 : ciment mousse ou allégés aux bulles de verre.

b) Rendement

C'est le volume de laitier obtenu par tonne de ciment. On ne le mesure pas, il se calcule simplement par la formule :

$$R = 1000 \times \frac{\frac{M}{d} + V + \sum V}{M} \text{ l/t}$$

Précisons que tous produits, autre que le ciment, est considéré comme un additif même s'il apparait en grande quantité (farine de silice, allégeant,...).

c) La rhéologie

Lorsqu'on parle de rhéologie d'un laitier de ciment, il faut toujours se rappeler que l'on a affaire à un ciment fortement chargé en solides. Par exemples, si on considère

Chapitre II : Ciment pétrolier

le cas classique d'un ciment G, mixe à une densité de 1.90, on a 42% de solides en volume.

Il est indispensable de connaître le comportement des laitiers de ciment comme il s'agit de déterminer les propriétés on peut citer :

- ✓ La force de cisaillement.
- ✓ La viscosité plastique.

Connaître les paramètres rhéologiques nous permet de déterminer le débit de pompage optimal pour placer le laitier de ciment, et pour travailler à la limite de la pression de fracturation.

d) Le filtrat

Le laitier de ciment est une suspension de solides dans l'eau. De ce fait, placé devant une formation perméable, et soumis à une pression, il va perdre une quantité plus au moins d'eau.

Le phénomène de filtration va entraîner déshydratation prématurée du laitier qui pour redevenir impompable et fera prise dans des mauvaises conditions. La filtration de laitier de ciment est mesurée comme celle de la boue par l'intermédiaire d'un filtre-presse API à température ambiante et sous 7 bars ou d'un filtre -presse H.P – H.T. Lorsqu'on veut simuler les conditions de fond.

Le laitier déshydratant souvent complètement avant le temps normalisé de 30 minutes, on exprime alors le résultat en valeur extrapolée à 30 minutes, par la formule approchée :

$$F_{30} + F_t (30/t)^{1/2}$$

Avec F_{30} filtrat 30 min

FT : filtrat obtenu au temps t

T : temps de l'essai

e) L'eau libre

C'est le volume d'eau surnageant au –dessus du laitier après un certain temps de repos. La mesure se fait dans une éprouvette de 250 ml de laitier, après 2 heures de repos. Le résultat est exprimé soit en cc, soit en pourcentage (1cc correspondant à 0.4 %) Cette mesure va caractériser le phénomène de sédimentation de la suspension de particules de ciment dans l'eau .nous l'avons volontairement associée à la mesure de filtrat pour pouvoir préciser clairement que, contrairement à ce que l'on pourrait penser, ces deux mesures sont totalement indépendantes.

Un même laitier peut avoir un filtrat réduit et une eau libre importante et vice versa.

Le moteur de la filtration étant une différence de pression, celui de l'eau libre une différence de densité. En fait « l'eau libre » ne correspond pas à une libération d'eau, mais à une sédimentation de particules solides dans l'eau.

Chapitre II : Ciment pétrolier

f) Le temps de pompabilité

C'est le temps mis par le laitier, maintenu en agitation sous condition de pression et de température, pour atteindre une consistance de 100 Uc. Pratiquement, il correspond à la durée pendant laquelle le laitier reste pompable dans les conditions de température et de pression normalisées en fonction du type de cimentation envisagée.

La prise du ciment étant influencée par l'agitation, la température et la pression et en fonction de la température qu'il subira lors de son refoulement dans le puits.

Ces tests sont effectués par des consistomètres qui sont des appareils normalisés par l'API.

g) La résistance à la compression

On mesure la résistance mécanique à l'écrasement du ciment conservé en température sous une pression maximale de 207 bar, pendant une durée variable (8 heures, 24 heures ... 7 jours ..., 6 mois ...).

La mesure se fait à l'aide d'une presse, sur des cubes de 5 cm de côté. Le résultat, exprimé en bar, correspond à la contrainte maximum supportée par le cube avant destruction.

Le laitier de ciment est conservé le temps voulu en pression et température mais la mesure, elle se fait à pression atmosphérique et à température ambiante.

h) La perméabilité

La mesure de la perméabilité se fait exactement de la même manière que pour les roches, à l'air ou à l'eau. Les plus de 23 mm de diamètre servant à la mesure sont prélevés par carottage sur les mêmes cubes, de 5 cm de côté, servant aux mesures de résistance.

La perméabilité du ciment sera très variable suivant les formulations et les conditions de conservation, pouvant aller de quelques centièmes de millidarcy à quelques millidarcy.

On observe une évaluation similaire de la résistance à la compression et de la perméabilité du ciment.

i) La finesse de ciment

La finesse du ciment peut être repérée soit par une analyse granulométrique soit par des mesures de surface spécifique. La surface spécifique s'exprime en g/cm^2 et correspond à la surface externe des grains de ciments compris dans 1 g de matière.

Il faut également retenir que les résultats obtenus dépendent de la méthode de mesure.

Quoiqu'il existe des relations empiriques entre les différents résultats, il est préférable de toujours utiliser la même méthode de mesure pour effectuer des comparaisons entre ciments.

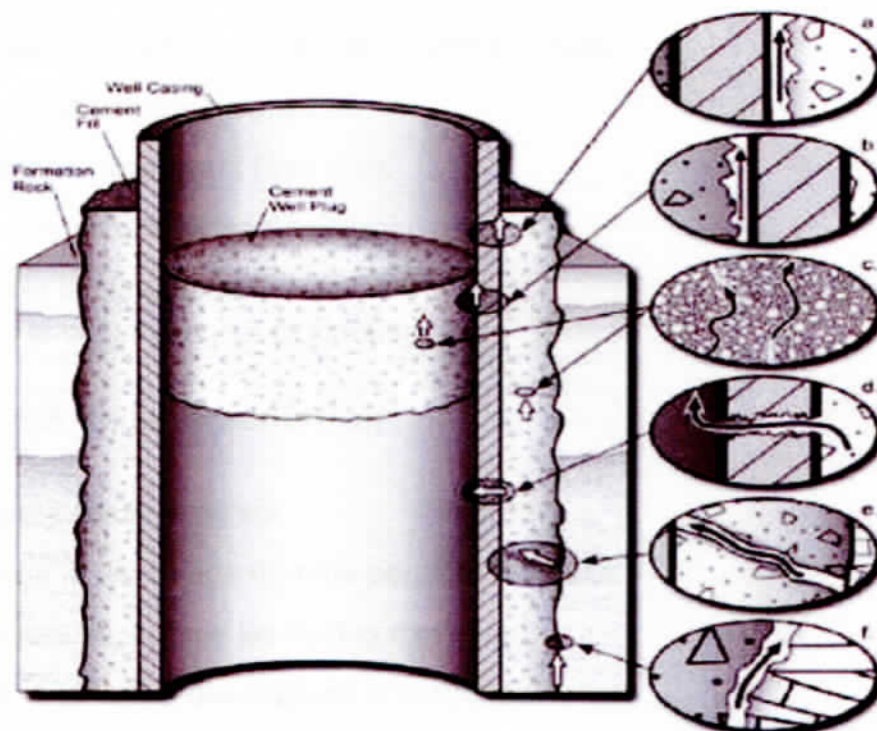
II.6. La Cimentation

A- Rôle de la cimentation

Du fait de ses nombreux rôles, la qualité des cimentations des tubages va influencer directement sur la pérennité des ouvrages et sur la sécurité de l'environnement des puits. On peut en effet considérer que les cimentations ont pour rôle :

- ✓ maintenir les tubages installés dans les puits en les fixant aux terrains traversés.
- ✓ De prendre en charge une partie des contraintes mécaniques supportées par les différents cuvelages et par le tubage de production : pression des formations, pression de la colonne de fluide, surpression dû à la réinjection, dilatations axiales et verticales dues aux variations de température.
- ✓ Déprotéger l'extrados des tubages contre les agressions chimiques facteurs de corrosion.
- ✓ De participer à l'intégrité mécanique et hydraulique des colonnes de production.

Une cimentation devra impérativement garantir l'étanchéité de l'ouvrage et protéger du mieux possible son intégrité mécanique et hydraulique pendant toute la durée de sa vie. La cimentation participe également à l'étanchéité de l'ouvrage après abandon. C'est un élément primordial pour la sécurité des aquifères traversés par l'ouvrage et pour le contrôle de l'environnement des puits



• Figure.II.1 : Illustration des différentes possibilités d

Classe F : Utilise de 10 000 à 16 000 ft (3048 à 4877

- a) Mauvais accrochage du ciment sur le tubage. Formation d'un micro-annulaire (bonding défectueux) Retrait du ciment au séchage, effets mécaniques.
- b) Idem à l'intérieur du tubage pour un bouchon de fermeture.
- c) Ciment de mauvaise qualité. Porosité trop importante, fissuration et fracturation Pollution du laitier par la boue de forage.
- d) Tubage percé (DV, corrosion) ou déboité.
- e) Ciment endommagé Fracturation mécanique.
- f) Mauvais accrochage du ciment sur les formations. Cake trop épais, retrait du ciment, effets mécaniques.

B. Principe de la cimentation

Cimenté une colonne de tubage consiste à mettre un laitier de ciment dans tout en partie de l'espace annulaire entre le tubage et le trou foré.

Le ciment on faisant prise assurera la liaison entre la colonne de tubage et le terrain. Une opération de cimentation nécessite donc de :

- ✓ Définir les objectifs de la cimentation.
- ✓ Calculer le volume du laitier de ciment à injecter.
- ✓ Calculer le volume de chasse.
- ✓ Préparer le trou avant l'injection.
- ✓ Utiliser le ciment et les additifs.
- ✓ Réaliser la cimentation.
- ✓ Tester la colonne après la cimentation

C. Objectifs de la cimentation

- ✓ Ancrer la colonne au sol.
- ✓ Prévenir le dévissage du tube pendant le forage.
- ✓ Canaliser en surface les fluides exploités.
- ✓ Eviter la pollution des nappes phréatiques.

Chapitre II : Ciment pétrolier

- ✓ Réaliser la séparation entre les différentes couches productrices qui pourront contenir des fluides différents à des pressions différentes.
- ✓ Fermer les couches à haute pression pour éliminer les risques d'éruptions.
- ✓ Protéger les colonnes contre les agents chimiques et la corrosion électrochimique.

D. Principe de la méthode de cimentation

La cimentation est une opération qui consiste à remplir l'espace annulaire entre le tubage et la formation forée, où la mise en place d'un laitier de ciment approprié à une cote donnée du puits. Il s'agit d'injecter directement à l'intérieur de tubage à cimenter un laitier de ciment, de façon à faire ensuite remonter dans l'espace annulaire jusqu'à une hauteur prédéterminée.

Le laitier est généralement mixé en surface de façon continue au moyen de deux..... D'eau sous pression qui mouillent et entraînent le ciment pulvérulent jusqu'à un petit bac tampon pour avoir un laitier dont la densité est contrôlée en permanence. Il est ensuite repris par des pompes à pistons pour être injecté dans le puits.

Le réglage de la densité du laitier est obtenu par la variation de débit d'eau. L'alimentation en ciment sec se fait par gravité à partir d'un silo, mais les équipements modernes comportent une alimentation de ciment en conduite sous pression d'air jusqu'au contact avec l'eau de mixage, c'est le cas d'installation offshore.

E. Type de cimentation

a) Cimentation primaire

A l'intérieur du casing il y a un anneau de retenue, qui sert à bloquer le bouchon inférieur qui encadre le volume du laitier dans le casing.

Le premier coup de pression crève le bouchon inférieur pour que le laitier circule dans l'annulaire à travers le sabot. Le laitier pousse directement la boue de forage et au même temps lave les parois du puits et l'extérieur de casing. Le bouchon supérieur est déplacé par circulation de la boue de forage. Cette opération est appelée « la chasse » (volume de boue entre l'anneau et la tête de cimentation).

Quand tout le volume de chasse est circulé, on doit remarquer une montée en pression qui signifie l'arrêt du bouchon supérieur. Avec un deuxième coup de pression pendant quelques minutes, on peut faire un test d'étanchéité de la colonne.

b) Cimentation étagées

Les cimentations étagées consistent à effectuer les opérations de cimentation en plusieurs étapes successives (généralement 2 ou 3), chaque étape permettant de cimenter une partie de la colonne. Cette procédure permet de diminuer les risques de fracturation hydraulique en réduisant la pression induite par la colonne de laitier dans les annulaires. Pour ce faire, un équipement spécifique est intégré dans la colonne: il s'agit d'un raccord spécial comportant des ouvertures que l'on peut ouvrir à la demande pour permettre au laitier injecté dans la colonne de passer dans l'annulaire.

L'ouverture et la fermeture de cet équipement, appelé « Diverting Valve » (DV), est contrôlée au moyen de bouchons (ou bombes) lancés dans le tubage et agissant mécaniquement ou hydrauliquement sur des volets (chemises). Des bouchons spécifiques en tête et en queue de laitier permettent le contrôle de l'injection. Ils servent également de séparateur entre le laitier et les fluides. Présent dans le forage



Figure.II.2 : La DV et jeu de bouchons

➤ Procédure de la cimentation étagée

Les séquences de cimentation sont les suivantes :

- ✓ Dans une première étape, le volume nécessaire de laitier est injecté dans le tubage, puis poussé avec un bouchon jusqu'au sabot du tubage. Il est de la sorte mis en place dans l'annulaire depuis le sabot de la colonne jusqu'à la hauteur de la DV la plus profonde;
- ✓ On ouvre alors cette DV au moyen d'un bouchon (bombe) lancé dans le tubage de puis

Chapitre II : Ciment pétrolier

La surface et on fait circuler de la boue pour éliminer un éventuel trop plein de ciment ;

- ✓ Après séchage du ciment, on procède à la cimentation du deuxième étage. On injecte le volume de laitier dans le tubage, puis on le pousse avec un nouveau bouchon pour le faire remonter dans l'annulaire depuis la DV inférieure jusqu'à la DV supérieure. En arrivant sur la DV inférieure, le bouchon referme les fenêtres ouvertes précédemment;
- ✓ On ouvre alors la DV supérieure au moyen d'une nouvelle bombe et on circule pour éliminer un éventuel surplus de laitier dans l'annulaire. Enfin on attend la prise du ciment.
- ✓ Dans un dernier temps, après séchage définitif, on refore l'ensemble du matériel utilisé pour la cimentation : bouchons et sièges de bouchons, bombes et résidus de ciment, ainsi que le sabot du tubage. [4]

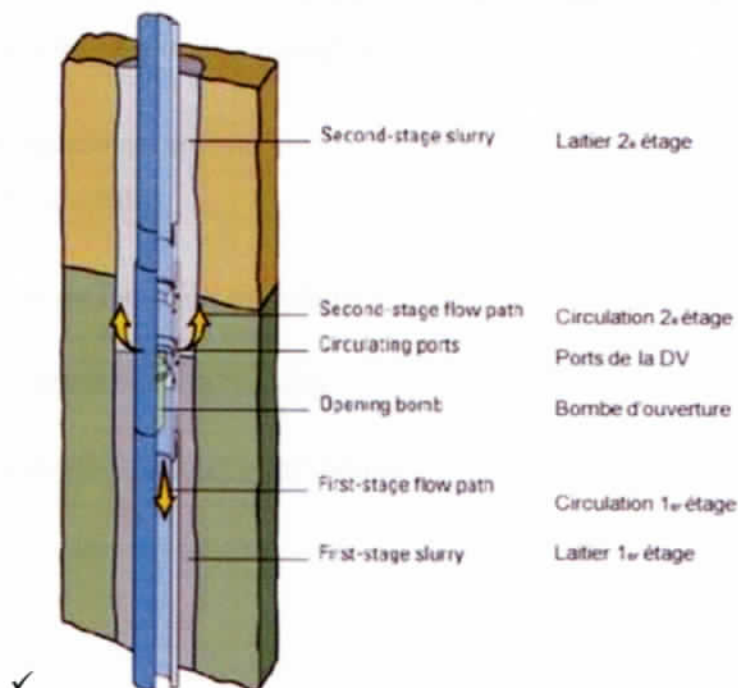


Figure.II.3: illustration de la cimentation étagée.

a) Cimentation de la colonne perdue (LINER):

La différence qui existe entre ce type et d'autres types, c'est que la colonne perdue ne remonte pas jusqu'à la tête du puits. Elle est cimentée avec un recouvrement dans le dernier tubage (overlap).

La cimentation des colonnes perdues est effectuée aux endroits des zones productrice puis perforée pour une mise en production sélective du puits, il faut avoir une bonne cimentation de cette colonne pour permettre d'isoler les différents niveaux de réservoirs et de limiter les venues indésirables d'eau et de gaz.

Chapitre II : Ciment pétrolier

c) Le squeeze (injection sous pression):

Le but de cette opération est de remédier à un défaut d'étanchéité. L'opération consiste à placer un laitier à un point donné du puits et d'appliquer une pression sur une formation perméable, pour que le laitier se déshydrate et forme une pâte de ciment et colmatant les défauts d'étanchéité dans les zones à perte.

Le calcul de volume du laitier est basé sur le volume de recteur. Les buts de cette opération sont :

- ✓ Abondant d'un puits par isolement des couches perméables et fermeture définitive par bouchon des ciments.
- ✓ Fermeture d'un niveau aquifère.
- ✓ Bouchon de déviation en cas des problèmes rencontrés durant le forage.
- ✓ Colmatage de la perte de circulation.

F. Techniques de cimentation:

- ✓ Préparation du trou
- ✓ Cimentation de l'espace annulaire
- ✓ Contrôle d'étanchéité du casing
- ✓ Causes et remèdes des cimentations

Chapitre III :

Nano Silice

Chapitre III : La Nano-Silice

III.1 Introduction :

Différents ajouts minéraux sont actuellement utilisés dans le béton. Ils sont utilisés en addition ou en substitution d'une partie du ciment comme matières cimentaires supplémentaires. Leur usage fournit au béton une matrice plus dense qui sera plus résistante aux produits agressifs tels que les sulfates, les chlorures et les autres agressifs. La finesse des ajouts minéraux, leur composition chimique, leur structure (vitreuse ou cristalline) et leur solubilité en milieu alcalin gouvernent leurs propriétés cimentaires dans le béton. Leur contenu en phase amorphe est un facteur clé dans la réactivité des ajouts minéraux. Il a été prouvé que l'introduction des ajouts minéraux dans la pâte de ciment conduit à la segmentation des larges pores capillaires et offrent un grand nombre de sites de germination pour la précipitation des produits d'hydratation qui accélèrent l'hydratation du ciment et permettent de réduire les dimensions des cristaux de chaux.

Dans ce chapitre, nous allons parler sur les nanoparticules de silice et de leur impact sur les propriétés des mortiers et le comportement rhéologique des pâtes cimentaires.

III.2. Les nanomatériaux :

Les nanomatériaux sont des matériaux manipulables sous la forme de poudre, de suspension colloïdale ou de solides structurés. Ils peuvent être confondus avec des matériaux analogues de plus grande taille malgré certaines propriétés dues à l'échelle « nano » qui diffèrent notablement mais pour lesquelles un regard de spécialiste est souvent nécessaire.

Une nanoparticule (ou particule ultrafine) est définie par la norme ISO TS/27687 comme étant un nano-objet dont les trois dimensions sont à l'échelle nanométrique, c'est-à-dire une particule dont le diamètre nominal est inférieur à 100 nm environ. Une autre définition, plus large, qualifie de « nanoparticule » un assemblage d'atomes dont au moins une des dimensions se situe à l'échelle nanométrique ; ceci correspond à la définition de « nano objet » selon la norme ISO précitée.

III.2.1. La raison derrière l'utilisation de nanomatériaux

- Dans l'amélioration des performances du béton, c'est que les propriétés des particules à l'échelle nanométrique sont extrêmement mieux que la taille des particules classiques pour le même élément chimique.
- L'ajout de nanomatériaux pour accélérer la réaction et augmenter la résistance initiale du béton.
- Ajoutant des nanomatériaux pour mélange de béton augmente la puissance,
- La raison derrière l'utilisation de nanomatériaux est qu'ils sont très réactifs à cause de la grande surface spécifique et de petite taille.
- L'avantage technologique de l'utilisation des nanoparticules dans le domaine de la construction car il améliore les propriétés et les performances des matériaux en raison de sa structure en béton plus économique.

III.3. Définition de Nano-silice :

Nano-silice est généralement un matériau pouzzolanique très efficace. Elle est constituée de particules de nanomètre de taille (1-50nm), composées presque entièrement de SiO_2 amorphes insolubles dans l'eau. La taille, la distribution granulométrique et la surface spécifique sont des paramètres qui sont conditionnés par le processus de synthèse. Quand c'est mélangé avec les ions de calcium, de sodium ou de potassium, comme les produits de la réaction d'hydratation du ciment, se produisent des particules de C-S-H (gel), ce qui reste cohérent pour toutes les particules de la matrice de ciment.

La Nano-silice réduit le temps de prise et augmente la résistance (compression, traction) du ciment résultant par rapport à d'autres silices qui ont été testés (Roddy et al, 2008). La nano-silice est obtenue par synthèse directe du sol de silice ou par cristallisation de cristaux nano-dimensionnés de quartz.

III.4. Fabrication de nano-silice :

Basé sur la vaporisation de silicium entre 1500 et 2000 degrés Celsius, réduisant de quartz (SiO_2) dans un four à arc électrique. En outre, la silice nano est produite comme un produit de la fabrication de silicium-métal et alliages Ferro-siliceux, qui sont perçus par le résultat de la condensation des particules plus fines dans un cyclonage.

La nano silice produite par cette méthode est une poudre assez fine composée de particules sphériques ou micro sphères avec un diamètre de tête de 150 nm avec une surface spécifique élevée.

Autres méthodes :

> Méthode de précipitation :

Le NS est un précipité de solution à une température entre 50 et 100 degrés (silicium précipité). Il a été développé en son temps par iller en 1954. Utilise différents précurseurs tels que silicates de sodium, fumée de coquille de riz et autres.

> Méthode biologique :

Il est issu de la calcination de l'humus produit par la digestion de vers rouges . Ces particules ont été produites en se nourrissant de ce type de vers avec des coquilles de riz, qui est un matériau de déchets biologique qui contient 22 % de SiO_2 (donc obtenir des particules de NS de 55 à 245 nm selon la température de calcination).

Ces derniers, peuvent être des nano particules qui ont une forme sphérique avec une efficacité dans le processus de 88%.

Comme adjuvant pour le ciment, le nano-silice c'est développé à travers un chemin de production alternative. Essentiellement, grâce à une combinaison d'olivine et de l'acide sulfurique, c'est pourquoi la silice précipitée avec une finesse extrême et de taille uniforme est synthétisée. La taille des nano particules entre 6 et 30 nm et même moins cher que l'actuel fumé de silice.

La viabilité de ce procédé a été testée dans deux processus de thèse de doctorat.

Actuellement, autre projet parallèle pour de doctorat portent sur le processus de

Chapitre III : La Nano-Silice

production sur une échelle industrielle de NS en grande quantité pour la production de béton. En outre, la combinaison des matières premières et des paramètres du processus doit encore suivre pour être examiné.

III.5. Composition chimique de la nano-silice :

On peut trouver une variété d'ajouts de nano-silice commercialisés, par rapport à ces légères variations dans leur composition chimique. Toutefois, dans tous les produits et composants principaux est $\text{SiO}_2 > 99\%$.

La densité des indépendants spécifiquement dans la présente étude est de $1\,295\text{ g/cm}^3$ et sa richesse en masse de $40,6\%$.

III.6. Caractérisation de la nano-silice :

Nano-silice se compose des nano particules sphériques de caractère Pouzzolanique qui sont trouvent dans les interstices du ciment, produisant une meilleure dispersion et maniabilité en mortier ou en béton. Certaines des propriétés plus importantes comme indiqué sur ci-dessous :

- > Nano silice est capable de réagir avec la portlandite produite au cours de l'hydratation du ciment anhydre, formant des composés C-S-H d'une beaucoup plus grande résistance.
 - > En raison de la surface spécifique plus grande et la petite taille des particules, il faudrait plus d'eau pour obtenir une même maniabilité. Par conséquent, il nécessite l'utilisation de super plastifiants afin d'obtenir des doses avec un rapport eau/ciment fixe, et réaliser un mélange de mortier avec des bonnes caractéristiques de maniabilité.
 - > En raison de la réduction de la taille des pores, le produit fini est plus résistant contre les attaques chimiques et des agents externes. On peut conclure qu'il est plus robuste et durable grâce à une microstructure plus compacte.
 - > Il y a une amélioration dans la microstructure de l'interface de transition entre pâte-granulats avec cristaux hexagonaux qui produisent des composés C-S-H. Cette fonction joue un rôle très important dans les bétons de haute performance pour améliorer l'interface aride granulats-pâtes, en améliorant ainsi l'élément résistant
- La majorité des chercheurs, poursuivant une réactivité maximale de l'enceinte, ont utilisé des produits commerciaux de nano silice de faible cristallinité, avec une pureté égale ou supérieure à $99,9\%$, une surface spécifique entre $160 \pm 20\text{ g/m}^2$ et $640 \pm 50\text{ m}^2/\text{g}$, une densité autour de $0,15\text{ g/cm}^3$ et le diamètre moyen des particules entre 5 nm et 20 nm .
 - Les pourcentages utilisés dans les enquêtes mentionnées dans le présent document ont varié entre 1% et 12% en poids. Ils ont utilisé un rapport eau/ciment (E/C) et super plastifiants commerciales.
 - Parmi les rares qui sont partis de ce régime sont Shih, Chang & Hsiao (2006) [57], qui a ajouté des pourcentages de nano-silice inférieur à 1% ($0,2\%$, $0,4\%$, $0,6\%$ et

Chapitre III : La Nano-Silice

0,8 %), varie le rapport e/c (0,25 et 0,35, 0,55 0,45 0,65) et sans super plastifiant et Byung-Wan Jo et coll. (2006) qui ont utilisé leur nano silice plus épaisse (40 nm et 60 m²/g).

- La plupart des chercheurs acceptent que l'augmentation de la teneur des nano de Si₄O₂ dans un ciment de Portland donne une amélioration substantielle dans le développement de la résistance à la compression, surtout à un âge précoce (3 jours).
- La réalisation d'une plus grande résistance avec particules nanométriques est parce que la nano-silice est beaucoup plus réactive que la fumée de silice. Cette réactivité ou activité pouzzolanique des nano silice s'explique pour tenir compte du fait que c'est un matériau pur, la taille des particules plus petite et une plus grande énergie de surface que la fumée de silice.
- Ce gain de force est attribué à deux réactions pouzzolanique. Il a également observé que la taille du nano-silice à améliorer les performances, car il génère des composés plus hydratés dans une deuxième phase, qui remplissent les pores plus petits plus facilement.
- Par MEB, vous pouvez voir une matrice beaucoup plus dense et compacte, formée par les produits hydratés et avec une diminution du nombre de Ca(OH)₂ dans le ciment ajouté avec NS (mortier sans ajouts de produits C-S-H ont été reliés par une sorte de « aiguilles hydratés », tout cela, au sein d'une matrice beaucoup moins dense). Dans cette ligne, Qing et al, Voient la nano silice consommé CH, réduisant la taille des cristaux et influe sur sa forme.

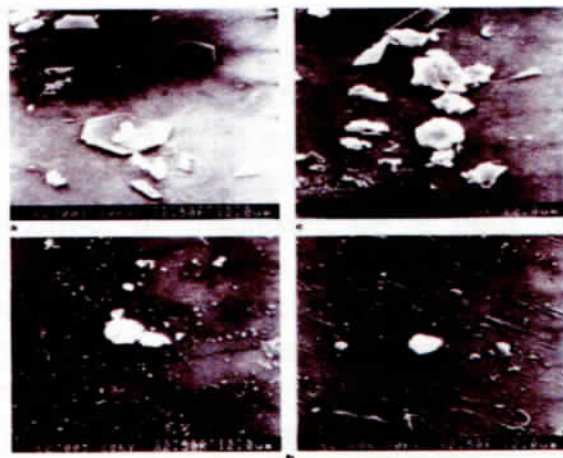


Figure III.1 : Photomicrographie de MEB d'hydroxyde de calcium 28 jours : (a) sans ajout ; (b) 3 % de NS ;(c) 3 % de SF

- Il pouvait être démontré par le biais de la diffraction des rayons x (DRX) que l'une des causes de la forte réactivité de la NS et la SF était leur petite structure cristalline, c'est-à-dire amorphe.
- En outre, les forces de cohésion (union) à l'interface entre les pâtes sont plus élevés avec l'ajout de la NS qu'avec la SF.

Chapitre III : La Nano-Silice

- Ces mêmes chercheurs, ont conclu que l'augmentation de taux d'addition de NS (entre 1 et 5 %) diminue la consistance de la pâte et que le contraire c'est produit avec l'ajout de SF, c'est-à-dire que les nano silice accélèrent le processus d'hydratation plus que la fumée de silice. Ceci est soutenu par des auteurs comme Björnström (2004) et Li et coll. (2004), qui a trouvé que la silice en nanomètre taille accélère ce processus ainsi que la formation de tobermorite (C-S-H) grâce à son énergie de surface élevée.
- La taille la plus petite de la nano-silice influe négativement sur la maniabilité du mélange car il a une demande d'eau beaucoup plus élevée que la fumée de silice.
- Une deuxième contradiction consiste à comparer ces résultats avec ceux obtenus par Ji (2004), qui a constaté que la résistance à 28 jours du béton normal (béton témoin) était supérieure à béton additionné de nano silice (47,5 MPa et 44,0 MPa respectivement).

III.7. Préparation de la pâte de ciment avec nano-silice :

La préparation de la pâte de ciment est l'un des facteurs clés pour obtenir une microstructure plus dense et uniformément que possible.

Il a certaines particularités par rapport à la préparation à laquelle nous sommes habitués dans des échantillons de béton et du mortier. L'objectif est de couvrir les agrégats avec la pâte de ciment et mélanger tous les éléments jusqu'à une pâte homogène. Il vous expliquera ensuite les étapes à suivre pour mélanger correctement les composants et obtenir une pâte de ciment idéal.

Le point clé est que les nanoparticules sont également disséminés dans le mélange, parce qu'il aura tendance à former des groupes ou des agrégats de nanoparticules, qui produiront des points faibles avec des formes des vides dans la microstructure.

De nombreuses études montrent qu'un mélange inadéquat des nanoparticules peut éventuellement mener à quelques résistances inférieures vraiment attendus et est due à un mélange incorrect ou insuffisant de la pâte. Mélanger la nano-silice correctement est compliquée, en raison de leur taille.

Autres additifs que nous présentons sont les agents d'entraîneur d'air, chargés de réduire la quantité de bulles d'air qui restent dans les modificateurs de viscosité et de la pâte de ciment. En raison de leur petite taille et une surface spécifique élevée, les nanoparticules sont faciles à ajouter et ils sont uniformément dispersés.

Partie Expérimentale

Chapitre IV :

Caractérisation des matériaux utilise

Chapitre IV : Etude expérimental

IV.1. caractérisation des matériaux utilisés :

Dans ce chapitre, on traite la détermination des caractéristiques des différents constituants entrant dans la composition du mortier. La connaissance de leurs caractéristiques est impérative à toute recherche ou étude d'investigation, puisque chacune pourrait influencer considérablement sur les résultats d'étude. Pour cela, on a procédé à la caractérisation de chaque constituant de mortier.

IV.1.1 Caractérisation des ciments

Le ciment utilisé est un ciment classe G à base de clinker de la cimenterie de Beskra

- Il doit être exposé à l'air ambiant le moins longtemps possible lorsqu'il doit être conservé pendant plus de 24 h entre le moment de l'échantillonnage et celui des essais.
- Il doit être stocké dans des conteneurs complètement remplis et hermétiquement fermés.

A-caractéristique chimique et minéralogique

A-1-la composition chimique de ciment

Tableau IV.1. Composition chimique de ciment.

NOM	OXYDE	NOTATION CIMENTIERE	TENEURS MASSIQUE
CHAUX	CaO	C	62-67%
SILICE	SiO ₂	S	19-25%
ALUMINE	Al ₂ O ₃	A	2-9%
HEMATITE	Fe ₂ O ₃	F	1-5%
OXYDE DE SOUFRE	SO ₃	S	1-3%
OXYDE DE POTASSIUM	K ₂ O	K	-

Chapitre IV : Etude expérimental

<i>PERICLASE</i>	MgO	<i>M</i>	0-3%
<i>EAU</i>	H ₂ O	<i>H</i>	-

A-2-Caractéristique minéralogique

Tableau IV .2. Composition minéralogique.

Phase minéralogique	Fraction volumique %	Possibilité de cristallisation	Morphologies	dimensions
C-S-H	50-70	Très peu	Non résolu	10-100nm
CH	15-20	Très peu	Solide hexagonal	10-100 nm
Ettringite	1-5	Bien	Solide de forme des aiguilles	10*0,5 um
Monosulfoaluminate	1-5	Bien	Solide sous forme des plans hexagonaux	1*1*0,1 um



Figure IV.1 : Ciment Pétrolier De Classe G

Chapitre IV : Etude expérimental

IV.1.2 L'eau de gâchage :

L'eau utilisée pour le gâchage, est l'eau de robinet de la ville de Boumerdes.

IV.1.3. La nano-silice utilisé :

L'AEROSIL® 200 est une silice pyrogénée hydrophile avec une surface spécifique de 200 m² /g.

1) Données physico-chimiques :

Propriétés	Unité	Valeurs indicatives
Surface spécifique (BET)	m ² /g	200±25
Densité après tassement* selon DIN-EN-ISO 787/11, août.1983	g / l	env.50
Teneur en humidité*2h à 105°C	% en masse	≤1.5
Perte à la calcination	% en masse	≤1.0
2h à 1000°, par rapport à la substance séchée 2h à 105°C		
Ph Dispersion /H ₂ O à 4%		3.7-4.5
Teneur SiO ₂ sur produit calciné	% en masse	>9.8

Applications et Propriétés :

Application :

- Peintures et vernis.
- Résines polyester insaturé, résines au contact et gel-colina.lona@outlook.frats.
- Caoutchouc silicone HTV et RTV-2 c.
- Colles et mastics.
- Encres d'imprimerie.
- Compounds pour câblerie et gel pour câble.
- Produits phytosanitaires.
- Cosmétiques.

Propriétés :

- Contrôle de la rhéologie et thixotropie des systèmes liquides, des liants, des polymères, etc.

Chapitre IV : Etude expérimental

- Employé comme agent de suspension, agent épaississant et agent anti –coulures.
- Renforcement des caoutchoucs-silicone HTV et RTV-2 c.
- Amélioration de l'écoulement et anti-montage des poudres.

IV.1.4 Bentonite :

IV.1.4 .1 Composition chimique

Oxydes	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	MgO	CaO	MnO
%	46.12	18.03	1.62	1.19	0.65	0.87	-	0.16

Tableau IV.3. Composition chimique de la bentonite de Maghnia.

IV.1.4 .2 Propriétés physiques

- Densité : $d=2.4$;
- Surface spécifique $S= 8500 \text{ cm}^2/\text{g}$;

IV.2. Formulation des Laitiers de ciment à bas de nanosilice:

Après avoir déterminé les caractéristiques des matériaux utilisés, ce chapitre est articulé sur les différentes compositions des laitiers de ciment ainsi que les variantes des mortiers de ciment retenues dans cette étude. Dans ce même chapitre nous présentant ainsi la campagne d'essais réalisée afin de voir l'effet combiné de nanosilice NS et la bentonite sur les propriétés rhéologiques des pâtes et physico-mécaniques des mortiers.

IV.2.1.Etude rhéologique :

Le but de cette partie est d'étudier l'effet combiné du Laitier de Nanosilice et La Bentonite sur les propriétés rhéologiques des pâtes cimentaires. Toutes les mesures rhéologiques ont été réalisées à l'aide du rhéomètre AR2000 (AR2000 de TA Instrument) avec la géométrie van rotor (voir figure). Les essais sont effectués à t_0 (pré-cisaillement avec 350 S-1, pour toutes les pâtes, pendant les 60s après malaxage) et à la température constante de 20 ± 1 °C. Le test est effectué à vitesse de cisaillement imposée (le taux de cisaillement imposé est de 500 S^{-1}).

Le protocole d'essai rhéologique adopté est schématisé selon la figure. Selon la littérature, il est recommandé un pré-cisaillement de la pâte de ciment pour obtenir des mesures rhéologiques reproductibles. Certains auteurs sont aussi montrés que la dépendance entre l'effort de cisaillement et la fluidité des pâtes cimentaires. . L'effet de différentes compositions de mortiers (CT C1 C2 C3)

Chapitre IV : Etude expérimental

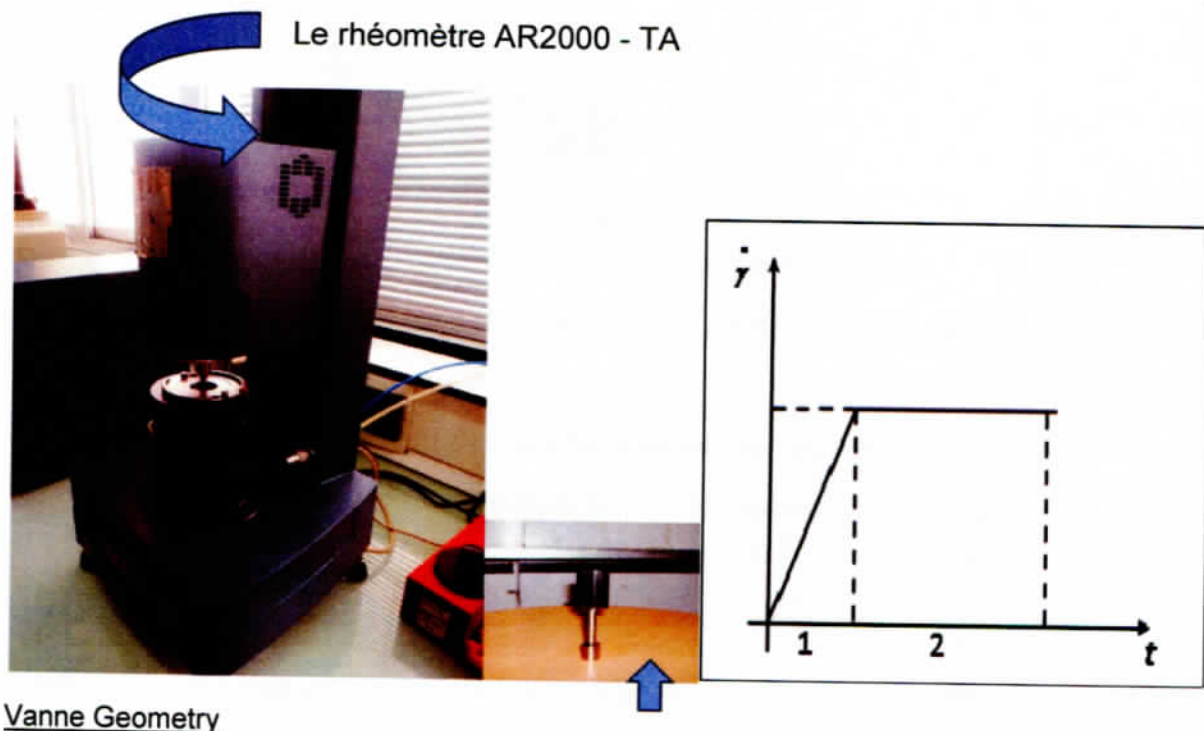


Figure IV.2 : Protocole et équipement des essais rhéologiques

- 1 : Pré cisaillement à vitesse de 350s-1 durant 60 seconds;
- 2: Le cisaillement est maintenu constant à vitesse 500s-1 pendant 300 seconds.



Chapitre IV : Etude expérimental



Bentonite +Ciment

Figure IV.3 : les échantillons de CT 1% 2% et 4% de NS

Les échantillons préparés sont donnés dans le tableau suivant :

	Ciment (g)	Bentonite (g)	Nanosilice (g)	Eaux (g)
CT	100	20	-	90
C1	100	-	1	90
C2	100	-	2	90
C3	100	-	4	90

Tableau IV.4 : Echantillons préparés pour la rhéologie

IV.2.2.Etude sur pâtes cimentaires

Afin de voir l'influence de la nanosilice et la bentonite sur les performances physico-mécanique du mortier, des variantes des mortiers ont été établies à partir du mortier témoin (MT) et les mortiers étudiés de différents pourcentages des constituants : (MT 1% 2% 4% de Nanosilice).

Tableau IV.5 : les formulations des mortiers.

	Ciment (g)	Bentonite (g)	Nanosilice (g)	Eaux (g)
MT	1250	250	-	1125
1% NS	1000	-	12.5	1125
2% NS	1000	-	20	900
4% NS	1000	-	40	900

Chapitre IV : Etude expérimental

IV. 2.2.1.Compagnie d'essais

Fluidité du laitier de ciment :

➤ Fluidité de mortier :

La fluidité du mortier a été réalisée par le test de mini-cône (voir la figure IV.4). Ce test consiste à mesurer le diamètre moyen de la galette après l'affaissement de mortier c'est-à-dire après soulèvement du cône. Nous rappelons que le diamètre préconisé pour un mortier auto plaçant est de 180 à 220 mm Cette plage du diamètre, peut donner des valeurs de l'étalement pour un béton auto plaçant qui sont de 650 à 750 mm

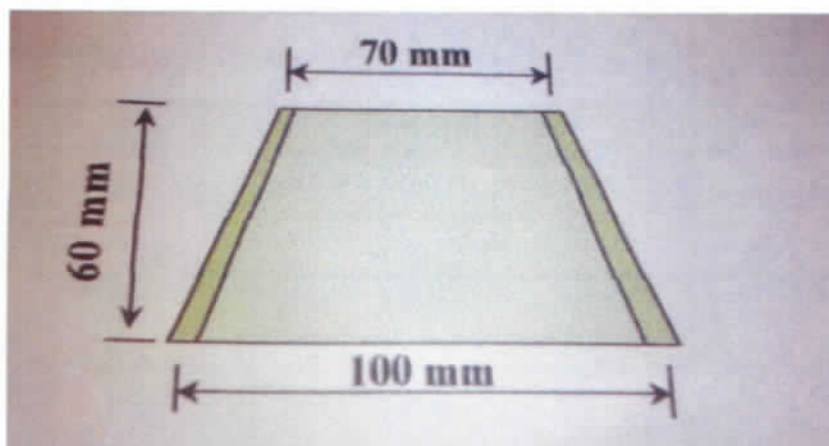


Figure IV.4 : Mini- cône pour mortier et pâte de ciment

IV.2.3.Etude physico-mécanique des mortiers

➤ Etat Durci

Les éprouvettes sont de forme prismatique (4 x 4 x 16) cm et (5 x 5 x 5) cm (Figure IV.5). Elles doivent être moulées après la confection du mortier directement. Le moule métallique à trois alvéoles et sa hausse étant fermement fixés à la table à choc, on introduit la première des deux couches de mortier. La couche est étalée uniformément en utilisant la grande spatule puis serrée par 60 chocs. La deuxième couche est alors introduite, nivelée avec la petite spatule et serrée à nouveau par 60 chocs. Le moule est enlevé de la table à choc, et après avoir retiré la hausse, on

Chapitre IV : Etude expérimental

enlève l'excédent de mortier par arasage. La surface des éprouvettes est ensuite lissée.

➤ Conduite de l'essai :

Les mortiers de ciment ont été mélangés dans un malaxeur rotatif. Les nanoparticules ne sont pas faciles à disperser uniformément en raison de leur forte énergie de surface. En conséquence, le mélange a été effectué comme suit :

➤ Les particules de nano silice ont été agitées avec l'eau de mélange à grande vitesse pendant 1 min.

➤ Le ciment a été ajouté au malaxeur et mélangés à vitesse moyenne pendant 1 min supplémentaires.



Figure IV.5: Confection des éprouvettes des laitiers de ciments

Une fois les éprouvettes préparées, elles sont été mis dans un séchoir (l'étuve) à 40° pour une durée de 8h-10h. Cette façon de faire est préconisée pour ce type de ciments utilisés dans le domaine pétrolier.



Figure IV.6 : Etuve de séchage -Laboratoire FT -

Chapitre IV : Etude expérimental

Un jour après, les éprouvettes ont été conservées dans l'eau et divers tests et mesures ont été effectués afin d'étudier les propriétés physiques (Masse volumique apparente) et mécaniques (résistance à la flexion et à la compression uni-axiale). des tests de compression uni-axiale ont été effectués sur des éprouvettes (50x50x50 mm³) de mortiers étudiés pour voir le comportement mécanique de ce dernier sur une machine universelle pour des essais de compression (Voir figure 7).

• Répartition et positionnement des éprouvettes :

Avant de passer à l'action d'écrasement, il faut tenir compte de recommandations suivantes :

- ❖ Essuyer toute humidité excessive de la surface d'éprouvette avant de la positionner dans la machine d'essai.
- ❖ Tous les plateaux de la machine d'essai doivent être essuyés et toutes particules ou corps étrangers retirés des surfaces de l'éprouvette qui seront en contact avec eux.
- ❖ Posé l'éprouvette sur la machine d'essai.



Figure.IV.7: Essai de traction par flexion et à la compression

Chapitre V :

Résultats et Interprétation

Chapitre V : Résultats et interprétations

V.1 Introduction :

On présente dans ce chapitre les résultats des différents essais effectués sur les mortiers confectionnés selon les différentes combinaisons d'ajouts Nanosilice et la bentonite rappelle que notre objectif est de voir l'effet de mode d'utilisation de NS et bentonite sur les propriétés rhéologiques des laitiers de ciment. On a utilisé des formules par substitution partielle de ciment et les ajouts à des dosages, (MT ; 1 % NS; 2%NS ; 3%NS)

V.1.1 Fluidité (Essai de l'étalement)

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau suivant :

Variantes	Fluidité	Diamètre (Cm)	Références	Observation
CT		23	[15-35]	Fluide
1%NS		25	[20-35]	Fluide
2%NS		22	[20-35]	Fluide
3%NS		19	[15-35]	Fluide

Tableau V.1 : Essai d'étalement

Chapitre V : Résultats et interprétations

La figure (V.1) présente la fluidité des mortiers à base avec Nanosilice (NS) de différents dosages comparée à la bentonite. Les résultats donnés dans cette figure montrent une légère diminution de la fluidité des mortiers à base de NS par rapport au témoin (bentonite). Cette diminution est due à l'incorporation d'un pourcentage NS. On remarque aussi que plus le dosage de Nanosilice augmente plus la fluidité diminue.

V.2. Etude rhéologiques des laitiers de ciment étudiés :

V.2.1. Paramètres rhéologiques (Contrainte de cisaillement et viscosité plastique) :

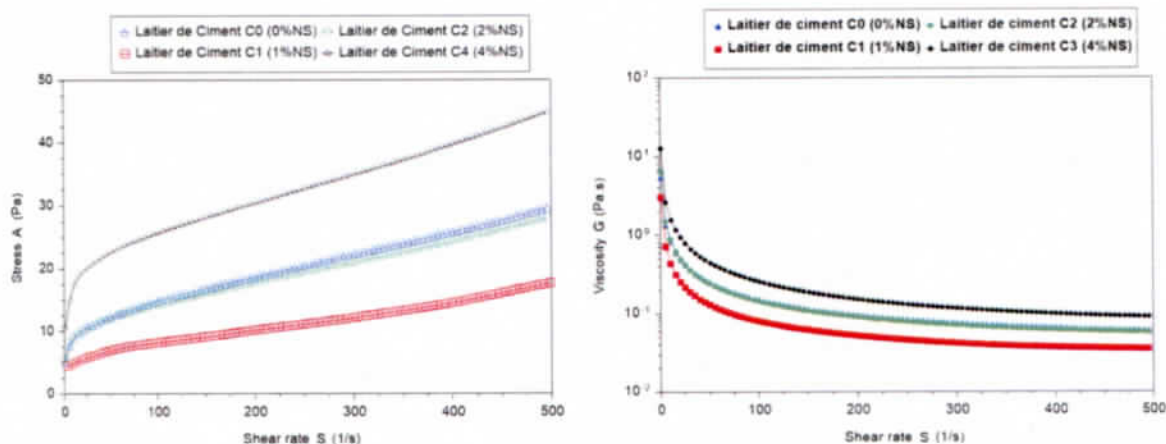


Figure V.1 : Evolution des paramètres rhéologiques des laitiers de ciment en fonction du teneur en nanosilice NS

Les rhéogrammes **Figure V.1** représentent l'évolution de la contrainte de cisaillement (**figure 1.a**) et la viscosité plastique (**figure 1.b**) des laitier de ciment à base de nanosilice (NS) à différents dosage (0%, 1%, 2% et 4%). Il est clair que d'après ces résultats, par rapport au laitier de ciment témoin à base de bentonite (à 0%NS), que 1% de NS a réduit la contrainte de cisaillement et la viscosité plastique du laitier de ciment puis à 2% de NS le laitier de ciment a les mêmes paramètres rhéologiques que celui de témoin. Cependant, le laitier de ciment à 4%de NS, les paramètres rhéologiques ont doublés et le laitier de ciment devient plus visqueux. Ce constat peut nous permettre de déduire que la NS a joué un rôle de fluidifiant à 2%.

V.2.2. Comportement rhéologique des laitiers de ciment étudiés :

Le logiciel du rhéomètre TA Data Analysis « Thermal Advantage instruments » nous a permis d'identifier le comportement rhéologique des laitiers de ciment étudiés (voir figure 2a, 2b, 2c et 2d). En effet, par calage des modèles existant dans le logiciel, nous avons pu identifier le comportement rhéologique de ces pâtes. D'après les résultats obtenus, tous les dés laitiers de ciment ont un comportement identique à celui de

Chapitre V : Résultats et interprétations

Herschel-Bulkley avec un coefficient de corrélation plus de 99, 5, ce qui est conforme à ce qu'on trouve dans la littérature.

Les rhéogrammes **Figure V.2** des pâtes cimentaires, montrent l'évolution de la contrainte de cisaillement (shear stress) en fonction de la vitesse de cisaillement (shear rate). Il est clair, d'après ces figures que le comportement rhéologique des pâtes suit le modèle de Herschel-Bulkley décrit par l'équation (Eq.1) :

$$\tau = \tau_0 + K \cdot \dot{\gamma}^n \quad (\text{Eq.1})$$

τ_0 est la contrainte seuil ; K est la consistance ; n est l'indice d'écoulement

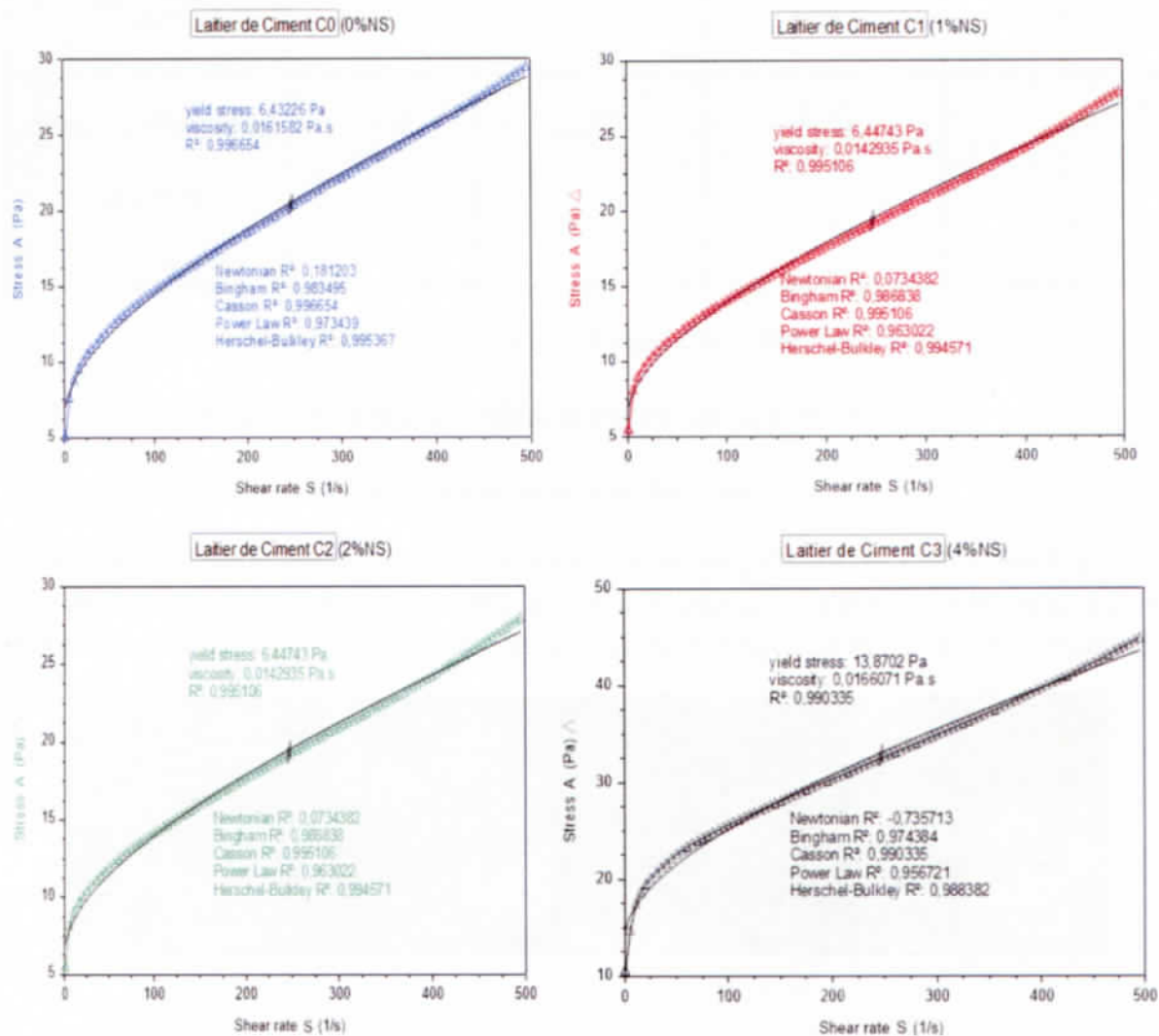


Figure V.2: Comportement rhéologique des laitiers de ciment étudiés à base de Nano silice à différents dosages:

(a) C0 à 0%NS (b) C1 à 1%NS (c) C2 à 2%NS (d) C2 à 4%NS

Chapitre V : Résultats et interprétations

V. 3. Masse volumique apparente :

Le volume de chaque éprouvette est : $4*4*16=256 \text{ cm}^3$, $5*5*5=125 \text{ cm}^3$

Le tableau suivant représente la masse volumique des mortiers:

	MT	M1	M2	M3
Masse d'éprouvette (g)	190.4	189.9	176.9	168.4
	397.1	385.7	369.6	324.6
Masse volumique (g/cm ³)	1.52	1.52	1.41	1.35
	1.55	1.50	1.44	1.26

Tableau V.2 : La masse volumique des pates des ciments

V. 4. Résistance mécanique des laitiers de ciment :

V.4.1 La résistance à la compression et à la flexion :

Pour effectuer cet essai, on a préparé six éprouvettes ($4*4*16$) et ($5*5*5$) cm³, pour un jour après décoffrer dans le but de prendre une valeur moyenne. Le tableau suivant représente les valeurs de la résistance à la compression et à la flexion des mortiers.



Figure V.3 : les éprouvettes de mortier témoin et de mortier avec 1% 2% et 4% de nano-silice

Chapitre V : Résultats et interprétations

	<i>F</i> (kn)	<i>Résistance à la Flexion</i> (MPa)	<i>F</i> (kn)	<i>Résistance à la compression</i> (MPa)
MT	1.1	2.6	2.6	9.4
	1.1	2.6	2.6	9.4
1% NS	0.9	2.1	2.1	4.4
	0.7	1.6	1.6	4.2
2% NS	0.8	1.9	1.9	4.9
	0.8	1.9	1.9	4.8
4%NS	0.2	0.5	0.5	5.72
	0.2	0.5	0.5	5.6

Tableaux V.3 : Le résultat exprime la résistance à la flexion et à la compression

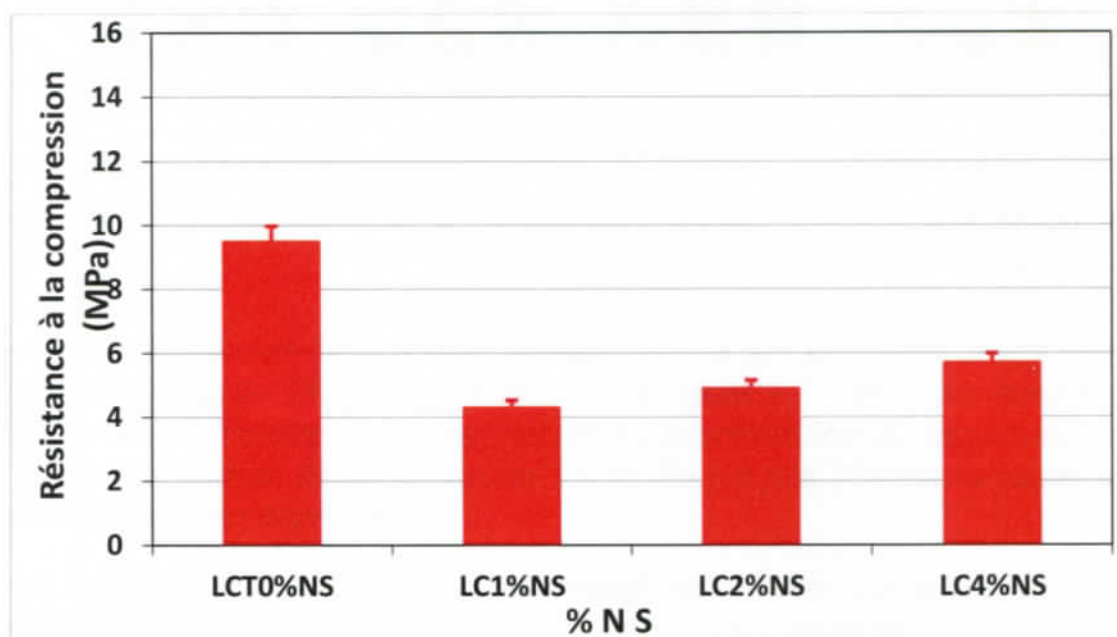


Figure V.4 : Evolution de la résistance à la compression en fonction du % NS

Chapitre V : Résultats et interprétations

D'après la figure V.4 l'évolution de la résistance à la compression a connu une diminution suite à l'absence de la bentonite qui joue le rôle d'absorber l'eau dans le laitier du ciment pour les différents pourcentages de la nanosilice.

Mais quand on compare la résistance à la compression relative des différents pourcentages (1%, 2% et 4% de NS) on constate qu'elle augmente avec l'augmentation de la nanosilice ce qu'explique les résultats sur la fluidité des différents pourcentages (Voir tableau V.1).

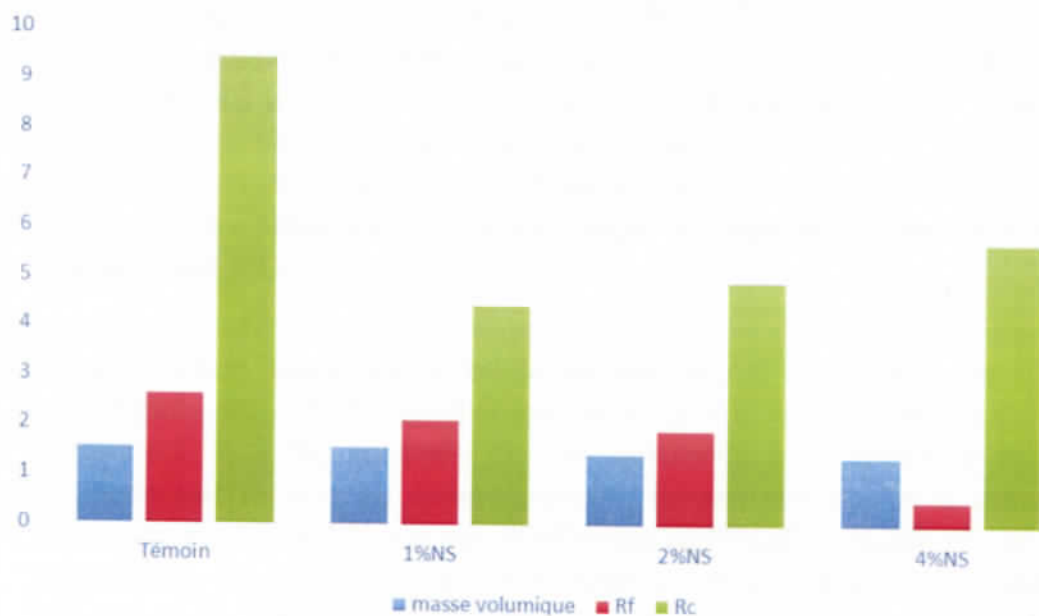


Figure V.7 : masse volumique et Résistance à la compression et à la flexion des

Les résultats des essais de la flexion des éprouvettes des laitiers de ciment pétrolier à base de nano-silice (NS), est donnée dans la figure V.7. Selon ces résultats, on remarque que la contrainte à la flexion est légèrement diminuée par rapport au témoin par contre la présence de nanosilice de 1% et 2% n'a pas d'influence significative, quant au 4% est très significative.

Tandis que la masse volumique on a constaté aucun effet sur la présence de la nanosilice dans les laitiers de ciment. Quant à la m_v , la présence de nanosilice ne joue aucun rôle dans les laitiers de ciment.

CONCLUSION GÉNÉRALE

Rappelons que l'objectif de ce travail, était d'étudier l'effet de la nanosilice sur les propriétés à l'état frais et durci des laitiers de ciments destinés à la cimentation des puits du pétrole. Pour voir la possibilité de substituer la bentonite par la nanosilice et améliorer certaines propriétés rhéologiques et physicomécaniques des laitiers de ciment pétrolier. Une étude rhéologique et physicomécanique a été menée sur une série des coulis de ciment (ciment classe G local) à différent de la nanosilice à différents dosages (1%, 2% et 4%NS). Les caractéristiques des ces ciments ont été comparées aux celles du ciment pétrolier témoin (ciment pétrolier allégée à la bentonite). D'après les résultats des essais, il en résulte que;

- L'utilisation de la nanosilice par substitution totale de la bentonite a un effet positif sur les propriétés rhéologiques car il a été constaté que par rapport au laitier de ciment témoin à base de bentonite (à 0%NS), qu'avec 1% de NS a réduit la contrainte de cisaillement et la viscosité plastique du laitier de ciment et à 2% de NS le laitier de ciment avait les mêmes paramètres rhéologiques que celui de témoin. Cependant, le laitier de ciment à 4%de NS, les paramètres rhéologiques ont doublés et le laitier de ciment devient plus visqueux. Ce constat peut nous permettre de déduire que la NS a jouée un rôle de fluidifiant.
- Le substitution totale de la bentonite par la nanosilice sur les propriétés mécaniques du ciment pétrolier est bénéfique si en diminue l'excès d'eau. Cependant, il a été constaté que la résistance à la flexion a légèrement diminuée par rapport au ciment pétrolier témoin par contre la présence de nanosilice de 1% et 2% n'a pas d'influence significative, quant au 4% est très significative. La diminution de la résistance est expliquée par l'excès d'eau libérée lors de l'utilisation de la nanosilice (NS) qui a joué le rôle d'un fluidifiant en créant ainsi les pores dans la structure cimentaire.

Chef de centre de documentation d'étude de recherche à paris « Walter
rothlauf » [1]

Josef abdoref : c920v2 [2]

Marius wasilewski [3]

Le site intentionnel de lerm « seteclerm » [4]

Memento roche et matériaux BRGM [5]

Wikipédia [6]

Mémoire « contribution à la caractérisation d'un ciment [7]

Seteclerm site intentionnel [8]

Mémoire online « Mécanisme d'altération des matériaux cimentaires soumis aux
milieux agressifs » [9]

Beddarmilloud et meddahabdelaziz [10]

Mémoire de merouaneabdellah [11]

Mémoire de responsable Ghomarifouad [12]

Mémoire Final [13]

