

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA
BOUMERDES



FACULTE DES SCIENCES DE L'INGENIEUR
DEPARTEMENT
GENIE DES MATERIAUX

MEMOIRE DE MAGISTER

Spécialité : Sciences et Génie des Matériaux
Option : Physique et Mécanique des Matériaux

SUR LE THEME :

**AMELIORATION DES PROPRIETES RHEOLOGIQUES
DES FLUIDES DE FORAGE A BASE DE BIOPOLYMERES :
« APPLICATION AUX Puits HORIZONTAUX »**

Présenté par : Mr FOURAR Karim

Devant le jury composé de :

Mr BALI Abdelrahim	Professeur	E.N.P	Président
Mr BENMOUNAH Abdelbaki	Maître de conférences	U.M.B.B	Rapporteur
Mr BOUCENNA Ali	Maître de conférences	U.M.B.B	Examineur
Mr MELLAK Abdelrahmane	Maître de conférences	U.M.B.B	Examineur
Mr BOUTEMEUR Ramdane	Docteur, Chargé de cours	E.N.P	Examineur
Mr KHODJA Mohamed	Chef de groupe d'Ingénieurs	C.R.D	Invité

Boumerdes 2007

Résumé :

En général, l'étude du comportement rhéologique, de filtration et d'inhibition des fluides de forage sont d'une importance capitale dans le but d'amener l'opération de forage du puit a terme sans aucun problème. Ces caractéristiques vont permettre de maîtriser les propriétés des fluides de forage à base de polymères biodégradables. Le choix a été porté sur ce type de fluide pour des raisons environnementales en vue de leur généralisation sur nos sites de forage.

Abstract:

Generally the study of rheological, filtration and inhibition behaviours of drilling fluids, are very important in purpose to accomplish the drilling operation in good ways without problems. The properties listed will permit the knowledge of the biopolymers based drilling fluids. The choice of this type of fluids is due to environment raisons and aims to theirs use on our drilling sites.

المخلص :

بصفة عامة ، دراسة السلوك الريولوجي والتصفية والتميه الموائع الحفر تعتبر ذات أهمية كبيرة في إيجاد لعمليات حفر الآبار البترولية بدون عراقيل. هذه المميزات تساعدنا على تحكم في خصائص الموائع الحفر ذات البوليمار غير المتعفن. إن الاختيار كان قد أجري على حسب نموذج هذا المائع لأغراض بيئية وذلك لتعميمها على كل مواقع الحفر في بلادنا.

Dédicace

Ce travail

est l'aboutissement

*d'une longue aventure universitaire. Je le dédie à mes
parents qui m'ont toujours épaulé dans mes projets et
mes rêves et qui se sont toujours inquiétés de mon sort.*

Je le dédie également à mes frères et mes soeurs,

à toute ma famille,

à mes amis.

*Je ne saurais oublier les défunts (Grand-mère,
oncle Belkacem et oncle Dahmane) qui sont dans mon
cœur.*

A leurs mémoires.

Karim

Table des matières

Remerciements.....	i
Liste des symboles.....	ii
Liste des figures.....	iv
Liste des tableaux.....	vii

Partie bibliographique

INTRODUCTION GENERALE	1
Chapitre I : LES FLUIDES DE FORAGE	4
I.1. Généralités sur les fluides de forage.....	4
I.2. Définition d'un fluide de forage.....	5
I.3. Les fonctions du fluide de forage.....	5
I.4. Circulation du fluide de forage.....	6
I.5. Classification des fluides de forage.....	7
I.5.1. Les fluides à base d'huile.....	7
I.5.2. Les fluides à base d'eau.....	7
I.5.3. Les fluides de forage gazeux.....	8
I.6. Composition des fluides de forage.....	8
I.6.1. Les composants de la boue et leur rôle.....	8
I.6.2. Formulation des boues de forage.....	9
I.6.3. Contrôle et caractérisation des propriétés.....	10
I.6.4. Paramètres physiques et chimiques.....	11
I.7. Filtration et endommagement des formations.....	16
Chapitre II : LA RHEOLOGIE DES FLUIDES DE FORAGE	20
II.1. Notion de mouvement laminaire de cisaillement.....	20
II.2. Contrainte de cisaillement.....	20
II.3. Déformation et vitesse de cisaillement.....	21
II.4. Equation d'état.....	22
II.5. La viscosité.....	23
II.5.1. La viscosité dynamique ou apparente μ_a	23
II.5.2. La viscosité cinématique ν	23
II.5.3. La viscosité relative, spécifique, intrinsèque.....	24
II.6. Typologie de l'écoulement.....	24
II.6.1. Les fluides indépendants du temps.....	25
II.6.2. Les fluides dépendants du temps.....	29
II.7. Les fluides viscoélastiques.....	31
II.7.1. Viscoélasticité linéaire.....	31
II.7.2. Paramètres complexes.....	34
II.8. Rhéométrie.....	35
Chapitre III : LES POLYMERES	39
III.1. Définition.....	40
III.2. Classification des polymères.....	40
III.3. Adsorption des polymères.....	42

III.4. Les polymères dans le fluide de forage.....	43
III.4.1. La gomme de xanthane (xanthane).....	43
III.4.2. La carboxyméthylcellulose (CMC) et PAC.....	49
III.4.3. Le polyacrylamide partiellement hydrolysé PHPA.....	52
III.4.4. Le glycol.....	54
III.4.5. Les silicates de sodium.....	55
Chapitre IV : LES ARGILES	60
IV.1. Définition.....	61
IV.2. Minéralogie, structure et propriétés chimiques des argiles.....	61
IV.2.1. Minéralogie et cristallographie des argiles.....	61
IV.2.2. Espaces interfoliaires.....	64
IV.3. Organisation texturale des matériaux argileux.....	65
IV.3.1. Organisation de la phase solide.....	65
IV.3.2. Organisation des espaces poreux.....	67
IV.4. Hydratation des matériaux argileux.....	68
IV.4.1. Hydratation interfoliaire, gonflement et dispersion des feuillets.....	68
IV.4.2. Association des particules dans les suspensions d'argile.....	70
IV.5. Classement des matériaux argileux selon les propriétés macroscopiques.....	71
IV.5.1. Argiles gonflantes–Smectites.....	71
IV.5.2. Argiles non gonflantes –Illite et Kaolinite.....	71
Chapitre V : PHYSICO-CHIMIE DES FLUIDES DE FORAGE	72
V.1. Généralités sur les suspensions.....	72
V.1.1. Définition.....	72
V.1.2. Le mouvement brownien et la gravité.....	73
V.1.3. Interface minéral-solution.....	73
V.1.4. Les forces dans une suspension.....	76
V.1.5. Adjuvant : cas des polymères.....	82
V.1.6. Mesures de potentiel électrocinétique des systèmes.....	83

Partie expérimentale

INTRODUCTION	84
Chapitre I : MATERIELS ET METHODES	85
I.1. Matériels utilisés.....	85
I.2. Méthodes et caractérisation des matériaux.....	86
I.2.1. La bentonite.....	86
I.2.2. Caractérisation des cuttings et des carottes.....	88
I.3. Les polymères.....	91
Chapitre II : ETUDE DE L'EFFET DES POLYMERES SUR LES PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES ET RHEOLOGIQUE	93
II.1. Caractéristiques rhéologiques et physico-chimiques des solutions de polymères.....	93
II.1.1. Solutions de xanthane.....	93
II.1.2. Solution de PAC.....	96
II.1.3. Solution de PHPA.....	99

Chapitre III : EFFET DU KCl SUR LES PROPRIETES RHEOLOGIQUES	102
III.1. Influence du KCl sur la rhéologie.....	102
III.1.1. Solutions de xanthane (2 g/l) + KCl.....	103
III.1.2. Solutions de PAC (10 g/l) + KCl.....	104
III.1.3. Solutions de XCD (2g/l) + PAC (10g/l) + KCl.....	106
III.1.4. Suspensions de Bentonite.....	107
III.1.5. Suspensions de bentonite cas du KCl.....	109
Chapitre IV : ETUDE DES CARACTERISTIQUES PHYSICO-CHIMIQUES ET RHEOLOGIQUES DES FLUIDES DE FORAGE	111
IV.1. Caractéristiques physico-chimiques et rhéologiques des fluides de forage.....	111
IV.1.1. Fluide de forage bentonitique sans KCl.....	111
IV.1.2. Fluide de forage bentonitique avec KCl.....	113
IV.1.3. Fluide de forage aux polymères sans bentonite.....	114
Chapitre V : ETUDE DE LA FILTRATION DES MELANGE BENTONITE POLYMERES	119
V.1. Granulométrie LASER des mélanges bentonite – polymères.....	119
V.2. Test de déplacement.....	121
V.3. Test de dispersion.....	125
V.3. 1. Préparation des déblais.....	125
V.3.2. Procédure.....	125
V.3.3. Résultats	126
CONCLUSION GENERALE	131
Références bibliographiques.....	
Annexe A.....	i
Annexe B.....	vii

REMERCIEMENTS

Ce mémoire de magister a été réalisé au sein du Département de Génie des Matériaux et du Laboratoire des Matériaux Minéraux et Composite de la Faculté des Science de l'Ingénieur de l'Université de Boumerdès, et en collaboration avec la Direction Gisement/ Unité Technique Puits de la Division Centre de Recherche et de Développement de la société Sonatrach, Boumerdès.

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à Monsieur Abdelbaki BENMOUNAH, Maître de conférence, responsable du laboratoire de Rhéologie, du Laboratoire des Matériaux Minéraux et Composites (LMMC), Université de Boumerdès, pour avoir dirigé ce travail et également pour les encouragements qu'il n'a cessé de me prodiguer. Je suis heureux de pouvoir lui exprimer mes plus sincères remerciements.

Toute ma reconnaissance va à Monsieur Mohamed Khodja, Chef de groupe d'ingénieurs de la Division Centre de Recherche et de Développement (CRD) de Sonatrach, d'avoir proposé ce travail. Malgré ses multiples responsabilités il m'a fait l'honneur de suivre mon travail.

Je remercie l'ensemble des membres du jury. Mes sincères remerciements à Mr A. BALI, président de jury. Je suis extrêmement reconnaissant envers Mr R. BOUTEMEUR, Mr A. BOUCENNA et Mr A.MELLAK, pour avoir accepté d'être examinateurs de ce manuscrit.

Que Monsieur Karim Bekkour, Maître de conférences HDR à l'Université Louis Pasteur de Strasbourg et responsable du laboratoire de rhéologie, de l'Institut de Mécanique des Fluides et des Solides de Strasbourg trouve ici l'expression de toute ma gratitude pour l'accueil lors de mon passage dans son laboratoire, où j'ai appris le monde de la rhéologie et me suis familiarisé avec l'appareillage de pointe avec qui j'ai travaillé.

J'adresse mes remerciements à l'ensemble des enseignants du département Génie des matériaux en particulier Mr M. Saïdi chef de département pour l'aide précieuse qu'il m'a fournie au cours de ce travail. Je remercie particulièrement Mr Kheribet R. et Mr Safi B. pour leurs conseils et les corrections qu'ils ont apportés à ce manuscrit.

J'exprime tous mes remerciements à Mr Adel BENCHABANE pour l'aide qu'il m'a apportée lors de mon séjour à l'IMFS Strasbourg.

Mes remerciements vont également à tous les membres de l'équipe du service Technique de puits M. KARTOUT, A. MEKKIRI, R. HAMADOU et le regretté le défunt Oncle Hocine pour leur amitié et leur soutien durant toute la durée de l'élaboration de ce travail.

Liste des symboles

VA : viscosité apparente (cP)
VP : viscosité plastique (cP)
YP : yield point (contrainte seuil) (lb/100 ft²)
Gel 0 : Gel à 10 secondes (lb/100 ft²)
Gel 10 : Gel à 10 minutes (lb/100 ft²)
P : pression de formation (kgf/cm²)
h : profondeur de la couche traversée (m)
d : densité de la boue
V : volume du filtrat (cm³) ou (ml)
K : perméabilité du cake (mD)
t : temps (s)
 ΔP : pression différentielle (kgf/cm²)
A : surface (cm²)
 μ : viscosité (cP)
e : épaisseur du cake (1/12")
pb : phénophtaléine de la boue
pf : phénophtaléine du filtrat
Mf : Méthyle orange du filtrat
 τ : contrainte de cisaillement (Pa)
df : force de cisaillement (N)
ds : surface élémentaire (m²)
 γ : déformation de cisaillement
 γ' : vitesse de cisaillement (1/s)
 μ_a : viscosité apparente (Pa.s)
 ν : viscosité cinématique (m²/s)
 ρ : masse volumique du fluide (kg/m³)
 μ_{rel} : viscosité relative
 μ_{sp} : viscosité spécifique
[μ] : viscosité intrinsèque (l'inverse de la concentration)
 μ_s : viscosité du solvant (N.s/m²) ou (Pa.s)
 τ_B : contrainte seuil (Pa)
k : la consistance du fluide

n : indice d'écoulement
 ω : la pulsation
 λ : temps de relaxation (s)
 J : compliance
 G : relaxation
 ϕ : angle ($^{\circ}$)
 $G^*(\omega)$: module de rigidité complexe
 $G'(\omega)$: rigidité d'accumulation
 $G''(\omega)$: rigidité de dissipation
 $\mu^*(j\omega)$: viscosité complexe
 R : rayon du cône (mm)
 Ψ : angle que fait la génératrice du cône et le plateau ($^{\circ}$)
 ω_0 : vitesse de rotation
 L_0 : contribution intrinsèque
 L_e : contribution électrostatique
 L_p : longueur de persistance
 T_m : melting température
 c^* : concentration critique
 t_s : temps caractéristique de sédimentation
 r : rayon du colloïde.
 V_{stokes} : vitesse de sédimentation
 t_d : temps parcouru par agitation thermique
 D : coefficient de diffusion
 V_t : potentiel total
 A : constante de Hamaker
 C_i : concentration en ion
 Z_i : charge d'ion
 $V_{\text{élect}}$: potentiel d'interaction
 Ψ_s : potentiel de surface des particules
 ϵ_0 : permittivité du vide
 ϵ : constante diélectrique des particules
 K^{-1} : longueur de Debye
 ξ : potentiel zêta (mV)

Liste de figures :

Partie bibliographique

Figure I.1 : Schéma de circulation de la boue sur le site de forage

Figure I.2 : Les différentes zones de pénétration du fluide de forage en circulation

Figure II.1 : Forces agissant sur deux éléments de couches voisines.

Figure II.2 : Mouvement laminaire de cisaillement entre deux plans parallèles.

Figure II.3 : Courbes d'écoulement de fluides présentant une contrainte critique.

Figure II.4 : Schéma d'état de la matière en solution (a) avant et (b) après cisaillement.

Figure II.5: Courbe d'écoulement des principales catégories de fluides sans contrainte critique.

Figure II.6 : Boucles d'hystérésis de fluides thixotropes

Figure II.7: Représentation symbolique du comportement élastique du corps solide

Figure II.8: Représentation symbolique du comportement visqueux du liquide

Figure II.9 : Différentes types d'associations représentant les modèles

Figure III.1 : Schéma d'adsorption d'une chaîne de polymère sur une surface.

Figure III.2 : Structure primaire de la gomme xanthane.

Figure III.3 : Structure secondaire de la gomme xanthane à l'état solide.

Figure III.4 : Structure chimique du CMC.

Figure III.5 : Diminution des dimensions des chaînes du CMC dans un milieu salin.

Figure III. 6 : Structure chimique du polyacrylamide partiellement hydrolysé et sa forme de sel de sodium correspondante.

Figure III.7 : Les structures d'anion de silicate

Figure III.8 : La polymérisation du monomère de silicate de haut rapport fournit efficacement une barrière physique et chimique à l'invasion de filtrat et de particules.

Figure IV.1 : Représentation schématique d'un feuillet de phyllosilicate 2:1(smectite)

Figure IV.2 : Représentation schématique de la couche interfoliaire dans le cas de cations interfoliaires hydratés.

Figure IV.3 : Représentation schématique du gel à température ambiante (observé à -10°C).

Figure IV.4 : Modes d'association de particules dans des suspensions d'argile: (a) dispersés (b) face-face (c) face-bord (d) bord-bord

Figure V.1: Trois échelles caractéristiques dans une suspension.

Figure V.2 : (a) Structure de la double couche électrique diffuse a la surface d'une particule d'argile, et (b) distribution de la concentration en anions (n-) et les cations (n+) en fonction de la distance de la surface avec une concentration en bloc de no.

Figure V.3 : Représentation de la double couche électrique.

Figure V.4: Structure dispersée (gauche), faiblement floclée (milieu) ou fortement floclée d'une dispersion de particules.

Figure V.5: Potentiels d'interaction de surface en fonction de la distance à la surface.

Figure V.6 : Attraction des particules sous l'effet des forces de van der Waals

Figure V.7 : Répulsion des particules sous l'effet des forces électrostatiques

Figure V.8: Représentation schématique de l'évolution de l'énergie d'interaction entre deux particules en fonction de leur distance de séparation.

Figure V.9 : Zétamètre du type Zétasizer de Malvern

Partie Expérimentale

Figure I.1 : Image du Rhéomètre AR 2000.

Figure I.2 : Image microscopique de la bentonite de MAGHNIA

Figure I.3 : Image des carottes de roche réservoir

Figure II.1: Effet de la concentration de xanthane sur le potentiel zéta et le pH

Figure II.2: Effet de la concentration de xanthane sur la transmission et la viscosité

Figure II.3: Rhéogrammes des solutions de la gomme de xanthane.

Figure II.4: Viscosité de la gomme de xanthane en fonction du gradient de cisaillement

Figure II.5 : Effet de la concentration de PAC sur le potentiel zéta et le pH

Figure II.6 : Effet de la concentration de PAC sur la transmission et la viscosité

Figure II.7 : Rhéogrammes des solutions du PAC.

Figure II.8 : Viscosité du PAC en fonction du gradient de cisaillement

Figure II.9 : Effet de la concentration du PHPA sur le potentiel zéta et le pH

Figure II.10 : Rhéogrammes des solutions du PHPA

Figure II.11: Viscosité du PHPA en fonction du gradient de cisaillement

Figure III.1 : Rhéogrammes des solutions de la gomme de xanthane (0,2%) a différents taux de KCl.

Figure III.2 : Viscosité de la gomme de xanthane (0,2%) en fonction du gradient de cisaillement a différents taux de KCl.

Figure III.3 : Rhéogrammes des solutions du PAC (0,5%) a différents taux de KCl.

Figure III.4 : Viscosité du PAC (0,5%) en fonction du gradient de cisaillement a différents taux de KCl.

Figure III.5 : Rhéogrammes des solutions du XCD (0,2%) +PAC (1%) a différents taux de KCl.

Figure III.6 : Viscosités des solutions du XCD (0,2%) +PAC (1%) a différents taux de KCl.

Figure III.7: Effet de la concentration en bentonite sur le pH en fonction du temps de vieillissement

Figure III.8 : Effet de la concentration en bentonite sur le potentiel zêta en fonction du temps de vieillissement

Figure III.9 : Effet de la concentration en KCl sur le potentiel zêta de la bentonite dans le temps

Figure III.10 : Effet de la concentration en KCl sur le pH de la bentonite dans le temps

Figure IV.1 : Rhéogrammes de la boue au PHPA et son filtrat API.

Figure IV.2 : Rhéogrammes de la boue au Glycol et son filtrat API

Figure IV.3 : Rhéogrammes de la boue au Silicate et son filtrat API.

Figure V.1: Evolution de la granulométrie des mélanges Bentonite-Polymère

Figure V.2 : Figure du montage et de la procédure de préparation des pastilles pour filtration.

Figure V.3 : Cellule Hassler pour essais de déplacement (montage de déplacement)

Figure V.4 : Les différentes pastilles après plusieurs jours de séchage a l'air libre

Figure V.5 : Cinétique de filtration API des boues a base de polymères.

Figure V. 6: Pourcentage de récupération des déblais avec le système de boue au PHPA

Figure V. 7: Rhéogrammes des différentes boues au PHPA + Cuttings

Figure V. 8: Pourcentage de récupération des déblais avec le système de boue au Glycol

Figure V. 9: Rhéogrammes des différentes boues au Glycol + Cuttings

Figure V. 10 : Pourcentage de récupération des déblais avec le système de boue au silicate

Figure V. 11: Rhéogrammes des différentes boues au Silicate + Cuttings

Figure V. 12 : Pourcentage de récupération des différents déblais avec les différents systèmes de boues sur le tamis 0,800 μm

Liste des tableaux

Partie bibliographique

Tableau I.1: Les catégories des composants utilisés dans les fluides de forage.....	
Tableau II.1 : Quelques ordres de grandeur des valeurs de viscosité de différents matériaux à température ambiante.....	
Tableau II.2 : Modèles rhéologiques décrivant l'écoulement de fluides à contrainte critique (D'après Midoux, 1988).....	
Tableau III.1: Représentation schématique des structures de polymères.....	
Tableau V.1 : Constante de Hamaker de quelques milieux.....	

Partie Expérimentale

Tableau I.1: Caractéristiques de la bentonite.....	
Tableau I.2: Composition chimique de la bentonite.	
Tableau I.3: Minéraux en présence dans la bentonite.	
Tableau I.4: Composition minéralogique des échantillons de déblais du Turonien.....	
Tableau I.5 : Composition minéralogique des carottes de roche réservoir.....	
Tableau I.6: CEC des différents échantillons de roche, de déblais et d'argile.....	
Tableau IV.1: Formulation de boue bentonitique sans KCl.....	
Tableau IV.2: Caractéristiques de la boue bentonitique sans KCl.	
Tableau IV.3: Formulation de la boue bentonitique avec KCl.....	
Tableau IV.4: Caractéristiques de la boue bentonitique avec KCl.....	
Tableau IV.5: Formulation de la boue KCl / PHPA.....	
Tableau IV.6: Caractéristiques de la boue KCl / PHPA.....	
Tableau IV.7: Formulation de la boue KCl / Glycol.....	
Tableau IV.8: Caractéristiques de la boue KCl / Glycol.	
Tableau IV.9: Formulation de la boue KCl / Silicate.....	
Tableau IV.10: Caractéristiques de la boue KCl / Silicate.....	
Tableau V.1: Distribution granulométrique des cuttings.....	
Tableau V.2 : Résultats des tests d'endommagement par les boues aux polymères.....	
Tableau V.3 : Résultats des tests de déplacement de solutions de polymères a travers des pastilles de cuttings Turonien.....	

INTRODUCTION GENERALE

Le forage prend une part importante dans le développement des gisements et l'estimation des réserves pétrolières. Les problèmes rencontrés au cours des opérations de forage ont suscité un intérêt particulier de la part des compagnies pétrolières, des laboratoires spécialisés et de la communauté des chercheurs. En plus du défi technique pour la résolution des problèmes, on note l'importance du facteur économique, dont le coût des problèmes de forage rencontrés peut être estimée à plus de 10% du coût moyen d'un forage. L'instabilité des parois des puits est le facteur technique le plus significatif au cours du forage et l'une des sources affectant le coût du forage.

Sur le champ de Hassi Messaoud (HMD), les principaux types d'incidents de forage peuvent être de nature assez différentes principalement dans les intervalles du Sénonien Salifère, Turonien, Dogger Argileux et Lagunaire et du Cénomaniens. Il s'agit de bourrage avec chute d'avancement, maintien ou non de la circulation de boue, serrage ou non avec augmentation du couple pouvant aller jusqu'à blocage de la rotation,....Vis à vis de ces incidents de forage, les remèdes traditionnels font appel à l'augmentation de la densité de la boue souvent efficace, ou bien l'utilisation de boue de forage inhibitrice ou boue à l'huile, cependant, ce type de fluide est contraint à des problèmes d'environnement et de réglementation.

Actuellement, les contraintes liées à la protection de l'environnement sont de plus en plus rigoureuses, en particulier vis-à-vis des conditions de rejet des déblais de forage pétroliers en mer ou sur terre. De plus, de nombreuses controverses existent quant à la persistance de certaines substances utilisées dans la formulation des fluides de forage. Il est donc nécessaire de disposer d'une argumentation fiable pour, non seulement répondre aux exigences de gestion des déblais, mais aussi contribuer à l'obtention de fluides de forage. Plus performants du point de vue rhéologique et en causant moins de dommages à l'environnement en permettant une régénération rapide des sites.

Par ailleurs la connaissance des propriétés rhéologiques et de filtration des fluides de forage qui sont d'une importance capitale pour la réussite de l'opération de forage, vont faciliter le passage de l'outil de forage à travers les différentes couches de la formation géologique, la boue de forage doit tout d'abord créer une pression hydrostatique permettant d'assurer la stabilité des parois forées et empêcher les venues des fluides provenant des nappes souterraines traversées. Elle doit également former un "cake" pour limiter la

filtration vers la parois poreuse et permettre de faire remonter à la surface les déblais de la roche broyée par le trépan et assurer leur maintien en suspension lors de l'arrêt des opérations de forage par sa capacité de former une structure tridimensionnelle au repos.

Pour cela, et afin de répondre à ces exigences, le choix de fluides de forage doit satisfaire, d'une part, aux principaux paramètres rhéologiques de ce fluide et, d'autre part, aux propriétés physico-chimiques tel que le filtrat, la densité, tout en tenant compte des différents inhibiteurs utilisés lors de la traversée des zones sensibles.

La présente étude a pour objectif l'élaboration, la caractérisation physico-chimique, rhéologique des formulations de boue à base de polymère biodégradable : la gomme de xanthane et d'autres polymères tel que le polyanionique cellulose (PAC), le polyacrylamide partiellement hydrolysé (PHPA), en présence de bentonite en tant que viscosifiant minéral. Ce travail est complété par une étude des propriétés de filtration et d'inhibition des formations traversées.

Ce travail est divisé en deux grandes parties : une partie bibliographique et une partie expérimentale.

I : La partie bibliographique comporte cinq chapitres :

- Le premier chapitre traitera des généralités sur les différents types de fluides, ses fonctions ainsi que les principales propriétés des fluides de forage.
- Le deuxième chapitre sera consacré à la notion de rhéologie des fluides et aux principaux paramètres rhéologiques des fluides de forage, qui fait appel à diverses disciplines scientifiques (chimie, physique, et mécanique). On abordera les lois de comportement rhéologique des fluides ainsi que les techniques récentes de rhéométrie qui seront incluses dans ce chapitre.
- Dans le troisième chapitre, nous aborderons la microstructure des argiles, principalement la bentonite, son hydratation, ses propriétés de gonflement et de dispersion ainsi que les interactions physico-chimiques du système bentonite – eau.
- Dans le chapitre quatre, nous présenterons les différents polymères utilisés, leur rôle dans les fluides de forage ainsi que leur comportement en écoulement.
- Et nous terminerons par le chapitre cinq qui sera consacré à l'analyse du comportement physico-chimique et électrocinétique des suspensions de polymères et de bentonite,

notamment, les interactions électrocinétiques entre particules dans le système bentonite – eau – polymère.

II : *Partie expérimentale* : elle est répartie en cinq chapitres.

- Le premier chapitre mettra l'accent sur la caractérisation des matériaux et matériel utilisés durant la réalisation des essais. Les caractéristiques chimiques, physiques, le test de conformité de la bentonite ; ainsi que les caractéristiques des déblais de forage et des polymères utilisés y seront introduits.

- Dans les chapitres deux et trois, nous procéderons à la description de l'ensemble des essais rhéologiques à l'aide du rhéomètre AR 2000. Les essais ont été réalisés sur des solutions de polymères seuls et combinés, selon un protocole expérimental prédéfini. Celle des boues complètes est effectuée suivant le mode opératoire donné par les normes API en vigueur tout en respectant le protocole d'essai et les conditions de continuité.

- Des essais physiques, sur la granulométrie, la turbidité, la stabilité, la dispersion et l'étude des propriétés de filtration de quelques échantillons de fluides sur des déblais issus des formations géologiques traversées au cours du forage.

- Le dernier chapitre comprendra une étude sur le phénomène physico-chimique et électrocinétique (Zétamétrie) sur les solutions de boues préparées.

Enfin, nous terminerons par une conclusion générale qui résume les principaux résultats obtenus durant cette étude, et qui met en évidence les avantages techniques et les intérêts économiques de l'utilisation des fluides de forage à base de polymères biodégradables pour le forage des puits. Elle ouvre également de nouvelles perspectives en terme des possibilités d'utilisation de ce type de fluide pour le forage du réservoir.

Chapitre I : LES FLUIDES DE FORAGE

Le forage pétrolier fait partie de l'ensemble des opérations nécessaires pour localiser et extraire de la roche réservoir les hydrocarbures présents dans le sous-sol. Plusieurs forages sont nécessaires pour aboutir à l'exploitation d'un gisement : forages d'exploitation pour confirmer la présence d'hydrocarbures, forages d'évaluation qui permettent d'estimer la viabilité économique du développement, et enfin les puits de développement qui aboutissent à la mise en production [1].

Le succès d'une opération de forage est assuré par plusieurs facteurs dont le choix du fluides de forage lesquels sont classés dans la famille des fluides complexes du fait de leur nature même (ces fluides peuvent être des émulsions/suspensions de divers constituants) dont les fonctions sont multiples (refroidir et lubrifier l'outil au cours du forage, maintenir les parois du puits, maintenir les déblais en suspension, assurer la remontée des déblais, ...). La connaissance et le contrôle des propriétés rhéologiques des fluides de forage ont donc une incidence majeure sur le bon déroulement d'une opération de forage. Ces fluides appelés classiquement « boues » présentent un comportement non newtonien ; ils sont habituellement rhéofluidifiants, thixotropes et fortement thermodépendants, et ceci à différents niveaux suivant le type de boue et les conditions d'utilisation [1] [2].

I.1. Généralités Sur les fluides de forage.

Depuis le siècle dernier, le développement des exploitations pétrolières s'avère d'une grande importance d'exploitation d'un gisement pétrolier nécessite plusieurs opérations ; [2]

- Localisation de la roche réservoir et confirmation de la présence des hydrocarbures.
- Evaluation de la viabilité économique du développement.
- Le forage et la mise en production des puits de pétrole et de gaz.

Par ailleurs, le succès d'une opération de forage est assuré en grande partie par le bon choix du fluide de forage.

Dans ce chapitre, nous présenterons les principaux rôles et caractéristiques des fluides de forage.

I.2. Définition d'un fluide de forage.

Un fluide de forage ou boue de forage est un système composé de différentes combinaisons liquides (eau, huile, ...), gazeuses (air ou gaz naturel) contenant en suspension une phase solide (argile, déblais, ciments, ...). C'est un fluide non newtonien, visqueux ou viscoélastiques, le plus souvent thixotrope [3].

I.3. Les fonctions du fluide de forage.

La plupart des manuels de fluide de forage listent entre 10 à 20 fonctions que le fluide de forage exécute tout en forant un puits [4]. En général, les principaux rôles du fluide de forage sont :

- Assurer la remontée des déblais du fond du puits jusqu'à la surface grâce à la circulation d'un fluide visqueux dans l'espace annulaire.
- Maintenir les déblais en suspensions lors d'un arrêt de circulation dans le but d'empêcher la sédimentation des déblais grâce à la nature thixotropique du fluide afin de redémarrer le forage sans coincement.
- Refroidir et lubrifier l'outil pour éviter l'usure rapide des pièces métalliques en mouvement.
- Maintenir les parois du puits en raison de la pression hydrostatique exercée par le fluide en écoulement qui est en général supérieure à la pression des formations forées, ce qui permet d'empêcher la déstabilisation des terrains et de contrôler la venue des fluides de formation traversée.

Du fait de cette différence de pression, le fluide va filtrer dans les formations perméables et dépose un film sur la paroi appelé «cake de filtration». Ce gâteau permet de réduire la perméabilité des parois et d'isoler le fluide de forage de la formation à moins que ce film ne devienne pas épais afin d'éviter une diminution du diamètre nominal du trou et un risque de coincement de l'outil.

- Remonter les informations géologiques sur les formations traversées lors du forage en raison de l'évolution des propriétés physico-chimiques du fluide (température, pH, teneur en gaz, chlore, ...).
- Enfin, la boue ne doit pas être corrosive ni abrasive pour l'équipement, ni toxique ou dangereuse pour le personnel et ne risque pas de provoquer des incendies.

I.4. Circulation du fluide de forage.

La boue de forage est en circulation continue durant toute la durée du forage aussi bien dans le sondage qu'en surface.

Le fluide est préparé dans les bacs à boues ; il est injecté à l'intérieur des tiges jusqu'à l'outil, ensuite, il remonte par l'espace annulaire chargé de déblais formés au front de taille.

A la sortie du puits, il subit divers traitement, (tamisage, dilution, ajout de produit, ...) de telle façon à éliminer les déblais transportés et à réajuster ses caractéristiques physico-chimiques et rhéologiques par rapport aux valeurs importantes (avant injection) [5].

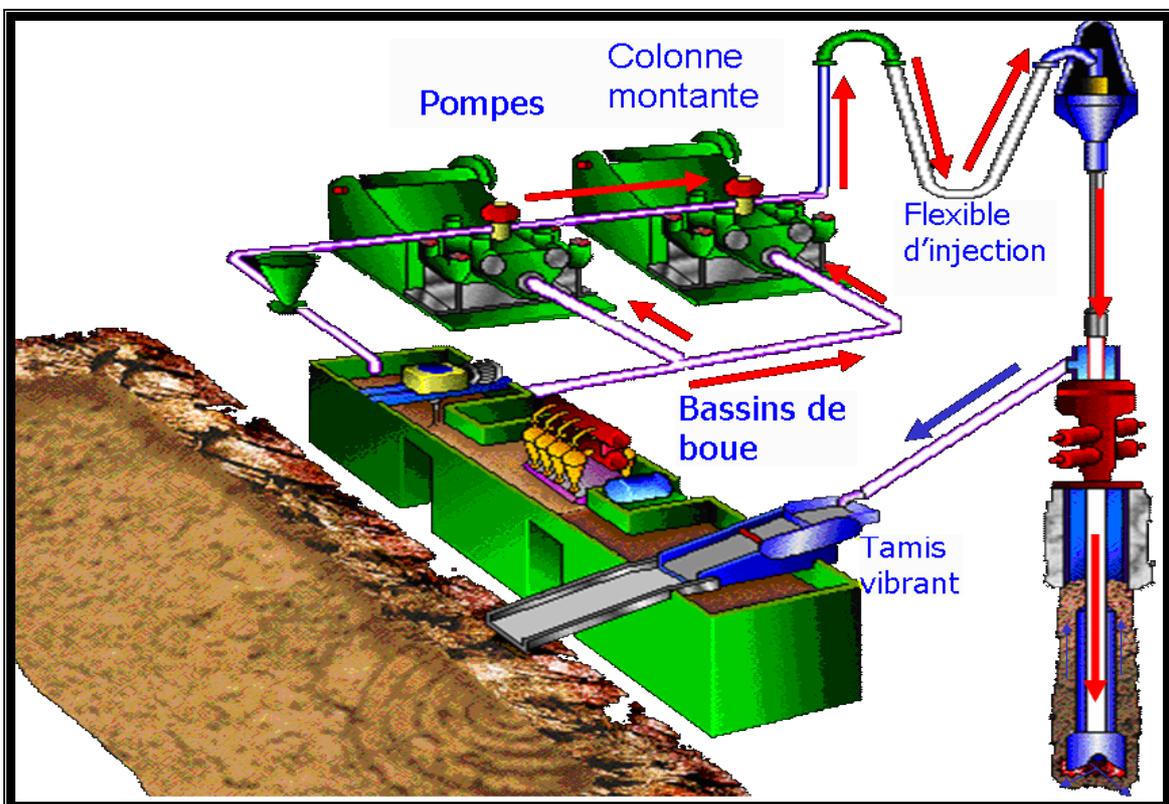


Figure I.1 : Schéma de circulation de la boue sur le site de forage [6].

I.5. Classification des fluides de forage.

Traditionnellement, les fluides de forage sont classés en trois catégories en accord avec le fluide de base utilisé dans leur préparation. C'est à dire: l'air, l'eau et l'huile. [4]

I.5.1. Les fluides à base d'huile.

Les boues à l'huile sont choisies pour leur stabilité à des hautes températures, lubrification et attributs stabilisants le trou de puits, bien qu'elles aient des propriétés particulières, il est difficile de les assurer qu'avec des boues à l'eau, leur utilisation occasionnent quelques difficultés, tels que la manipulation spéciale et les problèmes environnementaux. [4]

Les boues à base d'huile sont des émulsions inverses dont la phase continue est une huile organique ou minérale (pétrole brut, gaz oil, ...) et la phase dispersée (discontinue) est une solution aqueuse de 50% en volume au maximum qui garde l'avantage d'une phase externe constituée par l'huile [7]. Des agents viscosifiants, émulsifiants, stabilisants, fluidifiants et alourdissants sont alors additionnés. Ces fluides présentent une insensibilité aux contaminants (NaCl, KCl, argile, ...), une réduction du frottement de la garniture sur les parois du puits et un endommagement limité de la formation, d'où une meilleure productivité, à moins qu'ils posent des problèmes écologiques (pollution), ils peuvent contaminer le laitier de ciment et ils sont très coûteux.

Actuellement, des fluides à base d'huile non toxique (huiles végétales) sont de plus en plus utilisés ainsi que les fluides à base d'eau.

I.5.2. Les fluides à base d'eau.

Ces fluides sont les plus utilisés dans le domaine du forage. Ils sont généralement constitués par des suspensions d'argile (bentonite, ...), des solides inertes (carbonates, ...) dont les caractéristiques rhéologiques sont corrigées par addition de polymères viscosifiants (Xanthane, ...). Des réducteurs de filtrat entre également dans la composition (carboxyméthylcellulose, polymères synthétiques) [5].

Ces fluides sont moins coûteux et moins polluants; cependant, la dégradation thermique des polymères utilisés dans ces formulations présente un inconvénient majeur

pour le bon déroulement d'une opération de forage (domaine de stabilité thermique du xanthane 120 °C – 138 °C).

Il est possible de classer ce type de fluides en trois catégories :

- Boues douces (boues bentonitiques) ;
- Boues salées.
- Boues salées saturées.

I.5.3. Les fluides de forage gazeux.

Ce sont des fluides dont la phase continue est du gaz mélangé avec de l'eau en proportions variables provenant de la formation traversée (inévitablement) ou ajoutés intentionnellement. Le gaz peut être de l'air, du gaz naturel, de la mousse ou du brouillard [8].

I.6. Composition des fluides de forage.

Le choix de la formulation à utiliser va dépendre de la formation rocheuse à traverser, des contraintes environnementales et économiques ainsi que des possibilités d'approvisionnement sur place des produits à boue. Différentes formulations peuvent être utilisées sur un même forage selon les couches géologiques traversées. Les boues à l'huile donnent généralement de meilleurs résultats (meilleures lubrifications, minimisation de l'endommagement des formations productrices, résistances aux hautes températures) mais sont généralement plus chères et posent des problèmes écologiques.

I.6.1. Les composants de la boue de forage et leur rôle.

Les propriétés que l'on exige des boues de forage sont multiples et peuvent parfois même être contradictoires. Les boues doivent, par exemple, être très visqueuses pour assurer la remontée des déblais, mais la viscosité ne doit pas être trop élevée afin de diminuer les pertes de charge dues à l'écoulement et éviter la fracturation de la formation. De nombreux composants multi-fonction sont donc ajoutés à la boue pour obtenir les propriétés désirées.

Il est possible de classer grossièrement ces composants en 20 catégories [9] représentées dans le tableau I.1 :

Tableau I.1: Les catégories des composants utilisés dans les fluides de forage

1	Contrôleur d'alcalinité	11	Lubrifiant
2	Bacéricides	12	«Décoiçant »
3	Anti-calcium	13	Inhibiteur de gonflement des argiles
4	Inhibiteur de corrosion	14	Produits facilitant la séparation
5	Anti-mousse	15	Stabilisateur haute température
6	Agent moussant	16	Défloculant
7	Emulsifiant	17	Viscosifiant
8	Réducteur de filtrat	18	Alourdissant
9	Floculant	19	Fluide de base aqueux (saumure)
10	Colmatant	20	Fluide de base oléagineux

On peut trouver, par exemple, dans la famille des viscosifiants des argiles (Bentonites, organophiles) et de polymères : PAC, HEC, Biopolymères (Xanthane, Guar) ; pour les allourdissants : de la bartyne ($BaSO_4$) ou de Carbonate ($CaCO_3$), pour les réducteurs de filtrat (servant à consolider le cake de filtration pour limiter l'invasion par le filtrat) : des amidons, des CMC ou des résines, pour les inhibiteurs de gonflement : des argiles, du KCl, du Glycérol et divers polymères, et enfin, pour les colmatants, il est possible de trouver des additifs exotiques comme des granuleux (Coquilles de noix), des fibreux (fibres de bois, Canne à sucre), des lamellaires (Coquilles d'huîtres, céréales) [10][11].

I.6.2. Formulation des boues de forage.

Les boues de forage sont donc des formulations extrêmement complexes comprenant des additifs de fonctions multiples. Pour éviter des problèmes de reproductibilité sur chantier, la profession a normalisé la préparation et la caractérisation des fluides de forage par les normes éditées par l'API (American Petroleum Institute), pour la formulation sur site et au laboratoire pour la caractérisation des propriétés. La formulation proprement dite de la boue est optimisée (généralement par le fournisseur des produits), le temps et l'ordre d'agitation de chaque produit étant défini. Au laboratoire, sont utilisés des agitateurs normalisés (exemple, Hamilton Beach mixer pour les boues à base d'eau) alors que sur site, le mélange se fait dans des bacs à boues soumis à agitation.

Chaque formulation spécifique est caractérisée et optimisée en laboratoire avant d'être utilisée, toutefois, la boue subit, au cours de sa circulation dans le puits, de nombreuses contraintes et peut être affectée par des évènements liés au forage (venues d'eau, venues de gaz...); il est donc important de contrôler les propriétés en cours de forage et en particulier les propriétés rhéologiques, à savoir, la viscosité et la yield point.

I.6.3. Contrôle et caractérisation des propriétés.

Tout comme la formulation des boues, le contrôle et la caractérisation des boues de forage sont réalisés selon des normes précises éditées par l'API. Là aussi, il faut employer un appareillage spécifique et des protocoles particuliers. Certaines mesures sont réalisées systématiquement sur tous les forages (viscosité, densité, filtration) et d'autres, selon le coût et les possibilités du forage (taux de gaz, alcalinité). Sur site, un responsable boue (appelé le « boueux ») est chargé du contrôle de la qualité de la boue. A partir des mesures réalisées et de ses connaissances, il corrige, si nécessaire, la composition de la boue en « temps réel » en ajoutant certains produits ou en reformulant la boue. Les outils disponibles pour contrôler sur site la rhéologie de la boue sont de deux types : tout d'abord, un outil encore très largement utilisé est le viscosimètre Marsh ; le deuxième type d'appareil utilisé sur chantier est un rhéomètre rotatif FANN 35 réalisant une mesure de contrainte pour 2 ou 6 valeurs du cisaillement selon les appareils. A partir de ces mesures, les normes API imposent de calculer trois paramètres correspondant à un modèle de Bingham : VP (viscosité plastique), YP (contrainte seuil) et VA (viscosité apparente). Deux autres mesures sont réalisées afin de caractériser la « thixotropie » de la boue : Gel0 et Gel10 qui sont des mesures de contrainte à très faible vitesse normalisée après, respectivement, 10 secondes et 10 minutes de repos. Ces mesures sont nécessaires et doivent être réalisées si on envisage une application au chantier pour une formulation de boue.

Les conditions existantes sur site doivent être prises en compte lors du contrôle des propriétés et posent des difficultés supplémentaires. Deux exemples peuvent être donnés : tout d'abord, l'information tirée de la mesure est une information « retardée ». En effet, la boue circule dans le puits et une modification éventuelle de la rhéologie du fluide dans le puits ne sera détectée qu'au moment de la mesure en surface, il faut donc prendre en compte ce temps de remontée de la boue. D'autre part, la circulation dans le puits impose des valeurs élevées de pression et de température. Il est donc nécessaire de mesure ou de

prévoir la rhéologie des fluides aux hautes températures et pressions ainsi que la tenue des additifs soumis à ces conditions [3].

I.6.4. Paramètres physiques et chimiques.

La viscosité est la principale propriété des boues de forage, mais la densité est la seconde. Dans l'opération de forage, la pression au fond du trou doit être contrôlée soigneusement. La pression dans le puits doit excéder la pression des formations géologiques et ne doit pas aller au-dessus de la pression de rupture des différentes roches forées. En dessous de cette gamme de pression, les venues de fluide ou de gaz peuvent endommager l'opération de forage, et au-dessus d'elle, les pertes de boue ou l'instabilité mécanique du puits pourrait se produire. Un produit sous forme de poudre (barytine ou calcaire) est ainsi employé comme matière de charge. Le mélange ou la dilution permet une commande précise de sa valeur.

A cause de cette pression de contre-balancement en conditions normales de forage, une diffusion du fluide dans les milieux poreux est possible. Pour diminuer autant que possible cette invasion, un produit de filtration appelée cake est formée sur les parois du trou foré. Ce film doit être de perméabilité faible et doit être facilement enlevé quand les opérations de cimentage ou d'accomplissement se produisent [11].

a). La densité.

La densité est un paramètre important des boues de forage. Elle doit être suffisamment élevée pour contrebalancer la pression exercée par les venues d'eau, d'huile et de gaz et par conséquent les éruptions. Il ne faut pas également qu'elle dépasse la limite de résistance des parois du puits (formations traversées) pour ne pas les fracturer et pour ne pas avoir une perte de boue au cours de sa circulation.

La boue exerce une pression sur les parois du puits donnée par l'expression suivante [12] :

$$P = \frac{h \cdot d}{10}$$

où :

P : Pression de la formation ; en Kgf/cm²

h : Profondeur de la couche traversé ; en m

d : Densité de la boue.

10 : Pesanteur.

b). La filtration.**b).1. Principe fondamental de la filtration.**

Les fluides de forage sont des suspensions composées d'une phase liquide et des particules solides. La filtration se réfère à la phase liquide du fluide de forage forcé à traverser la formation perméable causé par la différence de pression. Durant ce processus les particules solides sont retenues à la surface de la paroi, formant un cake de filtration. La perméabilité c'est la capacité d'un fluide à s'écouler a travers une formation poreuse.

Les systèmes de boue doivent être conçus pour sceller les zones perméables aussi vite que possible avec des cakes lisses et minces. Dans les formations de haute perméabilité avec de larges pores, toute la boue pourrait envahir la formation (selon la taille des particules solides de la boue). Dans de telles situations des agents de liaisons doivent être utilisés pour arrêter les pertes de boue. La taille des agents de liaisons doit être la moitié de la taille des pores de la formation. On peut citer dans cette gamme, les carbonates de calcium, les dérivées de la cellulose et une large variété d'autres matériaux réducteurs de filtrat.

Deux sortes de filtrations ont lieu pendant le forage : la filtration statique pendant arrêt de la circulation du fluide, et la filtration dynamique au cours de la circulation du fluide qui entraîne une érosion du cake formé. Le volume du filtrat est fonction :

De la nature de la formation ;

- Du temps ;
- De la pression différentielle ;
- De la viscosité du fluide ;
- De la température ;
- De la distribution en taille des particules.

Les propriétés de filtration des fluides de forage sont évaluées et contrôlées par des tests API. Ce sont des tests en régime statique utilisant un filtre presse standardisé. Ces testes peuvent être réalisées à hautes pressions et hautes températures.

De nombreux travaux et études ont été sur la filtration et l'évolution de ses paramètres sous différentes conditions inhérentes au forage.

- **La filtration statique.**

Le processus de filtration statique des suspensions classiques des particules solides dans un liquide est d'une manière générale bien connu ; (Fergusson et Klotz, 1954), (Glen et Slussers, 1957) ont étudié plus particulièrement le cas des boues de forage.

Fergusson et Klotz ont montré que la filtration de ces fluides ne suit qu'en partie la théorie classique résumée comme suit :

$$V = K.t^{1/2}$$

Avec :

V : volume filtré de liquide (cm³/s);

K : perméabilité du cake (1 darcy = 1μm²);

t : temps mesuré du début de la filtration (s).

Equation de la filtration.

Lors de la filtration statique, le cake s'épaissit continuellement au cours du processus. D'après la loi de Darcy, la vitesse de filtration à travers un cake de porosité donnée par approximation est de la forme suivante :

$$dV/dt = K.\Delta P/\mu.e.A$$

ou :

ΔP : pression (Kgf/cm²);

A : surface (cm²) ;

μ : viscosité (cP) ;

V : volume filtré pendant un temps (cm³/s) ;

e : épaisseur du cake après un temps (cm) ;

t : temps (s) ;

K : perméabilité du cake (1 darcy = 1μm²).

- **La filtration dynamique.**

La filtration dynamique est nettement différente de la filtration statique, souvent avec des taux de filtration plus considérables. Il n'existe aucune corrélation directe entre les mesures de filtration statique API, HTHP et la filtration dynamique.

Aussitôt que le trépan est en contact avec une roche perméable, que la filtration dynamique débute [12].

b).2. Rôle du filtrat.

Le filtrat est d'une importance capitale dans le forage d'un puits ; il doit être suffisamment élevée pour augmenter la vitesse d'avancement, suffisamment bas pour ne pas déliter ou faire gonfler les formations argileuses et marneuses et pour éviter les coulages du matériel tubulaire en face des zones perméables (calcaire, dolomie, grès, etc.). Il ne doit pas envahir les formations productives, car il peut occasionner des émulsions avec l'huile en place ou modifier la porosité et la perméabilité de ses formations et fixer le filtrat que doit posséder la boue est un problème délicat qui nécessite une grande connaissance des problèmes et des objectifs de forage.

c). Le pH.

Une solution aqueuse peut contenir divers ions ; elle possède toujours une plus ou moins grande quantité, d'ions H^+ et OH^- dissociés.

Pratiquement, le pH des boues de forage couramment utilisées varie entre 6 et 13,5. Les boues dont le pH est inférieur à 10,5 sont dites à bas pH, celles dont le pH est supérieur à 10,5 sont dites à pH élevé.

Le pH est mesuré :

- soit par une méthode colorimétrie (papier pH ou indicateurs colorés) ;
- soit par une méthode électrométrique (pH-mètre), au moyen d'électrodes en verre.

d). L'alcalinité.

La mesure du pH est insuffisante pour permettre un bon contrôle des propriétés de la boue de forage. Elle est d'ailleurs parfois difficilement à contrôler, surtout aux pH élevés, car elle manque de sensibilité.

Une mesure complémentaire s'avère nécessaire, c'est celle des alcalinités. Lorsque le pH apporte la concentration en ions H^+ (ou OH^-) libres, la mesure des alcalinités donne les concentrations en bases solubles ou insolubles. Dans les boues de forages, ces bases sont principalement des carbonates, bicarbonates et hydroxydes et à un degré moindre, les silicates, les phosphates, les aluminates et les bases organiques.

Trois alcalinités sont mesurées en pratique : pb, pf, Mf ; où b signifie boue, f filtrat, p phénolphtaléine, M méthylorange ; le virage à la phénolphtaléine se produit à pH égale à 8,2 et celui du méthylorange est de 4,2.

- **L'alcalinité pb.**

C'est la quantité d'acide H_2SO_4 , N/50 nécessaire pour neutraliser 1 cm^3 de boue, diluer avec de l'eau distillée. Le dosage doit être très rapide, car ce dosage a pour but de déterminer la teneur de la boue en $Ca(OH)_2$, souvent, en présence de carbonates.

- **L'alcalinité pf et Mf.**

Elle est déterminée de la même façon que l'alcalinité pb, sauf qu'on utilise 1 cm^3 de filtrat de la même boue. Une boue à l'amidon, à pH élevé, doit effectivement contenir des ions OH^- . C'est une garantie contre la fermentation de l'amidon.

e). Paramètres rhéologiques.

La connaissance du comportement rhéologique des boues de forage est d'une importance capitale pour bien cerner tout son écoulement et pour savoir par quelle loi rhéologique cette boue est elle régie. La loi la plus simple du comportement est représentée par le modèle dit newtonien, tandis que les autres types de fluides sont qualifiés de non newtoniens. Les caractéristiques les plus recherchées par l'étude rhéologiques sont :

e).1. La viscosité plastique (VP).

Elle dépend avant tout de la teneur en solides contenus dans la boue. Une augmentation de viscosité plastique ne pourra être donc combattue que par l'élimination des solides. Par ailleurs, la viscosité plastique est également liée à la taille des particules, et à leur forme.

$$VA = L_{600} / 2 \text{ (cP)}$$

$$VP = L_{600} - L_{300} \text{ (cP)}$$

e).2. La contrainte seuil ou « Yield value » (YP).

Les solides présents dans la boue de forage influencent un autre paramètre autre que la viscosité plastique ; c'est la contrainte seuil plus connus sous le nom de yield value ou yield point. La contrainte seuil est la mesure de résistance initiale à franchir pour que le fluide s'écoule. Cette résistance est due aux forces électrostatiques attractives localisées sur ou près de la surface des particules. C'est une mesure dynamique. La contrainte seuil dépend des types des solides présents, de leurs charges de surface, respectives, de la concentration de ces solides, du type et la concentration des autres ions ou sels qui peuvent être présents.

$$YP = L_{300} - V_p \text{ (lb/100ft}^2\text{)}$$

L_{600} et L_{300} sont les lectures respectives à 600 rpm et 300 rpm sur le rhéomètre FANN 35.

e).3. Gels.

Une boue de forage laissé au repos édifie progressivement une structure qui augmente sa rigidité et qui peut être réduite par agitation. On appelle thixotropie le fait que ce phénomène soit réversible et non instantané.

Le caractère thixotropique d'une boue est évalué en mesurant d'une part le gel 0 et d'autre part le couple après un repos de la boue de 10 min, ce qui est appelé le gel 10.

Le gel 0 varie pratiquement comme la viscosité plastique et le gel 10 comme la contrainte seuil avec cependant, pour ce dernier, une sensibilité particulière au traitement chimique.

- **Le gel 0.** Il représente la résistance du gel aussitôt après agitation de la boue. Il est mesuré à l'aide du viscosimètre du type FANN35 à une vitesse de 3 tr/min. il est exprimé en lb/100ft².
- **Le gel 10.** Il représente la résistance du gel après un repos de la boue de 10 minutes, la mesure est faite de la même manière que pour le gel 0. Il est exprimé en lb/100ft².

I.7. Filtration et endommagement des formations.

La connaissance des causes et l'importance du phénomène de colmatage des abords du puits par la boue de forage présente un intérêt évident. En effet, elle doit permettre, dans la mesure du possible de prévenir l'endommagement catastrophique, par le choix d'un fluide adéquat et de conditions de mise en œuvre convenable.

Nous rappelons ici que concernant le colmatage, les facteurs à prendre en compte sont liés :

- A la roche (perméabilité, porosité, répartition des pores, nature minéralogique, mouillabilité) ;
- Aux fluides qu'elle contient (nature, propriétés chimiques, caractéristiques physico-chimiques, pression, température) ;
- A la boue elle-même (composition, caractérisation rhéologiques) et à ses éléments de filtration, au cake (épaisseur, perméabilité, résistance mécanique, grosseur des particules) et au filtrat (nature, propriétés chimiques et physico-chimiques).

Lorsque le fluide de forage se trouve en contact avec une surface nouvellement foré, il pénètre immédiatement dans celle-ci. Puis, la pénétration étant limitée, certains pores sont obstrués par des particules en suspension dans le fluide et celles résultant du broyage de la roche par l'outil, c'est-à-dire, lors de formation du cake interne. Cette obstruction dépend des dimensions relatives du pore et de la particule.

- Si cette dernière est plus grande que l'ouverture du pore, elle est balayée par le courant du fluide de forage ;
- Si elle est petite par rapport à l'ouverture, elle pénètre librement dans le pore ; si elle possède une certaine dimension critique, elle s'agglutine à d'autres particules dans le goulot d'étranglement que constitue l'entrée du pore et l'obstrue ;
- Il est évident que la formation du cake interne dépend des caractéristiques du milieu filtrant.
- Des particules de dimensions comprises entre :
 - a. Une valeur légèrement inférieure à l'ouverture de pores les plus larges ;
 - b. Une valeur égale à environ le tiers de cette ouverture.
- Des particules plus petites atteignant le domaine colloïdal susceptible de boucher les pores les plus fins et les interstices entre les fractions les plus grossières déjà déposées.

L'obstruction du milieu poreux est d'autant plus rapide que la concentration en particules susceptible, de la provoquer est plus élevée.

Une fois l'obstruction amorcée, les éléments les plus fins sont à leur tour retenus. Seule la phase liquide envahit la formation, tandis que la phase solide se dépose à l'extérieure, le long de la paroi, en constituant le cake externe.

Comme le montre la figure I.2, différentes zones peuvent être distinguées du puits vers la formation :

- Le cake externe qui tapisse la paroi ;
- Le cake interne qui s'étend sur une épaisseur équivalente à quelques diamètres des grains ;
- La zone envahie par le filtrat lors de la pénétration immédiate.

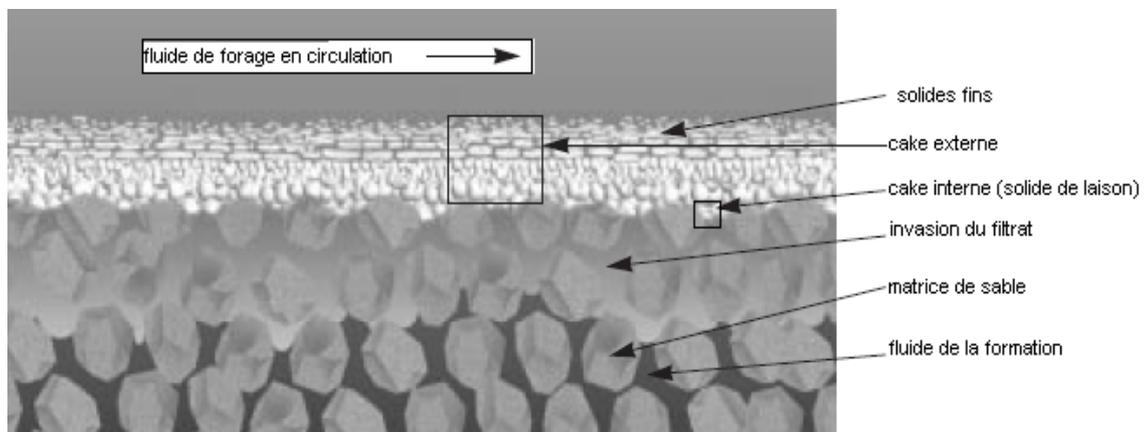


Figure I.2 : Les différentes zones de pénétration du fluide de forage en circulation [12]

Un des paramètres critiques pour la prédiction de l'invasion de la formation par la boue est la perméabilité du cake et sa variation avec la pression. Des tests de filtration dynamique sur roche réalisés avec des boues à base d'eau, montrent que :

- La formation d'un cake de faible perméabilité sur la paroi est importante pour prévenir une invasion de la formation par les particules solides et le filtrat, et obtenir un minimum d'endommagement ;
- L'épaisseur du cake externe dépend de la viscosité de la suspension, du taux de cisaillement et de la perméabilité de la roche ;
- Au tout début de la filtration, avant que le cake ne soit formé, le filtrat est contrôlé par la perméabilité de la roche. La force responsable de l'adhésion des particules à la surface est fonction de la vitesse de filtration. Si le milieu filtrant a une très faible perméabilité, il est possible que le taux de filtration soit si faible, qu'aucune

particule ne puisse se déposer. Dans ce cas, aucun cake externe ne sera formé et le flux de filtrat sera directement contrôlé par le milieu filtrant. On peut donc parler d'une perméabilité critique de la roche en dessous de laquelle aucun cake externe ne peut être formé pour un taux de cisaillement donné. En général, cette perméabilité critique se situe entre 0,1 et 1 mD.

De la même façon, quand la perméabilité de la roche est très grande, il n'y a pas, non plus, de formation de cake externe.

La perméabilité critique est considérée réduite quand la pression différentielle augmente. Cela peut être particulièrement utile si l'on veut limiter l'invasion d'un milieu par les particules solides.

Il existe également une pression différentielle critique en dessous de laquelle aucun cake ne se forme, ce qui résulte en une invasion plus profonde du milieu par les particules solides et le filtrat. Cette influence est marquée pour les roches de faible perméabilité ($K < 1 \text{ mD}$).

Lors des opérations de forage, une différence de pression, juste supérieure à la pression différentielle critique, peut assurer la formation d'un cake externe et entraîner une invasion minimale de la formation par le fluide.

Chapitre II : LA RHEOLOGIE DES FLUIDES DE FORAGE

Etymologiquement, la rhéologie est une discipline qui traite de l'écoulement et des déformations des matériaux sous l'action de contraintes. La rhéologie a été développée pour décrire les propriétés de matériaux au comportement mal défini et intermédiaire entre celui du solide élastique parfait et celui du fluide newtonien. Le chapitre qui suit vise à définir les principaux paramètres rhéologiques ainsi que les différents types d'écoulement des fluides [12].

II.1. Notion de mouvement laminaire de cisaillement.

Un matériau soumis à un ensemble de forces est susceptible de se déformer, les mouvements des différents points du matériau dépendant bien entendu de la répartition et de l'intensité des forces appliquées. Un mouvement laminaire de cisaillement est engendré pour certaines distributions de ces forces. Au cours d'un tel mouvement, on considère que le matériau présente une structure en lamelles, en couches adjacentes. La déformation du matériau s'effectue par glissement relatif des différentes couches, sans qu'il y ait transfert de matière d'une couche à l'autre. Les mouvements laminaires de cisaillement sont engendrés à l'aide de rhéomètres. C'est à partir de tels mouvements que peuvent être déterminés les paramètres rhéologiques des fluides.

II.2. Contrainte de cisaillement.

La contrainte de cisaillement (notée τ) est la grandeur dynamique fondamentale en rhéologie. Au cours d'un mouvement laminaire de cisaillement, deux couches successives au contact l'une de l'autre se déplacent relativement l'une par rapport à l'autre. Il apparaît à l'interface de ces deux couches des forces de frottement qui s'exercent tangentiellement à la surface de la couche : elles sont appelées force de cisaillement (figure II.1).

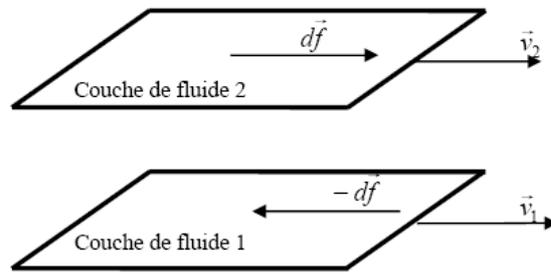


Figure II.1 : Forces agissant sur deux éléments de couches voisines.

En supposant que la couche (1) est animée d'une vitesse v_1 supérieure à la vitesse v_2 de la couche (2), la couche (1) exerce sur la couche (2) une force de cisaillement dF parallèle au mouvement et tendant à accélérer la couche (2). La couche (2) exerce pour sa part sur la couche (1), une force de cisaillement $-dF$ tendant à la freiner. En rapportant ces forces de cisaillement à l'unité de surface, on définit la contrainte de cisaillement τ (équation II.1) :

$$\tau = \frac{dF}{dS} \quad \text{équation II.1}$$

τ : représente une force par unité de surface ; elle s'exprime en newton par m^2 ou bien plus commodément en Pascal (Pa) et dS est la surface élémentaire de l'entité considérée.

Il est à noter que dans le calcul de la résultante des forces, les forces de pression s'exerçant perpendiculairement à la surface ne sont pas prises en compte, du fait de leur faible valeur en comparaison des forces de cisaillement.

II.3 Déformation et vitesse de cisaillement.

Ces deux grandeurs constituent les grandeurs cinématiques fondamentales en rhéologie.

La définition de la déformation de cisaillement est présentée dans le cas particulier le plus simple d'un mouvement de cisaillement présentant une symétrie plane. Le matériau est cisailé entre deux plans parallèles, l'un mobile, l'autre immobile (figure II.2).

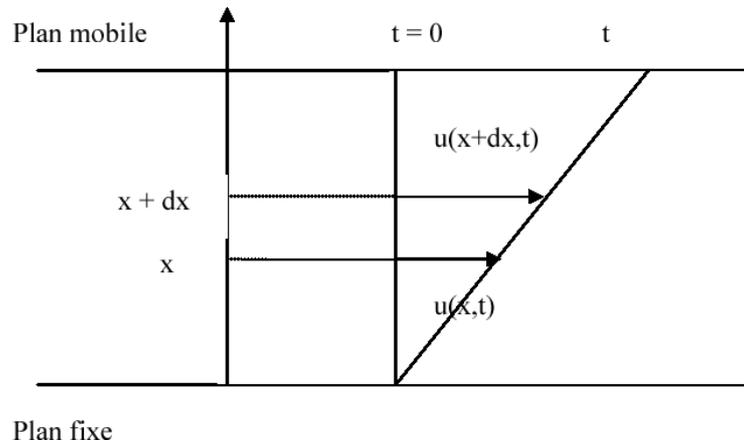


Figure II.2 : *Mouvement laminaire de cisaillement entre deux plans parallèles.*

On considère arbitrairement que les particules de matière de deux couches adjacentes se trouvent à l'instant $t = 0$ dans une section droite. A l'instant t postérieur, les particules auront parcouru la distance $u(x, t)$ pour la particule située à l'abscisse x et $u(x+dx, t)$ pour la particule située à l'abscisse $x+dx$.

La déformation de cisaillement est définie par l'équation II.2 :

$$\gamma = \frac{du(x, t)}{dx} \quad \text{équation II.2}$$

Cette grandeur est sans dimension ; elle ne dépend pas du déplacement $u(x, t)$ lui-même mais de la variation de ce déplacement lorsqu'on passe d'une couche à une couche infiniment proche.

L'expression de la vitesse de cisaillement ($\dot{\gamma}$) est donnée par l'équation II.3, il s'agit de la dérivée par rapport au temps de la déformation de cisaillement :

$$\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt} \quad \text{équation II.3}$$

$\dot{\gamma}$ a la dimension de l'inverse d'un temps et s'exprime en s^{-1} .

II.4. Equation d'état.

La détermination de ces deux grandeurs (contrainte de cisaillement et déformation ou vitesse de cisaillement) permet de définir l'équation rhéologique d'état du matériau, c'est-à-dire la relation les unissant ($\gamma = f(\tau)$ ou bien $\dot{\gamma} = f(\tau)$). Les rhéogrammes sont les courbes traduisant graphiquement l'équation rhéologique d'état du matériau. La représentation la plus courante

consiste à exprimer la variation de la contrainte de cisaillement avec celle de la vitesse de cisaillement.

La détermination de ces paramètres permet, entre autre, d'obtenir la viscosité du fluide étudié (dans le cas des fluides newtoniens), grandeur suffisant bien souvent à caractériser de manière précise le comportement rhéologique du matériau étudié. La viscosité s'exprime en Pa.s, elle est notée μ . Le tableau 1 donne des valeurs de viscosité de substances usuelles à température ambiante [12].

Tableau II.1 : *Quelques ordres de grandeur des valeurs de viscosité de différents matériaux à température ambiante.*

Matériau	Viscosité (Pa.s)
Air	10^{-5}
Eau	10^{-3}
Huile d'olive	10^{-1}
Glycérine	1
Miel	10
Polymères fondus	10^3
Bitume	10^8

II.5. La viscosité.

La notion de viscosité traduit une résistance à la déformation ou bien au glissement relatif des couches adjacentes du fluide les unes par rapport aux autres.

C'est une grandeur d'intérêt capital en rhéologie ; sa connaissance suffit parfois à caractériser de façon précise le comportement rhéologique du matériau. On définit différents coefficients de viscosité:

II.5.1. La viscosité dynamique ou apparente μ_a .

C'est le rapport de la contrainte par la vitesse de cisaillement correspondante :

$$\mu_a = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad [\text{N.s/m}^2] \text{ ou } [\text{Pa.s}] \quad \text{équation II.4}$$

II.5.2. La viscosité cinématique ν .

$$\nu = \frac{\mu_a}{\rho} \quad [\text{m}^2/\text{s}] \quad \text{équation II.5}$$

ρ : masse volumique du fluide [kg/m^3].

II.5.3. La viscosité relative, spécifique, intrinsèque.

Elle est utilisée souvent dans l'étude des solutions ou des suspensions pour déterminer les influences respectives du soluté et du solvant sur le comportement rhéologique. On utilise fréquemment les viscosités suivantes:

- **Viscosité relative:**

$$\mu_{rel} = \frac{\mu}{\mu_s} \quad \text{équation II.6}$$

- **Viscosité spécifique:**

$$\mu_{sp} = \frac{\mu - \mu_s}{\mu_s} = \mu_{rel} - 1 \quad \text{équation II.7}$$

- **Viscosité intrinsèque**

$$[\mu] = \lim_{\substack{c \rightarrow 0 \\ \dot{\gamma} \rightarrow 0}} \left[\frac{\mu_{sp}}{C} \right] \quad \text{équation II.8}$$

Où :

μ et μ_s : représentent respectivement la viscosité dynamique de la solution et du solvant,

C : représente la concentration de solution,

μ_{rel} et μ_{sp} : sont des grandeurs sans dimension,

$[\mu]$: est homogène à l'inverse d'une concentration.

II.6. Typologie de l'écoulement.

L'écoulement des fluides newtoniens est le cas le plus simple que l'on puisse rencontrer. Dans ce cas, la vitesse de cisaillement et contrainte de cisaillement sont reliées par une loi linéaire, la pente de la droite alors obtenue en traçant le rhéogramme est la viscosité du fluide.

Tous les fluides homogènes pour lesquels la dissipation d'énergie est due aux collisions d'espèces moléculaires relativement petites ont un comportement newtonien (gaz, liquides usuels et solutions de molécules de faible poids moléculaire).

La majorité des fluides présentent toutefois des comportements non newtoniens qui font appel à l'utilisation de modèles rhéologiques plus complexes pour décrire leur comportement en écoulement.

Il est possible d'effectuer une classification rhéologique des fluides suivant la nature des paramètres influençant leur comportement rhéologique. Nous distinguons trois catégories principales de fluides :

- Les fluides indépendants du temps ;
- Les fluides dépendants du temps ;
- Les fluides viscoélastiques.

II.6.1. Les fluides indépendants du temps.

Ce sont des fluides pour lesquels la contrainte de cisaillement τ est fonction seulement de la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$. Leur comportement rhéologique est indépendant de la durée d'application de la contrainte. Ce type de fluide est subdivisé en fluide newtonien, non newtonien et fluide viscoélastique.

a) Les fluides newtoniens.

Ils sont caractérisés par l'équation rhéologique d'état :

$$\tau = \mu \cdot \dot{\gamma} \quad \text{équation II.9}$$

τ : Contrainte de cisaillement [Pa].

$\dot{\gamma}$: Vitesse de cisaillement [s^{-1}].

μ : Viscosité dynamique du fluide [Pa.s].

La viscosité dynamique est indépendante de la contrainte appliquée et du temps. Elle ne dépend que de la température, de la pression et de la nature du fluide.

b) Les fluides non newtoniens.

Ce sont tous les fluides pour lesquels la relation entre la contrainte de cisaillement τ et la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$ n'est pas proportionnelle. Les raisons du caractère non newtonien d'un fluide sont liées à la taille de particules, leurs concentrations dans la phase continue, leur nature, leur forme, leur aptitude à la déformation ou bien encore la réactivité physico-

chimique de la phase continue notamment dans le cas de suspensions colloïdales. Ils sont caractérisés par la relation générale:

$$\tau = \mu_a \cdot \dot{\gamma} \quad \text{équation II.10}$$

Avec

μ_a : la viscosité apparente dépendant de la vitesse de déformation [Pa.s].

On distingue deux catégories principales de fluides non newtoniens indépendants du temps :

- Les fluides à contrainte critique (seuil) d'écoulement.
- Les fluides sans contrainte critique (seuil) d'écoulement.

II.6.1.1. Fluides à contrainte critique.

Cette catégorie de fluides est aussi communément désignée par l'appellation fluide plastique, la figure II.4 donne une vue des courbes d'écoulement les caractérisant. Il s'agit de fluides ne s'écoulant pas avant qu'il leur soit appliqué une contrainte de cisaillement minimale appelée seuil d'écoulement τ_c . (Figure II.4).

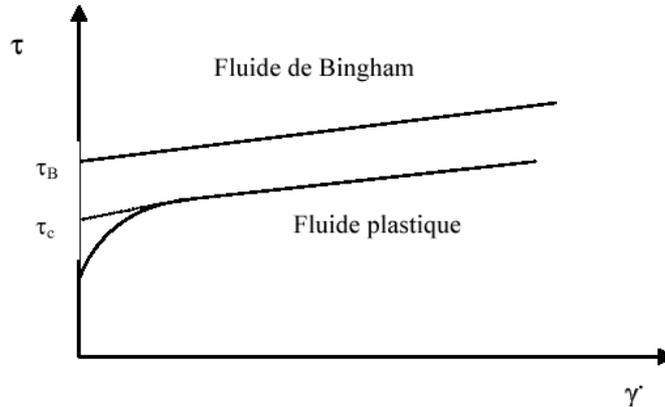


Figure II.3 : Courbes d'écoulement de fluides présentant une contrainte critique.

Le tableau II.2 récapitule les principales lois d'écoulement rhéologiques utilisées pour décrire le comportement de tels fluides [12].

Tableau II.2 : Modèles rhéologiques décrivant l'écoulement de fluides à contrainte critique (d'après Midoux, 1988).

Modèle	Loi rhéologique
Bingham	$\tau = \tau_B + \mu_B \cdot \dot{\gamma}$
Herschel-Bulkley	$\tau = \tau_H + K \cdot \dot{\gamma}^n$
Casson général	$\tau^n = \tau_C^n + (k_c \cdot \dot{\gamma})^n$
Casson	$\tau^{1/2} = \tau_C^{1/2} + (k_c \cdot \dot{\gamma})^{1/2}$

Le modèle d'Herschel-Bulkley est celui permettant de décrire la plupart des fluides plastiques, la courbe d'écoulement de tels fluides finit par devenir rectiligne au-delà d'une certaine contrainte critique appliquée.

Le modèle de Bingham est le plus simple de ces modèles, le fluide de Bingham s'écoule lorsqu'un seuil minimal de contrainte τ_B est dépassé. Ce modèle permet de décrire le comportement rhéologique de nombreux matériaux (boues de forage, peintures à l'huile, certaines graisses...).

Les systèmes étudiés dans le présent manuscrit sont des fluides rhéofluidifiants qui obéissent au modèle d'Herschel-Bulkley, le comportement rhéofluidifiant se caractérise par une viscosité qui diminue quand le gradient de cisaillement augmente (shear thinning ou pseudoplastique), les produits rhéofluidifiants présentent souvent un comportement newtonien pour les gradients de cisaillement très élevés.

Les suspensions, émulsions, polymères en solution sont constitués au repos de particules de formes irrégulières, gouttelettes ou chaînes emmêlées qui constituent une viscosité élevée car ayant une forte résistance à l'écoulement. Soumis à une contrainte, l'écoulement s'accélère, les particules s'orientent, les chaînes se démêlent parallèlement à la force d'entraînement et opposent ainsi une résistance plus faible. La viscosité diminue.

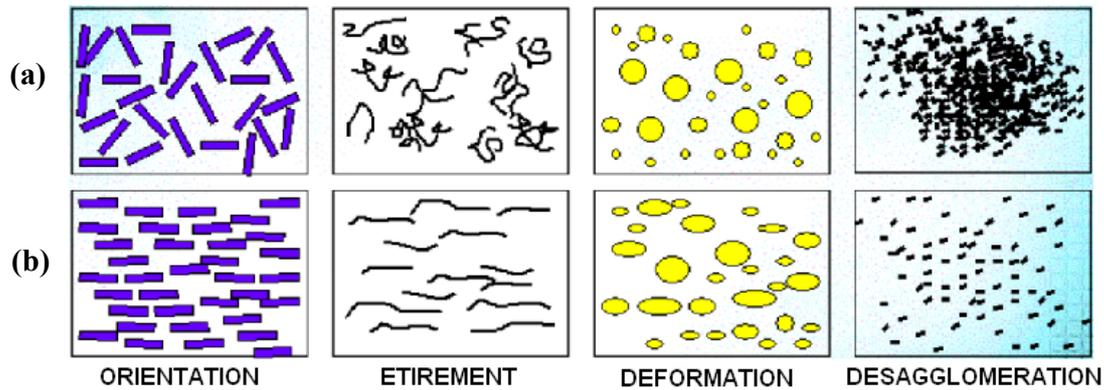


Figure II.4 : Schéma d'état de la matière en solution (a) avant et (b) après cisaillement.

II.6.1.2. Fluides sans contrainte critique.

La figure II.5 présente les courbes d'écoulement des deux principales catégories de fluides sans contrainte critique, à savoir les fluides pseudo-plastiques (ou rhéofluidifiants) et les fluides dilatants (ou rhéoépaississants).

Pour les fluides pseudoplastiques, le rapport $\tau / \dot{\gamma} = \mu_a$ (viscosité apparente) est à peu près constant pour les plus faibles valeurs de vitesse de cisaillement imposées et vaut μ_0 . Ce rapport décroît ensuite progressivement lorsque la vitesse de cisaillement augmente (d'où le nom de rhéofluidifiant), jusqu'à atteindre une valeur de viscosité limite (μ_∞).

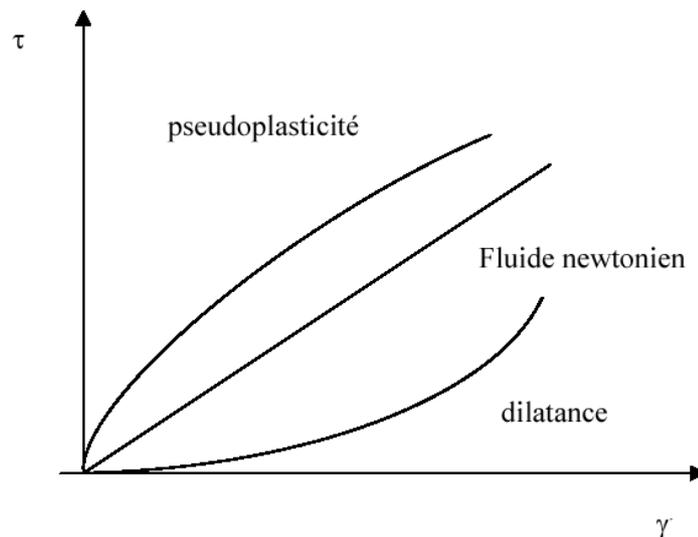


Figure II.5 : Courbes d'écoulement des principales catégories de fluides sans contrainte critique.

Les principales lois rhéologiques décrivant le comportement de tels fluides sont présentées dans le tableau II.3.

Tableau II 3 : Lois rhéologiques de fluides ne présentant pas de contrainte critique (d'après Midoux, 1988).

Modèle	Loi rhéologique
Ostwald de Waele	$\tau = k \cdot \dot{\gamma}^n$
Ellis	$\tau = \left[\mu_0 / (\tau / \tau_{1/2})^{\alpha-1} \right] \dot{\gamma}$
Sisko	$\tau = \mu_0 \cdot \dot{\gamma} + k \cdot \dot{\gamma}^n$
Reiner Phillipoff	$\tau = \left[\mu_\infty + \left((\mu_0 - \mu_\infty) / \left(1 + (\tau / \tau_S)^2 \right) \right) \right] \dot{\gamma}$
Prandtl - Eyring	$\tau = \tau_0 sh^{-1}(\tau_0 \cdot \dot{\gamma})$
Carreau	$\tau = \left[\mu_\infty + (\mu_0 - \mu_\infty) \left(1 + (\lambda \dot{\gamma})^2 \right)^{(n-1)/2} \right] \dot{\gamma}$
Cross	$\tau = \left[\mu_\infty + (\mu_0 - \mu_\infty) / (1 + \dot{\gamma} \cdot t_1)^p \right] \dot{\gamma}$

Parmi ces modèles d'écoulement, la loi d'Ostwald de Waele est la plus communément utilisée. Dans ce modèle, k est appelée la consistance du fluide et n l'écart de l'exposant (ou indice d'écoulement) à l'unité ($0 < n = 1$) traduit la non perfection visqueuse du fluide considéré. Parmi les fluides présentant un comportement pseudoplastique, on compte les suspensions de particules asymétriques, les ciments, les colles, certaines peintures ...

Les fluides dilatants obéissent également à une loi puissance d'Ostwald mais avec $n > 1$, la viscosité apparente croît avec la vitesse de cisaillement qui augmente. Cette catégorie de fluides est beaucoup plus rare que les fluides pseudoplastiques, elle se rencontre essentiellement pour des suspensions à forte teneur en matière solide (concentrations volumiques supérieures à 50 %). Ce type de comportement peut avoir pour origine une transition ordre-désordre entre les particules constitutives du fluide, pour les plus faibles vitesses de cisaillement, les particules sont plus ou moins alignées alors que pour les plus fortes valeurs de vitesse de cisaillement, elles sont dispersées aléatoirement, ce qui induit une viscosité qui augmente lorsque le désordre s'installe au sein du fluide.

II.6.2. Les fluides dépendants du temps.

Le comportement des fluides dépendant du temps est caractérisé par l'évolution de leur structure interne. Cette modification peut être très rapide; dans ce cas, le temps n'intervient pas de manière apparente dans les équations d'écoulement et la viscosité apparente est fixée uniquement pour une valeur donnée de la contrainte ou de la vitesse de cisaillement. Par

contre, si la modification de la structure interne du fluide est lente, les caractéristiques de l'écoulement du fluide seront influencées par les traitements antérieurs et la viscosité apparente dépendra dans ce cas d'un autre paramètre : « le temps ».

On distingue deux catégories dans ce type de fluide :

- Les fluides thixotropes;
- Les fluides rhéopexes.

II.6.2.1. Fluides thixotropes.

La consistance de tels fluides dépend aussi bien de la vitesse de cisaillement que de la durée du cisaillement. Dans ces conditions, la viscosité apparente n'est plus fixée pour une valeur donnée de la contrainte ou de la vitesse de cisaillement mais dépend également du paramètre temps. Ainsi, l'écoulement d'un matériau peut être facilité par une agitation préalable de l'échantillon à étudier. La méthodologie utilisée pour déterminer le caractère thixotrope de fluides consiste le plus souvent en l'application d'un cycle de cisaillement montée-palier-descente (cisaillement croissant-cisaillement constant-cisaillement décroissant).

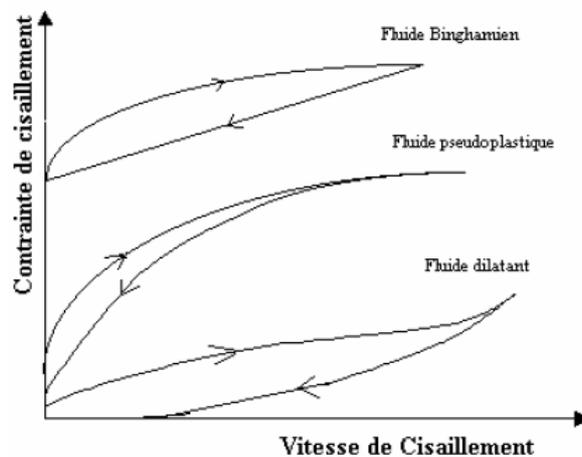


Figure II.6 : Boucles d'hystérésis de fluides thixotropes

II.6.2.2. Fluides rhéopexes.

Cette catégorie de fluides présente un comportement contrairement aux fluides thixotropes. Lorsqu'ils sont soumis à un faible cisaillement, leur structure interne s'organise et par conséquent conduit à une augmentation de la viscosité.

II.7. Les fluides viscoélastiques.

Le mot viscoélastique veut dire l'existence simultanée des propriétés élastiques et visqueuses dans un matériau [15]. Tous les liquides présentent des propriétés visqueuses, certains possédant une structure complexe peuvent également présenter des propriétés élastiques. Ce comportement se manifeste notamment lorsqu'on applique ou lorsqu'on supprime brutalement un cisaillement par l'apparition d'un régime transitoire pendant lequel la structure de l'échantillon évolue avant de se stabiliser. La détermination des propriétés viscoélastiques de certains matériaux passe par la mise en place d'une analyse oscillatoire. Ce type de test consiste à imposer à l'échantillon un cisaillement oscillatoire de pulsation donnée ω . Lors de ces tests, la contrainte $\tau(t)$ et la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}(t)$ évoluent sinusoïdalement au cours du temps.

II.7.1. Viscoélasticité linéaire.

Un fluide viscoélastique récupère une partie de ses déformations après suppression des contraintes et la contrainte associée à une déformation, diminue dans le temps. Tous les matériaux présentent un comportement linéaire, à condition que les contraintes et les déformations auxquelles ils sont soumis demeurent suffisamment faibles. Dans la pratique, on admet que si $\varepsilon \leq 10^{-2}$ presque tous les matériaux peuvent être considérés comme linéaires.

Le comportement linéaire est évidemment relié à l'aptitude du matériau à supporter des déformations, sans modification de sa structure microscopique ; à cet égard, on peut considérer que l'étude des propriétés viscoélastiques linéaires permet de caractériser la structure « au repos ». Au contraire, la transition vers un régime non linéaire (à partir d'un certain seuil de déformation) s'accompagne le plus souvent d'une modification structurelle.

En rhéologie, la frontière entre solide et liquide est souvent mal définie. On adopte les définitions suivantes :

- Une substance est solide si, soumise à une contrainte constante ne provoquant pas la rupture, elle tend vers un état d'équilibre statique, pour lequel sa déformation demeure constante. Un solide élastique parfait sera symbolisé en rhéologie par un ressort de coefficient de complaisance J .

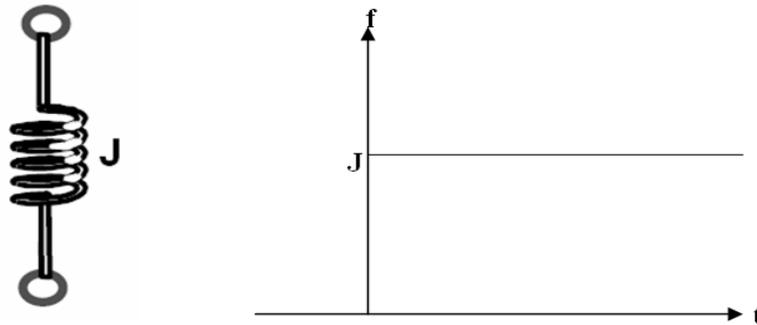


Figure II.7: Représentation symbolique du comportement élastique du corps solide

- Une substance est liquide si, soumise à une contrainte constante, elle n'atteint jamais un état d'équilibre statique : sa déformation augmente indéfiniment, la substance s'écoule. Le liquide visqueux newtonien sera symbolisé en rhéologie par un amortisseur de coefficient de viscosité η .

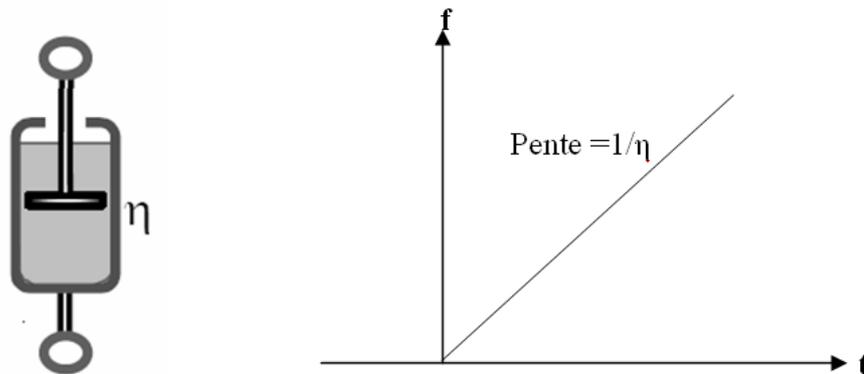


Figure II.8: Représentation symbolique du comportement visqueux du liquide

Le comportement viscoélastique de fluides peut être décrit conceptuellement comme résultant de l'association de ressorts et d'amortisseurs. Toutes les associations de ressorts et d'amortisseurs, aussi complexes soient-elles, correspondent à un comportement viscoélastique linéaire.

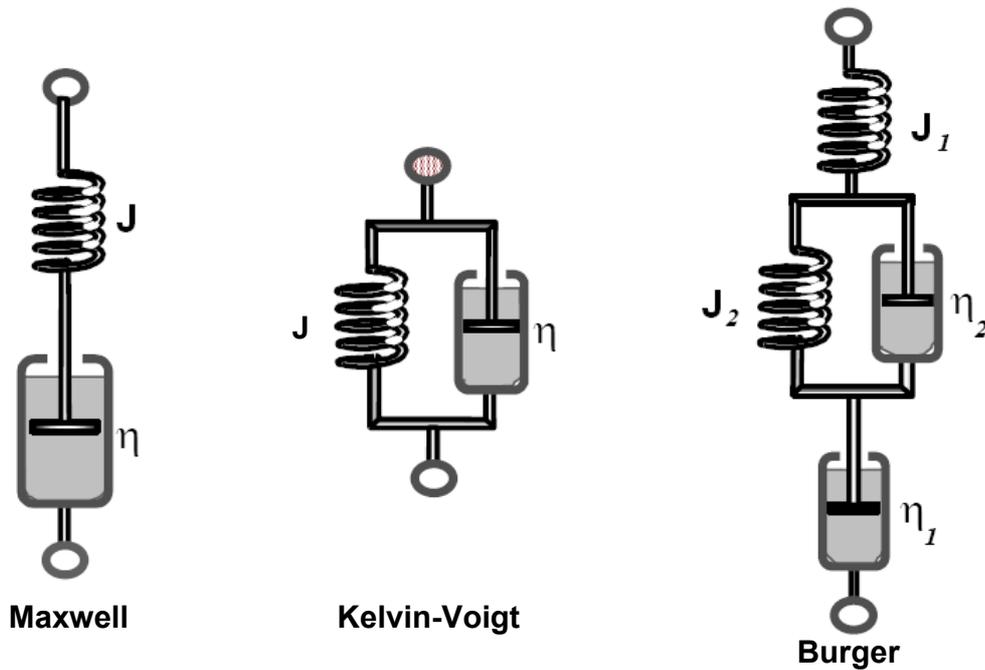


Figure II.9 : Différentes types d'associations [15].

A partir des lois d'association en série et en parallèle, on peut établir l'équation rhéologique de chaque modèle et en déduire les fonctions fluage et relaxation dans chaque cas particulier. Il s'avère toutefois que les modèles de Kelvin-Voigt et de Maxwell généralisés suffisent pour déduire n'importe quelles fonctions de fluage et de relaxation. Le modèle de Maxwell correspond à l'association en parallèle de n liquides de Maxwell, chacun d'eux étant constitué par un ressort et un amortisseur en série.

Le modèle de Kelvin-Voigt généralisé est pour sa part constitué par l'association en série d'un liquide de Maxwell et de n solides de Kelvin-Voigt (constitué lui-même par l'association en parallèle d'un ressort et d'un amortisseur).

Relation générale du comportement viscoélastique :

$$\dot{\gamma}(t) = \frac{\tau(t)}{\mu} + \frac{1}{G} \cdot \frac{d\tau(t)}{dt} \quad \text{équation II.11}$$

Exemple du solide de Kelvin-Voigt avec $\tau = \tau_0 = \text{cte}$ pour $t \gg 0$ et $\gamma = 0$ pour $t < 0$:

$$\gamma(t) = \frac{\tau_0}{G} \cdot \left[1 - e^{-\frac{t}{\lambda}} \right] \quad \text{équation II.12}$$

Avec $\lambda = \mu / G$

Le facteur temps intervient dans l'expression des propriétés viscoélastiques à travers le temps de relaxation (λ). Le temps de relaxation correspond à la durée de valeur λ pendant laquelle la tension γ diminue de 1/e de sa valeur initiale.

Si $t \gg \lambda$ alors :

$$\gamma(t) = \tau \cdot J + \tau \cdot t/\mu \quad \text{équation II.13}$$

Les fonctions de fluage $J(t)$ et de relaxation $G(t)$ caractérisent l'écoulement des fluides viscoélastiques selon les modes de mesures en cisaillement simple.

Les propriétés viscoélastiques correspondantes ne sont donc pas aisées à déterminer et leur caractérisation ne fournit pas de paramètres clés rapidement identifiables. De plus, la méthode de sollicitation en cisaillement simple repose sur des échelons de contrainte (fluage) ou de déformation (relaxation) imposés de façon instantanée. En réalité, ce principe théorique est confronté à l'inertie mécanique du système de mesure des rhéomètres. C'est pourquoi on utilise les propriétés de réponse oscillatoire des fluides viscoélastiques soumis à des sollicitations de type sinusoïdales en fonction du temps.

II.7.2. Paramètres complexes.

En mode dynamique, on applique des contraintes ou des déformations qui répondent à des fonctions sinusoïdales du temps (t) de pulsations données (ω) qui ne provoquent pas l'écoulement du fluide. A l'instant initial on a :

$$\begin{aligned} \gamma(\omega) &= \gamma_0 \cdot \cos(\omega t) \\ \tau(\omega) &= \mu \cdot \omega \cdot \gamma_0 \cdot \cos(\omega t + \phi) = \tau_0 \cdot \cos(\omega t + \phi) \end{aligned}$$

La contrainte mesurée (τ) est en déphasage permanent avec la déformation (γ) d'un angle ϕ compris entre 0 et $\pi/2$. En fonction du temps de mesure (t), ce décalage par rapport aux conditions initiales devient tel que :

$$\gamma(\omega t) = \gamma_0 \cdot e^{j\omega t} = \gamma_0 \cdot (\cos(\omega t) + j \cdot \sin(\omega t)) \quad \text{équation II.14}$$

Soit
$$\gamma(\omega t) = \gamma'(\omega) + j \cdot \gamma''(\omega) \quad \text{équation II.15}$$

De même

$$\tau(\omega t) = \tau'(\omega) + j \cdot \tau''(\omega) \quad \text{équation II.16}$$

Par analogie avec le solide de Hooke, on définit un module de rigidité complexe $G^*(\omega)$:

$$G^*(\omega) = \frac{\tau(\omega t)}{\gamma(\omega t)} = \frac{\tau_0}{\gamma_0} \cdot e^{j\phi} = G'(\omega) + j \cdot G''(\omega) \quad \text{équation II.17}$$

La rigidité d'accumulation $G'(\omega)$ traduit la capacité du fluide à conserver l'énergie sous forme élastique (en phase avec γ). Les propriétés visqueuses sont exprimées par la rigidité de dissipation $G''(\omega)$ (déphasage de $\pi/2$ avec γ).

Par analogie avec la relation de Newton, on définit la viscosité complexe $\mu^*(j\omega)$:

$$\mu^*(j\omega) = \frac{\tau(\omega t)}{\dot{\gamma}(\omega t)} = \mu'(\omega) - j \cdot \mu''(\omega) \quad \text{équation II.18}$$

Avec

$$\mu' = \frac{G''}{\omega} \quad \text{et} \quad \mu'' = \frac{G'}{\omega}$$

Nous obtenons donc l'expression de G' et de G'' :

$$\begin{aligned} G' &= \frac{\tau_0}{\gamma_0} \cos(\phi) \\ G'' &= \frac{\tau_0}{\gamma_0} \sin(\phi) \end{aligned} \quad \text{équation II.19}$$

II.8. Rhéométrie.

Pour la caractérisation des propriétés rhéologiques des fluides, il existe une variété de rhéomètres nous distinguons trois grandes classes de rhéomètres :

1. les rhéomètres à régime permanent, fonctionnant essentiellement comme viscosimètres pour déterminer les viscosités et les rhéomètres τ - $\dot{\gamma}$ de substances liquides.
2. les rhéomètres à régime transitoire qui permettent l'étude des propriétés viscoélastiques des matériaux.
3. enfin, les rhéomètres dynamiques fonctionnant en régime sinusoïdal et fournissant une description très complète des propriétés rhéologiques des substances.

II.8.1. Les rhéomètres a régime permanent.

Dans ces rhéomètres, la substance a étudiée est soumise à un mouvement laminaire indépendant du temps : les différents couches s'écoulent sans que vitesse et contrainte de cisaillement subissent aucune modification au cours du temps. Ils sont utilisés à l'étude seule des substances possédant le comportement liquide, capables par conséquent de suivre un processus d'écoulement permanent, l'objectif expérimental recherché étant la détermination de leur rhéogramme.

Dans cette catégorie, nous distinguerons essentiellement deux types de rhéomètres :

- les rhéomètres de type Couette dans lesquels la substance étudiée est cisailée entre deux surfaces solides, l'une au repos, l'autre mobile.
- Les rhéomètres de type Poiseuille dans lesquels le mouvement de cisaillement est engendré par l'application aux extrémités d'un tube cylindrique contenant l'échantillon d'une différence de pression ou encore par l'action de la pesanteur.

Dans cette catégorie on peut aussi citer le viscosimètre à chute de bille dont les possibilités sont limitées, mais qui est cependant très connu et relativement utilisé.

II.8.1.a). Rhéomètres de type couette.

1. Rhéomètres plans à translation.

La substance à étudier est placée entre deux plans solides parallèles et de même surface, une force constante est appliquée tangentiellement au plan mobile, lui communiquant un mouvement de translation parallèle à lui-même, avec une vitesse, le deuxième plan demeurant fixe. Un mouvement laminaire de cisaillement est engendré.

2. Rhéomètres rotatifs cylindriques.

C'est la classe de rhéomètre la plus fréquemment utilisée. Dans ce type la substance étudiée est emprisonnée entre deux cylindres de révolution, coaxiaux, de rayons R_1 et R_2 , et de hauteur h . le mouvement laminaire de cisaillement est obtenu en communiquant à l'un des cylindres un mouvement de rotation uniforme de vitesse angulaire ω_0 , l'autre cylindre demeurant immobile. La substance se décompose en couches cylindriques coaxiales, animées

de vitesses angulaires différentes, variant continûment de 0 (pour la couche en contact avec le cylindre fixe) à ω_0 (pour la couche en contact avec le cylindre mobile).

Par suite du mouvement relatif des couches les unes par rapport aux autres, il apparaît en tout point de l'échantillon une vitesse de cisaillement et une contrainte de cisaillement.(figure B.II.1)

3. Rhéomètres rotatifs à cône/plateau.

Ce type de rhéomètre possède de très grandes qualités qui font de lui un concurrent et un complément indispensable au rhéomètre cylindrique.

La substance étudiée est emprisonnée entre un plateau et un cône de révolution, de rayon R, dont l'axe est perpendiculaire au plan du plateau, et dont le sommet est situé sur le plateau, l'angle ψ que fait la génératrice du cône et le plateau est petit : il est toujours inférieure à 5° et peut descendre jusqu'à $0,3^\circ$ (figure B.II.2).

Le mouvement laminaire de cisaillement est obtenu en communiquant au cône une vitesse de rotation constante ω_0 , le plateau demeurant fixe. La substance se décompose alors en couches, qui sont constituées par des cônes de révolution de même sommet et de même axe que le cône solide, animées de vitesses angulaires de rotation différentes, variant continûment de 0 (pour la couche en contact avec le plateau) à ω_0 (pour la couche en contact avec le cône solide). Par suite du mouvement relatif des couches les unes par rapport aux autres, il apparaît en tout point de l'échantillon une vitesse de cisaillement et une contrainte de cisaillement.

Le très grand avantage du rhéomètre cône/plateau sur les autres types d'appareils réside dans le fait que, dans la mesure où $\psi < 0,5^\circ$ (condition vérifiée par construction), on peut considérer, avec une très bonne précision, que la contrainte et la vitesse de cisaillement sont constants en tout point de l'échantillon.

Notons encore, parmi les avantages de ce type de rhéomètre, le fait que la manipulation ne requiert qu'un très faible volume d'échantillon ; et qu'il permet d'atteindre des vitesses de cisaillement élevées.

Comme inconvénient, on peut indiquer que la symétrie conique de l'écoulement laminaire es très sensible, en particulier à la position du sommet du cône sur le plateau ; et que

cet appareil ne convient pas à l'étude des matériaux dont la structure est complexe et fragile, et qui risquent d'être détruits dans le petit volume compris entre le cône et le plateau.

La gamme des viscosités susceptibles d'être mesurées est en général voisine de celles des rhéomètres cylindriques.

II.8.1.b). Les rhéomètres à régime transitoire.

Les rhéomètres à régime transitoire sont utilisés essentiellement pour déterminer le comportement viscoélastique des matériaux linéaires, aussi bien solide que liquide. Dans tels rhéomètres, on soumet l'échantillon à une sollicitation instantanée, qui est maintenue constante, et l'on étudie son comportement dans les instants qui suivent. Pendant un certain intervalle de temps qui précède l'établissement d'un régime permanent, le matériau manifeste un comportement dépendant du temps : l'étude de ce régime transitoire permet la détermination de ses propriétés viscoélastiques.

Il existe deux types de rhéomètres transitoires : les rhéomètres à fluage et les rhéomètres à relaxation.

II.8.1.c). Les rhéomètres dynamiques (ou oscillants).

Dans les rhéomètres dynamiques, les échantillons étudiés sont soumis à des mouvements laminaires de cisaillement d'amplitudes variant sinusoïdalement dans le temps ;

On peut distinguer deux types d'appareils selon que le mouvement est entretenu ou non :

- Les rhéomètres à oscillations forcées qui peuvent fonctionner dans toute une gamme de fréquence ou à une seule fréquence particulière (rhéomètre résonants) ;
- Les rhéomètres à oscillations libres qui permettent de mesurer de faibles viscosités par l'étude de l'amortissement.

Chapitre III : LES POLYMERES

Les polymères ont été employés dans les fluides de forage pendant les années 30, quand l'amidon de maïs a été ajouté comme additif pour réduire les pertes de fluide dans les formations poreuses. Depuis cette date, les polymères sont devenus très spéciaux et leur utilisation a augmenté en conséquence. Les polymères font partie pratiquement de chaque système à base d'eau utilisé de nos jours. En effet, quelques systèmes sont totalement à base de polymères dépendant et ils sont largement appelés systèmes de polymères. Une large gamme de polymères est disponible aujourd'hui. Quelques polymères - comme l'amidon, parce que l'exemple provient des sources naturelles. Les polymères les plus spéciaux sont les polymères naturel modifiés, alors que d'autres polymères plus sophistiqués sont dérivés toujours des synthétiques du potentiel illimité de la technologie de polymère, il est possible d'analyser une situation à un niveau moléculaire et concevoir un polymère avec des propriétés spécifiques pour dresser la situation. Pour cette raison, les polymères ont un avenir intéressant dans le domaine des fluides de forage.

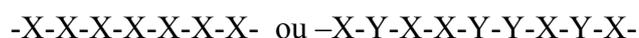
Les polymères hydrosolubles revêtent une grande importance pour de nombreuses applications industrielles. L'industrie pétrolière est en particulier une grande consommatrice de polymères pour les diverses opérations de récupération d'huiles : forage, fracturation, modification de perméabilité, cimentation, colmatage, contrôle de mobilité des phases aqueuses. [16]

Les biopolymères représentent l'une des variétés de polymères tant utilisés dans l'industrie pétrolière, qui sont des molécules produites par des cellules biologiques, y compris des bactéries, et les cellules de plantes et d'animaux. Les biopolymères produits par les bactéries et par d'autres micro-organismes ont un large domaine d'application dans la résolution des problèmes industriels. Par exemple, des biopolymères sont employés comme émulsifiants de nourriture, épaississants, produits pharmaceutiques. Plusieurs applications environnementales se fondent sur des biopolymères.

III.1. Définition.

Un polymère est un système formé par un ensemble de macromolécules, c'est-à-dire d'entités moléculaires de grande dimension, issues de l'assemblage covalent d'un grand nombre d'unités répétitives plus communément appelées unités (ou motifs) monomères [17]. Ils peuvent se présenter :

- En chaînes linéaires avec une répétition linéaire n fois du motif X (homopolymère) ou de deux ou plusieurs motifs (copolymères XY par exemple).



- En chaîne non linéaire : branchés en étoiles ou en réseau.

Lorsque ces polymères présentent des groupements de charges anioniques ou cationiques, on les appelle des polyélectrolytes.

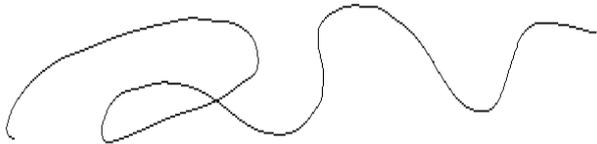
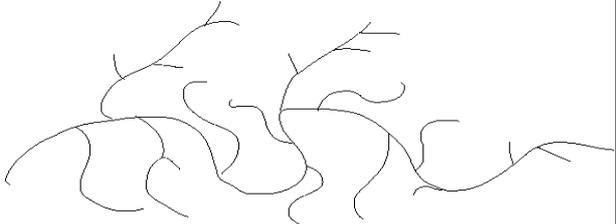
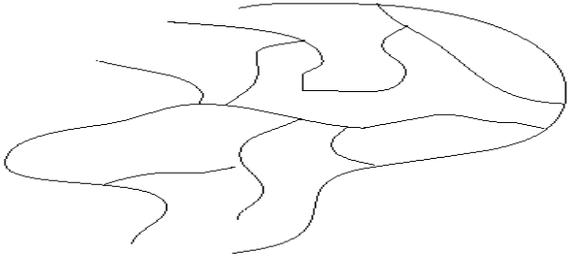
III.2. Classification des polymères.

- **Selon leur origine**, on peut les classer en trois catégories ;
 1. **Les polymères naturels** : Sont issus des règnes végétal ou animal ; les exemples les plus connus, la famille des polysaccharides (cellulose, amidon...) celle des protéines (laine, soie...), le caoutchouc naturel, etc
 2. **Les polymères artificiels** : Sont obtenus par modification chimique de polymères naturels, de façon à transformer certaines de leurs propriétés, les esters cellulosiques ont toujours connus une certaine importance économique.
 3. **Les polymères synthétiques** : Totalement issus du génie de l'homme, sont obtenus par polymérisation de molécules monomères.
- **Selon leur domaine d'application**, il est difficile de proposer une classification exhaustive tout la variété des propriétés a multiplié les applications des polymères, comme matériaux en particulier, polystyrène, les polyamides, les polymères thermostables, adhésifs, etc.
- **Selon leur structure (dimensionnalité)**, les polymères peuvent encore être classés en trois catégories.

1. Celle des polymères linéaires (ou monodimensionnels), pour lesquels chaque chaîne macromoléculaire est constituée d'un nombre élevé mais fini d'unités monomères. De tels systèmes correspondent à la polymérisation de monomères bivalents.
2. Celle des polymères bidimensionnels, dont certains peuvent être produits par la nature (carbone graphite, kératine...); ils se présentent sous la forme de feuillets bidimensionnels d'épaisseur comparable à celle des molécules simples.
3. Celle des polymères tridimensionnels, qui résultent de la polymérisation de monomères dont la valence moyenne est supérieure à deux ou encore de la réticulation (formation d'un réseau tridimensionnel), par voie physique ou chimique de polymères linéaires leur dimension moléculaire peut être considérée comme infinie puisque toutes les unités monomères constitutives d'un objet sont liées de façon covalente pour former une seule macromolécule. Les liaisons se développent dans les trois dimensions.

Les différentes structures des polymères sous lesquelles elles peuvent être rencontrées sont dans le tableau suivant :

Tableau III.1: Représentation schématique des structures de polymères. [17]

Type de structure	Schéma de la structure	Exemples
Linéaire ou monodimensionnel		CMC, PHPA, HEC
Branché ou bidimensionnel		Amidon, gomme de xanthane
Réticulé ou tridimensionnel		Gomme de xanthane réticulé

Il y a une possibilité infinie dans les conformations structurales des polymères, certaines d'elles et qui affectent les performances des polymères sont :

- Le type du monomère ou des monomères ;
- La masse moléculaire ;
- Le type et l'abondance de la modification chimique sur le polymère ;
- Nombre de groupes ramifiés ou réticulés dans la chaîne du polymère.

Les polymères en fluides de forage peuvent être classés en trois manières, ils peuvent être classés selon leur chimie, en tant qu'anionique ou non-anionique, ils peuvent être classés par leur fonction telle que des additifs viscosifiant ou réducteur de filtrat, ou ils peuvent être classés tout simplement par leur origine naturel, naturel modifiés ou synthétique.

III.3. Adsorption des polymères.

L'adsorption des polymères à l'interface solide/liquide est associée à des problèmes variés tel la stabilisation colloïdale, la floculation, l'adhésion, la lubrification, etc. la structure des couches de polymères adsorbés de même que les quantités de polymères dans ces couches jouent un rôle capital pour ces processus. L'adsorption des polyélectrolytes sur les surfaces minérales est généralement différente de celle des polymères non chargés, la différence principale étant liée à l'intervention de forces électrostatiques à longue portée dans le cas des polymères chargés.

L'étude statistique d'une chaîne isolée adsorbée a été l'objet de nombreux travaux dans les années 60. Hovee et Silberberg distinguent les **boucles**, les **trains** et les **queues** (figure III.1). Les boucles sont constituées par les portions de chaînes situées entre deux monomères en contact avec la surface, les trains désignent les sections de chaînes complètement adsorbées sur la surface, tandis que les queues sont les portions terminales de la chaîne, situées entre un bout libre et le plus proche monomère en contact avec la surface.

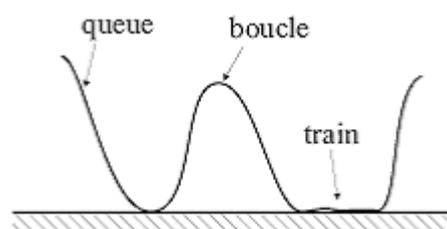


Figure III.1 : Schéma d'adsorption d'une chaîne de polymère sur une surface. [18]

Plusieurs interactions thermodynamiques doivent être pris en compte pour décrire le processus d'adsorption du polymère à la surface d'une particule minérale. Ainsi, les interactions segment - surface, segment – solvant, et segment – segment apportent une contribution à la thermodynamique du processus. D'autres changements sont aussi à considérer si l'on désire obtenir une image complète du système, il s'agit notamment :

1. Du changement de conformation du polymère après son adsorption à l'interface ;
2. Du changement de conformation d'une molécule adsorbée induit par l'adsorption de nouvelles molécules à l'interface ;
3. Des phénomènes d'échanges associés à l'adsorption préférentielle de molécules de poids moléculaires élevés ;
4. Du changement du taux d'ionisation de la surface minérale et du polymère liée à une augmentation de la densité entière de charge au voisinage de la surface.

Il convient également de souligner que dans la plupart des situations, l'adsorption d'un polymère sur une surface minérale est limitée par le temps d'accès d'une molécule de polymère vers la surface ; cet accès est contrôlé, suivant le système considéré, soit par la diffusion du polymère soit par la convection.

III.4. Les polymères dans le fluide de forage.

III.4.1. La gomme de xanthane (xanthane).

Le xanthane est un polysaccharide exocellulaire produit par une bactérie appelée «*Xanthomonas campestris*» intervenant dans le métabolisme de certains végétaux. Il a été découvert en 1940 par des scientifiques américains cherchant la cause d'une maladie affectant les végétaux : un produit visqueux (le xanthane), secrété par ladite bactérie, obstruait les pores respiratoires de ces plantes.

De nombreuses industries exploitent les propriétés rhéologiques remarquables du xanthane. Il est utilisé comme épaississant dans l'agroalimentaire sous la dénomination E415 (assaisonnements, sauces, crèmes, glaces). En cosmétique, il est présent dans les dentifrices, les crèmes ou les gels. L'industrie pétrolière l'utilise pour la récupération assistée du pétrole en tant qu'agent viscosifiant. La liste des applications est encore longue (peintures, vernis, explosifs, etc...) et rend compte de l'importance de ce produit [18].

En raison de sa capacité de causer la floculation, le xanthane est considéré comme le biopolymère biodégradable et inoffensive approprié pour le traitement de l'eau et pour des applications semblables. [19]

III.4.1.1. Mode de fabrication

L'obtention du xanthane suit un processus complexe. Elle est synthétisée et excrétée par la bactérie *Xanthomonas campestris*. Ce micro-organisme est strictement aérobie (il ne se développe qu'en présence d'oxygène) et se présente sous forme de coques ou de petits bâtonnets de taille moyenne ($0,5 \times 1,3 \mu\text{m}$). Les industriels ont amélioré progressivement les performances de la souche par des techniques classiques de mutagenèse et de sélection bactérienne.

La première étape consiste à mettre en fermentation le milieu bactérien. A l'issue de cette fermentation, un moût brut est récupéré. Il est stérilisé quelques dizaines de minutes à 110°C , puis purifié par filtration et précipitation dans l'isopropanol (les petites molécules restent dissoutes mais certains débris cellulaires doivent être adsorbés sur argile). Après séchage, le résidu est broyé de façon à obtenir une poudre.

Ces différentes étapes et leur mise en oeuvre conditionnent les propriétés finales du polymère: composition finale de la poudre, masse moléculaire de la macromolécule, composition chimique du motif, rhéologie, etc...[20]

III.4.1.2. Structure chimique du motif

La composition chimique de référence du motif que nous utiliserons a été établie par Jansson et al. en 1975 [21] et confirmée par Melton et al. en 1976 [22]. La gomme xanthane est une substance sécrétée par une bactérie. C'est une énorme molécule. Sa masse moléculaire est estimée entre 1,5 à 5 t/mole.

Sa formule brute approximative et moyenne est la suivante :



La structure primaire de la gomme xanthane consiste en une chaîne principale de cellulose, c'est-à-dire de monomères β -D-glucose liées entre eux par liaison O-glycosidique (1-4). Cette chaîne porte un branchement latéral triosidique tous les 2 glucose. Ce branchement est constitué d'un α -D-mannose lié à la chaîne principale par liaison osidique (1-3), d'un acide β -D-glucuronique lié au 1^{er} mannose par liaison osidique (1-2) et d'un β -D-mannose lié à l'acide glucuronique par liaison osidique (1 4). Le 1^{er}

% de la masse totale) sont repliées le long de la chaîne cellulosique, constituant ainsi un 2^{ème} brin discontinu.

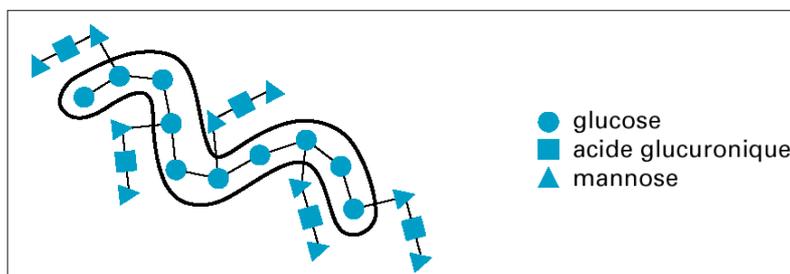


Figure III.3 : Structure secondaire de la gomme xanthane à l'état solide. [20]

En solution aqueuse, 3 conformations sont possibles. La gomme nouvellement biosynthétisée se trouve à l'état natif dans le moût. Cet état correspond à une structure hélicoïdale. Cette conformation est modélisée par des bâtonnets semi rigides. La structure native est dénaturée lorsque l'on augmente la température ou que l'on abaisse la force ionique. La plage de température de changement conformationnel se situe habituellement entre 40 et 100 °C. La transition se fait de façon irréversible. L'état dénaturé correspond à une structure désordonnée en pelote. Après refroidissement, on passe à un état renaturé, différent de la conformation native. La structure, à nouveau ordonnée et hélicoïdale, peut être représentée par des bâtonnets plus étendus d'une longueur de plusieurs dixièmes de micromètre. Le passage entre les états dénaturé et renaturé est réversible.

III.4.1.3. Organisation moléculaire du xanthane en solution

a). Données structurales sur la macromolécule

Le xanthane est une molécule à haut poids moléculaire. Les masses couramment rencontrées pour ce polymère sont supérieures à 10⁶ g/mol.

La longueur de persistance des molécules de xanthane est aussi très élevée. Elle est la somme de deux contributions essentielles : une contribution intrinsèque L_0 liée à la chimie du motif (présence de cycles, encombrement stérique, liaisons hydrogène entre squelette principal et chaînons latéraux, etc...), et une contribution électrostatique L_e due à la répulsion des charges de la macromolécule.

$$L_p = L_0 + L_e$$

L_p est de l'ordre de 100 nm. On conçoit ainsi que les molécules individuelles de xanthane puissent être considérées comme semi-rigides pour les plus hautes masses moléculaires et comme des bâtonnets rigides pour les molécules de faible masse.

b). Conformations du xanthane à l'état dilué

- **Transition ordre - désordre**

Les macromolécules de xanthane en solution aqueuse subissent une transition conformationnelle au-delà d'une certaine température T_m (« melting temperature »). La valeur de T_m est fortement dépendante de la force ionique I de la solution.

Au-dessous de T_m , la molécule est dans un état ordonné. Lorsque la température dépasse T_m , l'ordre conformationnelle « fond ».

Ainsi, la température et la salinité des solutions déterminent la conformation des molécules de xanthane dans le solvant. Dans des conditions peu salines et/ou à des températures élevées, la conformation adoptée par la macromolécule est celle d'une pelote désordonnée, flexible. A l'inverse, si la salinité est forte et/ou si l'on se place à température ambiante, la macromolécule adoptera une conformation ordonnée, semi-rigide ou rigide.

De plus, cette transition semble ne pas être réversible: un échantillon « natif » de xanthane transitera vers un état « dénaturé » au-delà de T_m (par abaissement de la force ionique ou par chauffage), puis lors du refroidissement, ne reprendra pas nécessairement sa conformation initiale et se trouvera dans un état dit « renaturé » [23].

- **Etat « natif »**

L'état natif correspond à la conformation adoptée par la macromolécule après dissolution complète de la poudre de polymère dans l'eau à température ambiante. C'est une structure hélicoïdale (le diamètre de l'hélice est de quelques nanomètres) où les ramifications sont alignées le long du squelette principal et assurent la rigidité de la structure [23].

De plus, les macromolécules s'associent deux à deux en « double hélice » (à l'instar de l'ADN) pour former un état ordonné plus rigide encore. L'état ordonné peut résulter aussi de structures hybrides où une séquence ordonnée coexiste avec une séquence désordonnée au sein d'une même macromolécule.

- **Etat « dénaturé »**

L'état dénaturé est observé à une température supérieure à T_m . Il résulte du déploiement des chaînes latérales du polymère. A température ambiante, les ramifications du polymère interagissent avec le squelette principal par des liaisons hydrogène qui créent un ordre local. L'agitation thermique (ou une baisse de force ionique) provoque la rupture

de ces liaisons, permettant à la macromolécule de s'étendre. Il peut en résulter un découplage du double brin en deux simples brins. Cet état peut aussi être interprété comme une structure hybride où cette fois les portions ordonnées, rigides seraient largement minoritaires, de manière à former globalement des ensembles plus flexibles de type pelote expansée [23].

- **Etat « renaturé »**

Lors du retour à la température ambiante (ou par l'augmentation de la force ionique), la nature de la structure adoptée n'est pas clairement établie. La molécule est semi-rigide et en double brin même si la conformation diffère de celle de l'état initial : l'éventualité d'un processus d'association intramoléculaire par repliement d'un simple brin (type « épingle à cheveux ») n'est pas exclue. Il est probable aussi que des agrégats (microgels) apparaissent (même en solution diluée).

c). Conformation à l'état concentré

En solution diluée, la dénaturation de la molécule de xanthane se traduit par une dissociation irréversible de la double hélice en deux monofilaments. Et la renaturation s'effectue probablement selon un processus intramoléculaire à masse macromoléculaire constante n'impliquant qu'un seul brin.

En solution plus concentrée, au-delà de 1 % en polymère, la dénaturation a lieu sans dissociation des deux brins de la double hélice ou avec dissociation partielle, limitée aux extrémités de chaînes. La perte de l'ordre local par ouverture des chaînes latérales rend plus flexible l'ensemble, mais la structure de double hélice est globalement conservée. L'enchevêtrement des chaînes est cependant rendu possible par le gain en flexibilité lors de la montée en température. Parallèlement, des zones de jonctions intermoléculaires apparaissent et créent un réseau tridimensionnel qui renforce le caractère de type « gel faible » (gel physique) de la solution [24]. La salinité favorise la création de ces ponts intermoléculaires lors de la montée en température, et à forte concentration en sel la forme ordonnée peut même être conservée : le sel diminue l'activité des molécules d'eau donc leur potentiel de coordination par liaisons H aux groupements latéraux.

d). Les différents régimes de concentration.

L'organisation du xanthane en solution à l'échelle moléculaire est liée à plusieurs facteurs dont les principaux ont été présentés précédemment : température, force ionique, substituants, concentration en polymère dans la solution.

- **Régime semi dilué.**

La concentration en polymère gouverne plus particulièrement l'organisation supramoléculaire. A l'état dilué, les macromolécules peuvent être considérées comme des cylindres indépendants semi-rigide [25]. Au fur et à mesure que la concentration en polymère augmente, les macromolécules remplissent l'espace sans toutefois pénétrer le volume hydrodynamique « exclu » de leurs proches voisines. A partir d'une certaine concentration c^* (appelée concentration critique), les chaînes s'enchevêtrent et commencent à former un réseau tridimensionnel. Ce domaine de concentration est appelé « régime semi dilué » et commence pour le xanthane à des valeurs très faibles selon les masses moléculaires.

- **Régime concentré.**

Le passage au régime concentré, qui marque la fin du régime semi-dilué, n'est pas toujours observable. Il a été mis en évidence entre 0,6 et 0,8 % pour le xanthane [26]. Des comportements de type gel « faible » apparaissent dès ces concentrations et parfois à des dilutions plus importantes (de l'ordre de 0,1 % en polymère). Les interactions mises en jeu dans ces gels sont de faible énergie, à courte distance, réversibles. Elles sont de type « physique » (par opposition aux gels « chimiques », covalentement liés) : liaisons hydrogène, interactions de Van der Waals, liaisons électrostatiques attractives, répulsions entre sites ionisés du polymère, effets hydrophobes.

- **Régime très concentré.**

Aux plus hautes concentrations encore, les solutions de xanthane acquièrent les propriétés anisotropes d'un cristal-liquide. La rigidité des molécules induit une organisation supramoléculaire à longue distance mais cet arrangement ne se fait pas nécessairement dans les trois dimensions (d'où cet état intermédiaire entre le cristal parfaitement ordonné, anisotrope, et le liquide isotrope, totalement désordonné).

III.4.2. La carboxymethylcellulose (CMC) et PAC.

Depuis 1947 le Carboxyméthylecellulose (CMC) a été employé dans divers fluides de forage à base d'eau comme réducteur de filtrat ou comme viscosifiant. La molécule de base a été synthétisée en 1930 en Allemagne durant la première guerre mondiale [27]. Au commencement la CMC a été employé pour stabiliser les boues à base d'eau chargée avec des particules d'argile. Plus tard l'interaction de la molécule CMC avec des argiles a été étudiée, et le caractère anionique des molécules a été changé pour arriver à un certain

niveau d'inhibition d'argile, ceci a eue comme conséquence l'apparition des polymères polyanionique de cellulose (ou PAC) appliqués largement dans les fluides a base d'eau aujourd'hui. [28]

III.4.2.1. Definition.

La CMC est un polymère linéaire de cellulose d'éther, anionique et biodégradable. Il est un des plus souples des hydrocolloïdes hydrosolubles et a un certain nombre de propriétés importantes comprenant la solubilité, la rhéologie, l'adsorption sur des surfaces, etc. Indépendamment de ces derniers, la viscosité et le degré de substitution (DS) sont les deux propriétés principales du CMC qui déterminent la fonctionnalité, dont toutes les deux peuvent être réglés pendant le traitement [27].

La CMC est préparé par modification chimique de la cellulose. La cellulose est un polyholoside constitué de macromolécules linéaires formées par l'enchevêtrement de motifs β -D-glucose, chaque motif étant tourné de 180° par rapport à son motif voisin. D signifie qu'en projection de Fisher, le groupement hydroxyle secondaire du glucose porté par le carbone le plus éloigné de la fonction aldéhyde $H-C=O$ est à droite, β signifie que tous les substituants (atomes ou groupes d'atomes autre que H) sont en position équatoriale. L'oxygène hémi - acétatique et l'hydroxyle 2 forment des ponts holosidiques.

La cellulose naturelle est insoluble dans l'eau même en solution diluée parce que les atomes d'hydrogènes des groupements hydroxyles forment des liaisons intra et intermoléculaires qui rendent impossible la dissociation des chaînes. Une méthylation partielle écarte les chaînes et affaiblit cette interaction, la cellulose devient alors soluble dans l'eau.

Les trois groupements hydroxyles de chaque motif peuvent être substitués par réaction chimique. Le degré de substitution est une caractéristique du polymère. Il peut être au maximum de trois, l'estérification de la cellulose apporte un groupement chargé ($-COO-Na^+$) et confère un caractère polyélectrolyte au polymère ; on obtient ainsi les dérivés de type carboxylméthylecellulose.



Avec x: degré de substitution du produit.

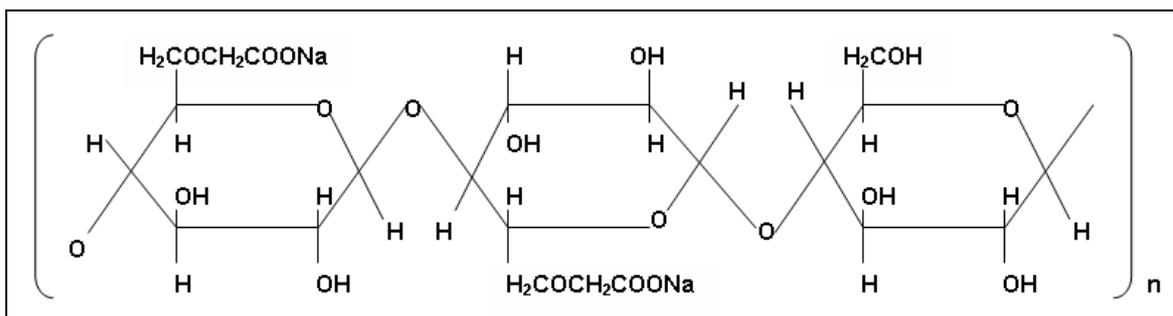


Figure III.4 : Structure chimique PAC. [27]

III.4.2.2. Influence des électrolytes

La CMC est à classer dans la catégorie des polymères flexibles puisque sa longueur de persistance est de l'ordre de 7 nm. Il résulte comme nous l'avons expliqué précédemment, que lorsqu'on ajoute du sel à une solution de la CMC, ses dimensions en solution diminuent fortement voir figure.

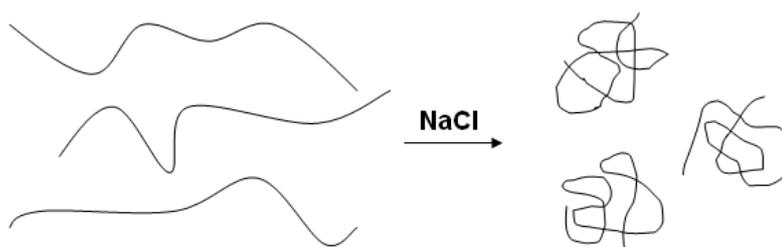


Figure III.5 : Diminution des dimensions des chaînes du CMC dans un milieu salin.

En présence d'ions di- ou multivalents, les fonctions carboxyliques présentes sur la chaîne sont susceptibles de fixer les ions multivalents provoquant une agrégation du polymère ou même une précipitation par pontage intermoléculaire par liaisons entre les ions Ca^{2+} et les groupes $-\text{COO}^-$ appartenant à différentes chaînes enchevêtrées dans la solution, les résultats de la littérature montrent que la stabilité des solutions des CMC en présence de cations divalents dépend fortement de la concentration en polymère.

Une caractéristique du PAC est le degré de substitution (DS) du groupe carboxyméthyl qui est supérieure à 0,8. Le polyanionique de cellulose est employé principalement comme réducteur de filtrat pour les boues à base d'eau douce et d'eau de mer mais il agit également en tant que viscosifiant dans ces systèmes. Le PAC est disponible en deux catégories (viscosité élevée et faible), de ce qui donnent le même degrés de réduction de filtrat mais différents degrés de viscosité. La stabilité thermique du PAC est de 149 °C et il n'est pas sensible à la dégradation bactérienne [30].

III.4.3. Le polyacrylamide partiellement hydrolysé PHPA.

Le polyacrylamide (PAM) dans sa forme partiellement hydrolysé (PHPA), a été employé dans le domaine d'exploitation pétrolière bien plus fréquemment que la gomme de xanthane. Le PHPA est un polymère de haut poids moléculaire, de nature anionique, de la famille des polyacrylamides, formé de chaînes linéaires de monomères d'acrylamide dont certains ont été hydrolysés, comme il est présenté sur la figure III.5. Le degré d'hydrolyse peut être établi par titration potentiométrique. Le polyacrylamide et un nombre de ses copolymères ont été employés dans plusieurs parties de l'industrie pétrolière ; comme inhibiteur dans les fluides de forage [31].

Une classe des boues à base d'eau emploie le polyacrylamide partiellement hydrolysé (PHPA) comme additif fonctionnel, pour l'encapsulation des déblais et la stabilisation des argiles. Le PHPA joue aussi le rôle de viscosifiant, réducteur de friction et floculant lorsque il apporte une réduction du filtrat. Le PHPA peut être utilisé dans les fluides de forage contenant de faibles quantités de solides a ceux alourdis, utilisés soit dans de l'eau fraîche et/ou dans de l'eau salée. Le PHPA est utilisé pour sceller les microfissures et couvrir les surfaces d'argile avec un film qui retarde la dispersion et la désintégration. KCl est employé comme qu'un inhibiteur d'argile dans la plupart des boues de PHPA conçus. Dans les boues à faibles quantités de solides, le PHPA agit avec des concentrations minimales de bentonite pour lier les particules ensemble et pour améliorer la rhéologie sans augmentation de la charge des solides colloïdaux [32][33].

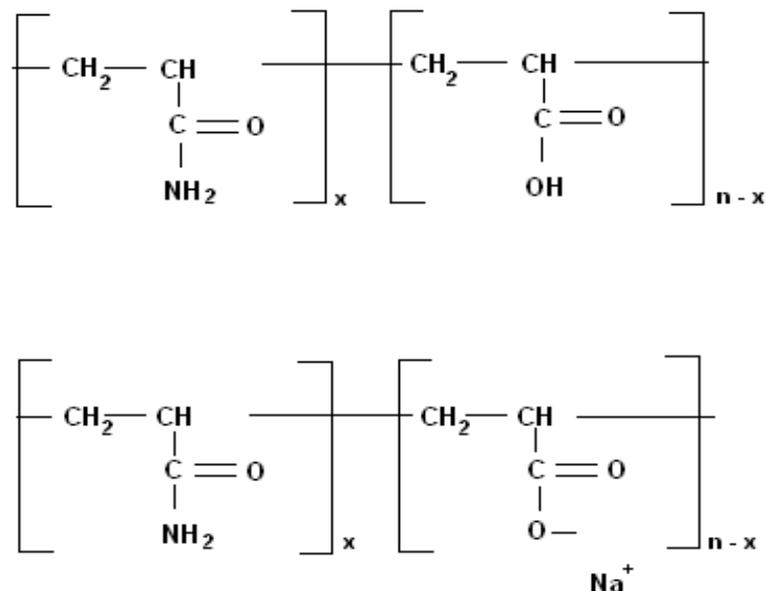


Figure III. 6 : Structure chimique du polyacrylamide partiellement hydrolysé et sa forme de sel de sodium correspondante. [31]

Il y a trois approches dans la théorie qui peuvent être employés pour synthétiser le PHPA :

- La polymérisation directe du radical libre d'acrylamide pur produire le polyacrylamide, suivie par une hydrolyse par acide ou par base de certains groupes d'amide le long de la chaîne principale du polyacrylamide pour donner le PHPA.
- La copolymérisation de l'amide et de l'acide acrylique a des rapports molaires donnés.
- La polymérisation de l'acrylamide pour donner l'acide polyacrylique, suivie par l'aminolysation du polyacrylamide.

Parmi ces trois méthodes, les procédures commerciales utilisent habituellement les deux premières comme une étape du procédé, même dans les méthodes une et trois, qui sont montrés comme étant en deux étapes. Il est à noter ici que les conditions utilisés pour l'obtention du PHPA dans le processus industriel peuvent être ajustés pour produire des polymères avec un pourcentage d'hydrolyse donné. Depuis qu'il y a des groupes réactifs latéraux le long de la chaîne du polymère ($-COOH$ et $-CONH_2$), alors des branchement latéraux et des réticulations peuvent se produire sous certaines conditions, mais ceci peut être aussi contrôlé expérimentalement. La polymérisation peut être effectuée en solution, des procédés de mélange de solvants et en phase dispersée.

Mais il reste que la méthode de la solution aqueuse est la plus commune et la plus utilisée pour la production du polyacrylamide.

Le PHPA est traditionnellement utilisé en même temps que KCl en tant que polymère qui agit par encapsulation d'argile. A des concentrations très élevées, le PHPA est utilisé pour enrober les argiles, améliorant la capacité de charge des déblais et le pouvoir lubrifiant de la boue.

Dans les zones où il y a des problèmes de stabilité de puits, les polymères sont habituellement complétés avec du sel qui fournit un cation pour aider à stabiliser la formation. Le polymère le plus commun utilisé pour se substituer de la boue à l'huile est le système de boue PHPA/KCl.

Il a les avantages de donner la stabilité des argiles et d'avoir la bonne capacité de charge. Ses inconvénients sont dues à la contamination par les solides et n'a pas la bonne stabilité thermique. [4]

III.4.4. Le glycol.

L'éthylène glycol fut synthétisé pour la première fois en 1859 par Charles Wurtz. Il fut produit en petite quantité durant la Première Guerre mondiale comme réfrigérant et comme constituant d'explosifs. Sa production industrielle débuta en 1937, dès lors que son précurseur, l'oxyde d'éthylène, fut lui-même produit en quantité industrielle à bas prix.

Il provoqua une petite révolution dans le monde de l'aéronautique en remplaçant l'eau du système refroidissant. Sa température d'ébullition élevée permit ainsi de diminuer la taille du radiateur, et donc son poids. Avant que l'éthylène glycol ne soit disponible, les systèmes de refroidissement utilisaient en effet de l'eau à haute pression ; ces systèmes étaient encombrants et peu fiables, et en cas de combat aérien, facilement touchés par les balles ennemies.

III.4.4.1. Définition.

L'éthylène glycol ou glycol est le plus simple composé chimique de la famille des glycols. Sa formule chimique est HO — CH₂ — CH₂ — OH (c'est un diol). L'éthylène glycol est fréquemment employé en tant qu'antigel, dans le liquide de refroidissement des automobiles. À température ambiante, c'est un liquide visqueux incolore et sans odeur, avec un goût sucré. L'éthylène glycol est toxique, et son ingestion nécessite des soins médicaux urgents.

III.4.4.2. Production

Il est synthétisé à partir d'éthylène, via un intermédiaire d'oxyde d'éthylène qui réagit avec l'eau, selon l'équation :



Cette réaction peut être catalysée en milieu acide ou basique, ou bien encore à haute température. En milieu acide et avec un excès d'eau, le rendement de la réaction peut atteindre 90 %. Les oligomères d'éthylène glycol (diéthylène glycol, triéthylène glycol, tétraéthylène glycol) peuvent être obtenus de la même manière

III.4.4.3. Utilisation

L'éthylène glycol est surtout employé en tant qu'antigel et réfrigérant. Son point de fusion étant bas, il a aussi été utilisé comme dégivrant pour les pare-brise et les moteurs à réaction. L'éthylène glycol a définitivement pris de l'importance dans le domaine des industries pétrochimiques, où il permet la production de fibres et de résines de polyesters, dont le polyéthylène téréphtalate, principal matériau des bouteilles en plastique. Ses propriétés antigels en font aussi un constituant important des solutions destinées à la conservation de tissus organiques à basse température.

La température d'évaporation élevée de l'éthylène glycol et sa grande affinité pour l'eau en font un déshydratant idéal pour la production de gaz naturel. Dans les tours de séparation, on fait ainsi se rencontrer l'éthylène glycol liquide coulant du haut de la tour avec le mélange d'eau et d'hydrocarbures gazeux s'échappant du bas. Le glycol capte l'eau et s'écoule au fond, tandis que les vapeurs d'hydrocarbures sont récupérées au sommet. On réinjecte ensuite l'éthylène glycol pour un nouveau tour.

L'éthylène glycol est aussi utilisé dans la fabrication de vaccins, bien qu'il ne soit pas présent dans la composition de ces derniers.

III.4.5. Les silicates de sodium

C'est au milieu des années 90 qu'il y a eu une augmentation dans la pression afin de trouver un fluide de forage à base d'eau de rendement élevé qui serait acceptable côté environnement et une alternative aux fluides de forage à base d'huile. Depuis les années 30, on l'a su que les fluides de forage à base de silicates fournissent une stabilité des argiles tel que celle à base d'huile. Hormis contenir le silicate de sodium ou de potassium, les fluides de forage à base de silicates courants auraient peu de similitude avec les premiers fluides. Les progrès dans la chimie de formulation ont fait que les fluides de forage à base de silicates aient une alternative efficace, souple et à prix réduit aux fluides de forage à base d'huile [34].

III.4.5.1. Introduction.

Les silicates solubles sont fabriqués en fondant le sable (SiO_2) avec du carbonate de sodium ou de potassium (K_2CO_3 ou Na_2CO_3) dans un four à 1100-1200 °C et puis la dissolution du verre en utilisant la vapeur à haute pression tout en formant un espace libre, le liquide légèrement visqueux connu sous le nom de " verre soluble" est produit. Le

silicate liquide est la forme commerciale la plus populaire de silicates solubles utilisés en fluides de forage. Cependant, les silicates liquides peuvent être séchés au vaporisateur pour former les poudres hydrols à dissolution rapide. Quand la garantie de conditions, tel que le stockage limité sur les installations en mer, les longues distances de transport ou l'exposition prolongée aux températures inférieures à zéro, les poudres hydrols peuvent offrir une alternative rentable aux silicates liquides.

Un des principaux paramètres qui détermine les propriétés des solutions solubles de silicates est le rapport de poids de SiO_2 - Na_2O . Par exemple, un silicate du rapport " 2,0 " a 2kgs de SiO_2 pour chaque 1kg de poids moléculaire de Na_2O . La masse moléculaire de SiO_2 et Na_2O est si proche que les rapports molaire et massique seraient la même chose pour tous les produits de silicate de sodium. Cependant, il convient de noter que les rapports molaire et massique pour des silicates de potassium diffèrent de manière significative. En terme de structure d'anion de silicate et concentration relative, les silicates liquides avec des rapports plus élevés contiendront des niveaux proportionnellement plus grands des espèces condensées et complexes avec des poids moléculaires plus élevés. De même, comme vu sur la figure 1, les bas et mi liquides de rapport contiendra les niveaux significatifs des chaînes et des répétitions à faible poids moléculaire de poids aussi bien que le monosilicate libre. Ces changements d'espèces de silicate peuvent avoir un impact mesurable sur la rhéologie du fluide de forage, l'inhibition de l'argile et la stabilité globale de boue. Le choix de rapport est donc une considération importante en fluides de forage a base de silicate.

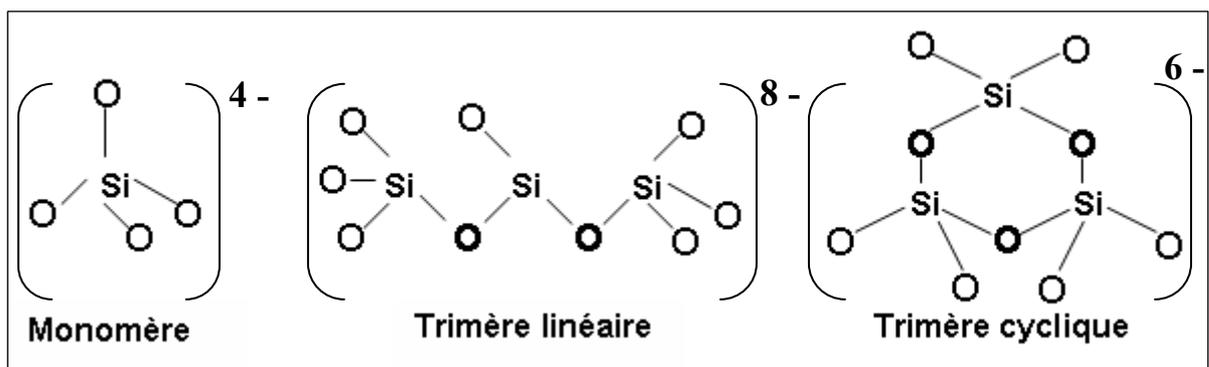
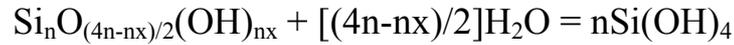


Figure III.7 : Les structures d'anion de silicate [34]

III.4.5. 2. Chimie des silicates

Une solution de silicate de sodium se compose d'espèces monomérique et polymérique. Les concentrations du monomère et du polymère dépendent de la teneur en silice et du rapport de $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ de la solution. Pour illustrer, une solution concentrée

ayant un rapport de $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ de 1,0 ou de 0,5 se compose principalement de SiO_3^{-2} et HSiO^- ; considérant que des solutions avec des rapports plus élevés de $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ sont caractérisées en augmentant la concentration en polymère et en augmentant la taille de polymère (diamètre jusqu'à 30nm). En outre, le polymère est en équilibre avec le monomère soluble $\text{Si}(\text{OH})_4$ suivant :



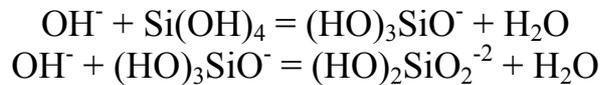
n = degré de polymérisation, dépend du $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$;

x = OH/Si dans le polymère (diminution de x avec l'augmentation de n).

Les polymères sont approximativement uniformes dans la taille. Dans une large gamme des polymères, les siliciums intérieurs sont liés par des pont d'oxygène tandis que le silicium extérieur peut être lié au moins à un OH^- . En outre, les particules du polymère peuvent être ionisé :



Ainsi, les particules du polymère sont en équilibre avec $\text{Si}(\text{OH})_4$ comme cité ci-dessus, et le $\text{Si}(\text{OH})_4$, alternativement, est dans l'équilibre avec les ions monomériques de silicate, pour exemple :



Par conséquent, un équilibre existe entre la silice ionique et colloïdale, ou la silice polymérisée, s'exprime de cette façon:



En général, en tant que solutions alcalines concentrées, les silicates sont dilués (à une limite inférieure de ~330 ppm), le pH et $[\text{OH}^-]$ sont réduites, et des ions de silicate s'hydrolysent pour former une large espèce polymérique avec un rapport $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ inférieur. Comme indiqué par Iler [35]: "quand une solution soluble de silicate, qui est toujours fortement alcaline, est neutralisée par l'acide à un pH d'environ 10,7, les ions de silicate se décomposent en acide silicique $[\text{Si}(\text{OH})_4]$, qui, après se polymérise en silice."

III.4.5.3. Mode d'action du système silicate.

Le système de silicate réalise son inhibition supérieure par une triple approche :

- La liaison chimique directe des polymères de silicate pour forer les déblais et les surfaces de la formation
- Précipitation du silicate avec les ions bivalents

- La polymérisation de silicate qui a comme conséquence les structures complexes et inorganiques de polymère qui réagissent avec les surfaces argileuses.

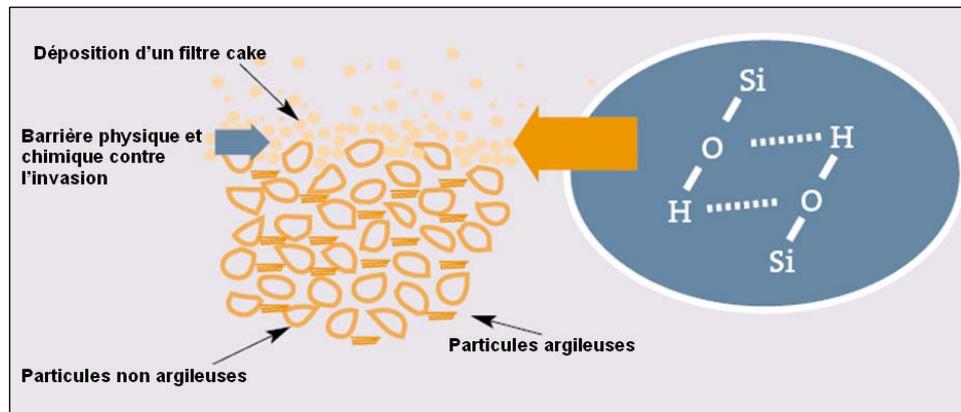


Figure III.8 : La polymérisation du monomère de silicate de haut rapport fournit efficacement une barrière physique et chimique à l'invasion de filtrat et de particules. [35]

On peut remarquer deux mécanismes d'actions du silicate qui sont :

a)- La gélification est l'auto polymérisation où la condensation des structures solubles de silicates pour former une structure hydrosoluble et amorphe de gel de silicate. La gélification est apportée par une baisse du pH avec une polymérisation commençant à se produire rapidement à pH en dessous de 10,5.

b)- La précipitation du silicate est le raccordement absolu des molécules de silicate par les cations polyvalents (c.-à-d. Ca^{+2} Mg^{+2} Al^{+3} Fe^{+3} etc.). On le croit que pendant que le silicate dans la boue entre en contact avec l'eau interstitielle légèrement acide (pH 6-8) et polyvalent, une réaction localisée de gélification, couplée à une quantité mineure de précipitation, a lieu généralement pour bloquer l'afflux de la boue et la pression dans la formation. Ces réactions mènent également au scellement de microfissure, les fissures et la blocaille donnant au silicate un avantage décidé par rapport à n'importe quelle boue d'huile, réduisant de manière significative les pertes et coûts potentiels de la boue.

Ces mécanismes uniques de gélification et/ou de précipitation font également que le silicate est un agent réducteur de filtrat, surtout qu'il y a peu de transfert de fluide et de pression vers la formation, maintenant l'intégrité du puits intacte. De plus de cette chimie unique, les fluides de forage à base de silicate fournissent un produit de filtration perméable mince, dur, ultra bas réduisant de manière significative les problèmes de forage, tout en fournissant le cimentage amélioré.

Les mécanismes d'inhibition de silicate empêchent les déblais d'être facilement dispersés dans le fluide de forage. Il n'est pas rare qu'une boue à base de silicates

maintienne sa densité initiale durant tout le forage. La capacité d'un fluide de forage de silicate d'inhiber signifie également un très peu d'usure, menant à un court ou pas de temps d'arrêt.

III.4.5.4. Les avantages environnementaux des silicates

Les silicates font partie des produits destinés pour le forage pétrolier et ne présentent pratiquement pas d'inconvénients pour l'environnement. Des silicates solubles sont dérivés, et finalement de retour vers la nature, tel que la silice (SiO_2) et le sodium et le potassium qui sont des composés solubles. Puisque ceux-ci sont parmi les composants chimiques les plus communs de la terre, elles offrent peu de potentiel pour des effets nocifs sur l'environnement.

L'addition du silicate de sodium ou de potassium à l'eau de mer mène à leur précipitation rapide pour former des silicates de calcium et de magnésium. Ces précipités sont des produits relativement inertes et non toxiques.

Chapitre IV : LES ARGILES

Grâce à leurs propriétés, Les minéraux argileux ont été longtemps utilisés dans de larges domaines d'applications. Outre la fabrication de matériaux de construction, ils sont utilisés, à titre d'exemple, pour l'élaboration de matériaux polymères ou encore le raffinage d'huiles alimentaires, la cosmétique ou la médecine, et entrent dans la formulation des boues de forage, entre autres, grâce à leurs propriétés micro et macroscopiques, et leur prédominance dans l'écorce terrestre les argiles ont pour retrouver une place colossale parmi les matériaux qui existants.

Une compréhension bien approfondie des argiles peut être l'outil le plus précieux pour celui qui va étudier la boue. L'argile peut être additionné intentionnellement ou elle peut entrer dans la boue comme un contaminant majeur à travers la dispersion des solides de forage. Dans d'autres cas, elle devient la partie active du système. Pour cette raison, il est nécessaire de comprendre la chimie de base des argiles pour bien contrôler les boues à base d'eau. La chimie des argiles est aussi importante à l'égard des interactions entre les boues à base d'eau et les autres additifs qui affectent la stabilité du puits foré.

Dans l'industrie des fluides de forage, certain minéraux d'argile comme la smectite, le majeur constituant de la bentonite, sont utilisés pour apporter la viscosité, la structure gel et le contrôle des pertes.

Le terme bentonite est utilisé pour faire référence à la montmorillonite sodique (qui est une forme de smectite) utilisé comme additif pour les fluides de forage. Géologiquement, la bentonite est une couche de résidus volcaniques altérés, l'un des plus grands endroits de résidus volcanique qui se trouve depuis 60 millions d'années passées dans la région nord de l'Amérique, aujourd'hui connue « blacks hills of Wyoming and south dakota, and the big horn montains of Wyoming ». [36]

IV.1. Définition

Il n'existe pas de définition unique du terme " argile ". Le mot " argile " englobe deux connotations, l'une liée à la taille des grains et l'autre à la minéralogie. La définition dépend de la discipline concernée. Le géologue considère comme " argile " tout minéral de faible granulométrie, la limite étant fixée à 2 ou 4 microns selon les cas. Les ingénieurs s'attachent plutôt aux propriétés de plasticité des matériaux argileux quelque soit leur taille. Les céramistes regroupent les matériaux selon leur comportement au chauffage... Généralement, les minéraux argileux sont des phyllosilicates hydratés de petite taille.

Tous les minéraux argileux ne sont pas des phyllosilicates (e.g, quartz, feldspath), ni même des silicates (e.g, oxydes). Les argiles sont généralement cristallisées, même si des argiles amorphes existent (e.g. allophanes dans les sols développés sur substrat volcanique ou andosols).

IV.2. Minéralogie, structure et propriétés chimiques des argiles

IV.2.1. Minéralogie et cristallographie des argiles

Les minéraux argileux font partie de la famille des phyllosilicates. Ils se présentent sous forme de particules de petites dimensions. Leur structure est composée de deux unités:

- La couche tétraédrique;
- La couche octaédrique.

Les différents groupes de minéraux argileux se différencient par l'arrangement de ces deux couches (Figure IV.1).

L'organisation structurale des phyllosilicates se base sur une charpente d'ions O^{2-} et OH^- . Ces anions occupent les sommets d'assemblages octaédriques (O^{2-} et OH^-) et tétraédriques O^{2-} [37]. Dans les cavités de ces unités structurales élémentaires viennent se loger des cations de taille variable (Si^{4+} , Al^{3+} , Fe^{3+} , Fe^{2+} , Mg^{2+}) en position tétraédrique ou octaédrique. Ces éléments s'organisent planairement pour constituer des couches octaédriques et tétraédriques dont le nombre détermine l'épaisseur du feuillet. L'espace entre deux feuillets parallèles s'appelle espace interfoliaire. Lorsque deux cavités sur trois de la couche octaédrique sont occupées par Al^{3+} (ou un autre ion métallique trivalent) la structure est dénommée *dioctaédrique*. Quand la totalité des cavités octaédriques est occupée par des ions métalliques bivalents, la structure s'appelle *trioctaédrique*.

Par ailleurs, il peut exister des substitutions isomorphiques dans les couches tétraédrique ($\text{Si}^{4+} \rightarrow \text{Al}^{3+}, \text{Fe}^{3+}$) et/ou octaédrique ($\text{Al}^{3+} \rightarrow \text{Mg}^{2+}, \text{Fe}^{2+}$, ou $\text{Mg}^{2+} \rightarrow \text{Li}^+$). Ces substitutions entraînent un déficit de charge qui est compensé, à l'extérieur du feuillet, par des cations compensateurs.

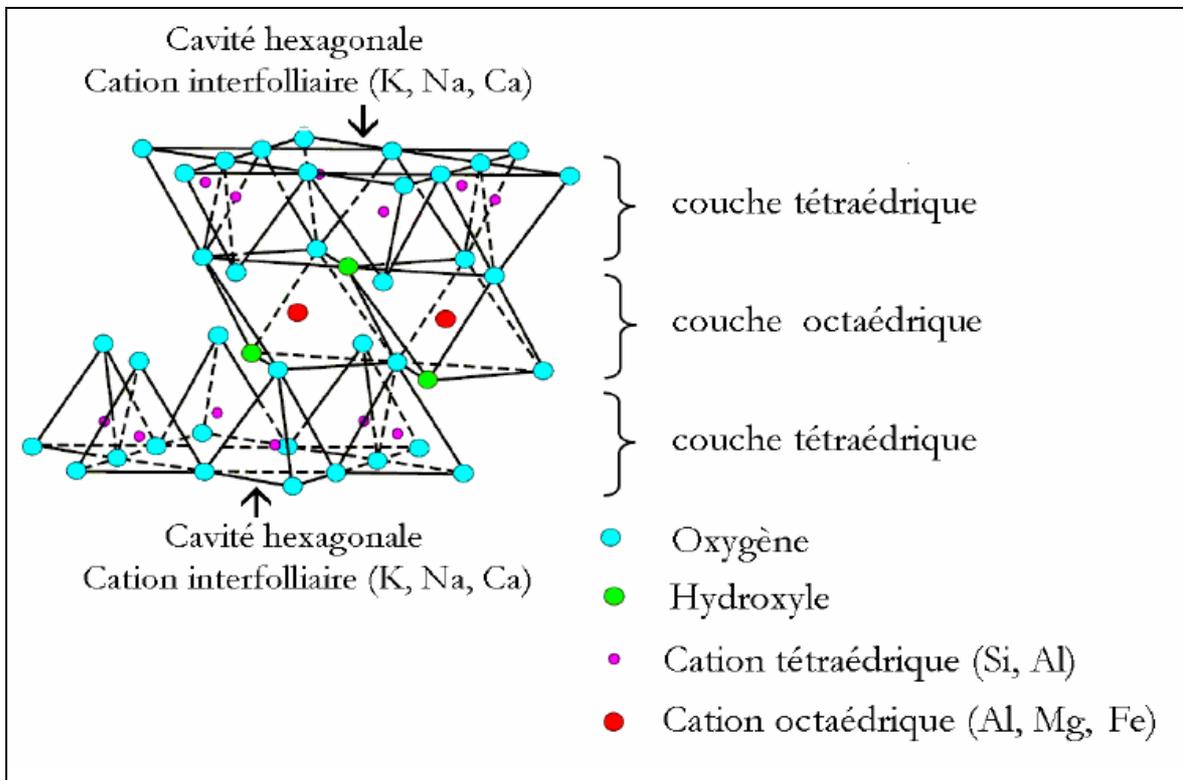


Figure IV.1 : Représentation schématique d'un feuillet de phyllosilicate 2:1 (smectite) [42]

Il existe différentes classifications des argiles. La plus classique est basée sur l'épaisseur et la structure du feuillet. On distingue ainsi 4 groupes:

Minéraux à 7 Å : Le feuillet est constitué d'une couche tétraédrique et d'une couche octaédrique. Il est qualifié de T:O ou de type 1:1. Son épaisseur est d'environ 7 Å.

Minéraux à 10 Å : Le feuillet est constitué de deux couches tétraédriques et d'une couche octaédrique. Il est qualifié de T:O:T ou de type 2:1. Son épaisseur est d'environ 10 Å.

Minéraux à 14 Å : Le feuillet est constitué de l'alternance de feuillets T:O:T et de couches octaédriques interfoliaires.

Minéraux interstratifiés : L'épaisseur du feuillet est variable. Ces minéraux résultent du mélange régulier ou irrégulier d'argiles appartenant aux groupes ci-dessus.

Les trois familles les plus importantes des phyllosilicates sont les kaolinites, les illites et les smectites.

- **La Kaolinite.** Dans le cas de la kaolinite, le feuillet est toujours neutre, dioctaédrique et alumineux, de composition $(\text{Si}_2)(\text{Al}_2)\text{O}_5(\text{OH})_4$ par demi-maille [38]. Morphologiquement, la kaolinite se présente sous forme de particules hexagonales constituées par des empilements de feuillets. La faible capacité d'échange des kaolinites est due à des sites de surface amphotères.

- **Les Smectites.** Ce sont des phyllosilicates constitués de deux couches tétraédriques encadrant une couche octaédrique (phyllosilicates 2:1). Les minéraux les plus importants de cette famille sont la montmorillonite, la beidellite, l'hectorite et la saponite. La charge élevée de ces argiles est due pour l'essentiel à des substitutions isomorphiques. Cette charge est donc permanente, négative et dépendante du pH. Des cations compensateurs viennent alors se placer dans l'espace interfoliaire pour combler le déficit de charge. Ces argiles ont une capacité d'échange cationique élevée. Des molécules d'eau sont susceptibles de s'insérer dans l'espace interfoliaire et le degré d'hydratation dépend de la nature du cation hydraté et de l'humidité relative. Cette possibilité de « gonflement » des espaces interfoliaires conduit à désigner ces argiles par le terme d'« argiles gonflantes ». D'un point de vue textural, les smectites sont généralement constituées de feuillets de grande extension latérale, associés, les uns aux autres en nombre très variable selon l'humidité et la nature du cation échangeable.

A titre d'exemple, la **montmorillonite** est une argile dioctaédrique. L'aluminium des couches octaédrique peut être remplacé par Mg, Fe, Zn, Ni, Li, etc. Il peut d'autre part remplacer jusqu'à 15 % du silicium dans la couche tétraédrique.

- **L'Illite.** Comme les smectites, l'illite est un phyllosilicate 2:1. Les feuillets possèdent une charge globale négative, plus élevée que celle des smectites, qui est compensée par des ions potassium. La différence fondamentale avec les smectites réside dans le fait que les ions compensateurs (potassium) ne sont que très faiblement échangeables : l'illite a une capacité d'échange cationique faible. Il n'y a pas d'hydratation des espaces interfoliaires.

IV.2.2. Espaces interfoliaires.

Les espaces qui se trouvent entre les feuillets peuvent être vides ou remplis.

- Ils sont vides lorsque les différents feuillets sont neutres et liés entre eux par des liaisons hydrogène dans le cas des espèces 1:1, ou par des liaisons de Van der Waals dans le cas des minéraux 2:1 type talc ou pyrophyllite [38].
- Ils sont occupés par des cations dès que les feuillets de l'édifice présentent un déficit de charge à la suite de substitutions isomorphiques. Ces cations rétablissent l'électro-neutralité du système et en même temps assurent la liaison entre les feuillets adjacents, qui est ici de nature ionique. Ces cations peuvent être soit «secs» soit hydratés. Les cations les plus fréquents sont Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ , Na^+ , Li^+ .

IV.2.2. a. *Phyllosilicates non-expansibles.*

Les feuillets d'illite, où la charge est compensée par du potassium, constituent un exemple de ce type d'arrangement. La cohésion des feuillets est telle que l'échange du cation compensateur par d'autres cations ne peut se réaliser dans les conditions naturelles. Nous avons affaire à des minéraux à l'espace interfoliaire anhydre et présentant des espacements constants, voisins de l'épaisseur du feuillet ($\sim 10 \text{ \AA}$)

IV.2.2.b. *Phyllosilicates expansibles.*

Dans ce cas les cations compensateurs sont hydratés et la présence d'un film d'eau entre les feuillets concourt à leur écartement. On parle alors de minéraux expansibles. La propriété essentielle de ces minéraux est de se disperser au contact de l'eau pour former des suspensions plus ou moins stables. Les cations interfoliaires sont en général échangeables par des cations organiques et minéraux, se trouvant dans des solutions mises au contact du phyllosilicate (Figure IV-2). On caractérise alors chaque phyllosilicate par sa «Capacité d'Echange Cationique» (CEC) définie comme étant le nombre de cations monovalents (équivalents chimiques) qu'il est possible de substituer aux cations compensateurs pour compenser la charge électrique de 100 g de minéral calciné.

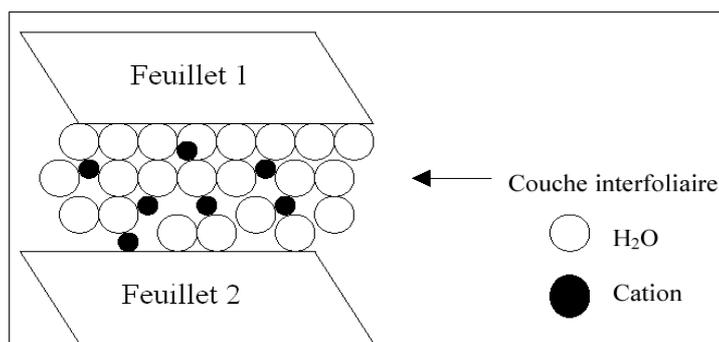


Figure IV.2. Représentation schématique de la couche interfoliaire dans le cas de cations interfoliaires hydratés. [38]

IV.3. Organisation texturale des matériaux argileux

Grâce à l'utilisation de techniques expérimentales telles que la Diffusion aux Petits Angles des Rayons X (DPAX), la Microscopie Electronique à transmission (MET) et la Microscopie Electronique à Balayage (MEB), les différents auteurs ont mis en évidence trois niveaux d'organisation dans les systèmes argileux, définissant, aussi, différents types de porosité.

IV.3.1. Organisation de la phase solide

Trois unités structurales composent la phase solide : le feuillet (15-25 Å), la particule (200- 1500Å), l'agrégat (1,5-16 μ m) [39].

IV.3.1.1. Définitions

a). Les feuillets

Les feuillets sont les unités structurales de base définissant la nature minéralogique, l'appartenance au type d'argile, les propriétés physico-chimiques ainsi que le comportement macroscopique. Séparés les uns des autres par une quantité d'eau variable, ils sont regroupés parallèlement au sein d'édifices que nous appellerons *particules*.

b). La particule

Les particules constituent le premier niveau d'organisation. Elles sont caractérisées par un empilement de feuillets identiques parallèlement à leur plan de base. Les forces de cohésion entre feuillets sont plus faibles que celles existant au sein du feuillet. La structure d'une particule observée dans un plan perpendiculaire au plan des feuillets montre qu'elle peut être ordonnée (distance interfeuillets constante) ou désordonnée (distance interfeuillets variable). Il existe un nombre important de termes pour désigner les particules.

c). L'agrégat

L'agrégat est un assemblage de particules dont l'arrangement est gouverné par le type de forces résultant des interactions entre particules (et du degré de compaction). En effet, lorsque les forces répulsives sont dominantes, les particules s'orientent parallèlement et la structure est dite dispersée. Ces particules s'assemblent au sein d'*agrégats*, plus au moins denses selon la texture et le nombre des particules, ainsi que les distances entre celles-ci. En prenant pour référence les données de Van Olphen [40], portant sur les minéraux expansibles, a proposé une nomenclature pour nommer les différents modes d'association des particules: bord à bord et face-face. L'agrégat constitué de plusieurs particules primaires a été nommé «unité morphologique».

Le dernier niveau d'organisation est constitué par les *super-agrégats*, où se regroupent les agrégats.

Selon la quantité d'eau présente au sein du système et la nature du matériau considéré, l'organisation sera plus ou moins poussée. Il en résulte différents types de structuration. La montmorillonite est une argile possédant des unités morphologiques très déformables. Ces déformations sont probablement plus aisées que dans les autres phyllosilicates, étant donné qu'il n'existe pas ou peu d'association face-face des particules primaires conduisant à des agrégats, mais seulement des liaisons bord-bord entre particules primaires, qui joueraient un rôle de charnières. Mais cette déformation est certainement limitée du fait que les particules possèdent une certaine rigidité.

IV.3.1.2. Structures granulaires et de type gel**a). Structures granulaires**

Au sein des particules, les feuillets sont séparés par un nombre variable de couches d'eau (entre 0 et 4) et des pores lenticulaires de l'ordre de 30 à 50 Å. Les particules sont plus ou moins épaisses, selon la nature du cation compensateur et les paramètres physico-chimiques du milieu.

Les particules sont séparées les unes des autres par d'importantes quantités d'eau mais elles ne sont cependant pas indépendantes. Du fait de la très grande étendue des feuillets dans leur plan et des forces d'attraction interfeuille, il se forme des connections entre particules par rapprochement de deux zones de feuillets extérieurs à deux particules adjacentes, ou par interaction bord-face entre feuillets. Les particules ainsi connectées

forment des agrégats. Dans le cas des suspensions très denses, voire des pâtes, les agrégats se regroupent à leur tour au sein de super-agrégats.

Cette organisation en particules, agrégats et parfois super-agrégats est caractéristique d'un milieu granulaire.

b). Structure de type gel

Lorsque l'hydratation se poursuit par le gonflement, voire la dispersion des particules, on désigne la suspension résultante sous le terme de gel. Les gels sont caractérisés par des particules très lâches constituées d'un nombre faible de feuillets (en moyenne 5) voire des feuillets isolés, situés à des distances allant de 30 à quelques centaines d'Å. (Figure IV.3)

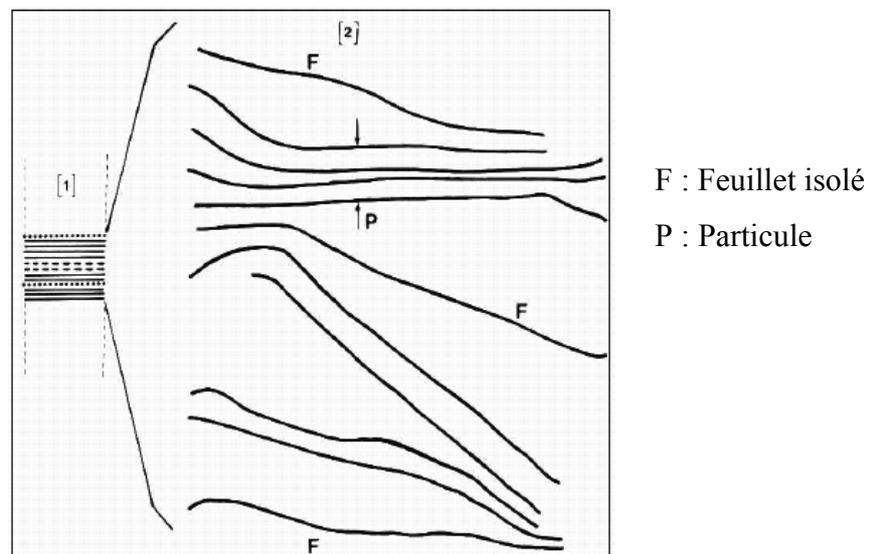


Figure IV.3. Représentation schématique du gel à température ambiante (observé à -10°C). [39]

L'ensemble forme un réseau très souple, aux propriétés importantes de viscosité et de thixotropie.

IV .3.2. Organisation des espaces poreux

L'organisation des matériaux argileux (du feuillet à l'assemblage d'agrégat) ne peut être interprétée que si l'organisation de l'espace poral est prise en considération. La dimension, la forme la distribution des espaces poreux dépend de la granulométrie du matériau argileux, de son caractère gonflant, du fluide interstitiel et des contraintes. Il y a l'existence de trois types d'espace lié à l'organisation de la phase solide (Figure I-4).

i) *L'espace interfoliaire* sépare deux feuillets dans un empilement. Il est généralement occupé par les couches d'eau adsorbée (1 à 4) et des cations échangeables, et son épaisseur moyenne est comprise entre 1,5 et 2,5 nm.

ii) *L'espace interparticulaire* séparant les particules argileuses qui forment les agrégats. Il est susceptible de diminuer jusqu'à atteindre la valeur de l'espace interfoliaire pour les argiles fortement compactées ; dans ce type d'espace la double couche peut se développer. Les micropores lenticulaires sont intérieurs aux particules, à l'échelle de quelques nm.

iii) *L'espace interagrégat* a une section moyenne comprise entre 1,6 et 16 nm où l'eau circule librement (eau libre) limitant les effets électrostatiques de la double couche.

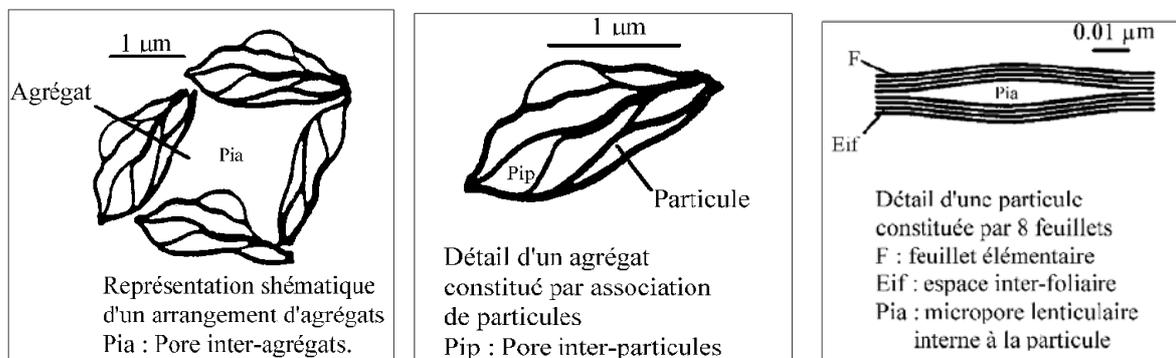


Figure IV.4. Les différents types d'espaces poreux [39].

IV.4. Hydratation des matériaux argileux

Les minéraux argileux présentent une grande affinité pour l'eau qui s'exprime d'une part par la quantité d'eau qu'est susceptible de retenir une argile et d'autre part par l'énergie avec laquelle cette eau est retenue. Ce phénomène d'ordre capillaire est naturellement très important pour l'ensemble des matériaux argileux en raison de leur granulométrie excessivement fine. La présence de charges à la surface des feuillets est un paramètre supplémentaire qui contribue à accentuer les interactions argile - eau.

IV.4.1. Hydratation interfoliaire, gonflement et dispersion des feuillets

La propriété commune à tous les phyllosilicates à CEC non nulle est de gonfler, en présence d'eau, pour former des solides hydratés, des gels et/ou des suspensions plus ou moins stables. La pénétration des molécules d'eau dans les espaces interfoliaires détermine une augmentation du volume, et donc l'apparition d'une pression de gonflement. Il peut y avoir d'une à quatre couches d'eau en fonction de la quantité d'eau entre les feuillets.

Pendant l'hydratation d'une montmorillonite initialement sèche, l'espace interfoliaire va augmenter suite à l'hydratation. Lors de ce phénomène, l'écartement des feuillets d'argile sera d'autant plus faible que le rayon ionique hydraté du cation compensateur sera petit. Il s'agit d'un *gonflement intracristallin*. Dans le cas d'une Montmorillonite-Ca, le phénomène de gonflement est réduit à ce mécanisme.

Dans le cas d'une Montmorillonite-Na il existe aussi un *gonflement osmotique* qui résulte de la formation d'une couche diffuse. L'épaisseur de celle-ci, qui dépend de l'ion considéré et des caractéristiques de la solution, peut atteindre 100 nm. La raison du gonflement osmotique est la différence de concentration entre la solution interne (Na^+ dans l'espace interfeuille) et externe, avec une concentration inférieure en Na^+ . Cause de la fixation électrostatique de Na^+ , cette différence ne peut être compensée que par une quantité supplémentaire d'eau entrant dans l'espace interfeuillets. [41]

A deux échelles différentes, on observe les processus suivants:

- La pénétration des molécules d'eau entre les particules élémentaires ; c'est la dispersion interparticulaire.
- La pénétration des molécules d'eau entre les feuillets qui constituent une particule.

Ce phénomène d'hydratation interfeuille augmente la distance entre les feuillets.

L'insertion de l'eau se poursuit au-delà de 4 couches par un deuxième processus, continu cette fois, qui est le gonflement proprement dit. Il est principalement dû à la formation, entre feuillets adjacents, d'une «double couche diffuse».

Les propriétés d'hydratation, de gonflement et de dispersion n'existent que parce que l'énergie de cohésion interfoliaire est suffisamment faible pour que les molécules d'eau puissent pénétrer entre les feuillets. L'aptitude d'un phyllosilicate à s'hydrater résultait de la concurrence entre :

E_A - l'énergie d'attraction des molécules d'eau (la somme des interactions eau-cations, eau-eau et eau-feuillets) et

E_C - l'énergie de cohésion interfeuillets (qui dépend des cations interfoliaires, de l'origine de la charge du feuillet et du mode d'empilement des feuillets).

On peut, donc, expliquer l'existence de divers modes de gonflement sur une base énergétique:

- Lorsque la cohésion reste élevée, l'hydratation est limitée à quelques couches d'eau. Le cas typique est la montmorillonite-Ca, pour laquelle $E_C > E_A$ dès l'adsorption de la deuxième couche d'eau.
- Lorsque la cohésion interfeuillet devient très faible, on a toujours $E_A > E_C$ et le nombre de couches d'eau insérées peut devenir très élevé, conduisant, comme dans le cas de la montmorillonite-Na, à la dispersion des feuillet.

IV.4.2. Association des particules dans les suspensions d'argile

Si la concentration de l'argile est assez haute, la fluctuation causera la formation d'une structure continue de gel au lieu de différentes floculations, la structure du gel se construit lentement avec le temps. car les particules s'orientent par elles-mêmes vers des positions d'énergie libre minimum sous l'influence du mouvement brownien, la concentration de l'argile présent dans le système et la teneur en sel sont des facteurs décisifs dans la durée exigée pour le gel pour atteindre sa force maximum.

L'énergie électrique d'interaction pour les trois types d'association est régi par trois combinaisons différentes des deux doubles couches, également le taux de diffusion des particules, quand la suspension d'argile est floculée les divers modes de l'association de particule sont illustrés dans la FIGURE 4. L'association de FF mène à des flocons plus épais et plus grands, et l'association d'EF et d'EE mènent à des structures volumineuses tridimensionnelles 'château-de-cartes' [42].

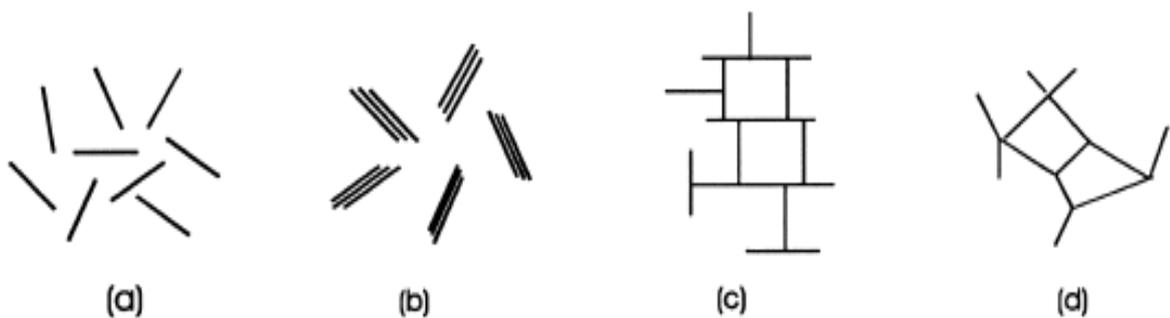


Figure IV.4 : Modes d'association de particules dans des suspensions d'argile:

(a) dispersés (b) face-face (c) face-bord (d) bord-bord

IV.5. Classement des matériaux argileux selon les propriétés macroscopiques

Les propriétés mécaniques et d'hydratation conduisent à classer les argiles en deux grandes catégories:

IV.5.1. Argiles gonflantes–Smectites.

Les smectites sodiques ont les propriétés les plus utiles. Les particules constituées de feuillets de grande extension latérale qui peuvent «glisser» les uns sur les autres, sont flexibles. Lorsqu'une smectite sodique subit une contrainte hydrique ou mécanique, les particules se déforment et tendent à se placer parallèlement les unes aux autres. Il en résulte que la porosité diminue dans les mêmes proportions que la teneur en eau et la taille des pores est très faible par rapport à celle des particules. Ces caractéristiques d'ordre textural et les propriétés de gonflement expliquent la faible perméabilité des smectites sodiques. Les smectites calciques présentent des propriétés d'hydratation et de gonflement ainsi que des perméabilités intermédiaires entre celles des smectites sodiques et celles des argiles non gonflantes.

IV.5.2. Argiles non gonflantes –Illite et Kaolinite.

Les propriétés de rétention d'eau de ces argiles sont très nettement inférieures à celles de smectites. Dans le deux cas, les particules argileuses, constituées de feuillets fortement associés les uns aux autres, sont peu déformables. Très schématiquement, lorsque des matériaux de ce type subissent une contrainte hydrique ou mécanique, les particules se rapprochent sans se déformer jusqu'à ce qu'elles forment des édifices stables (limite de retrait). La porosité qui reste élevée est d'une taille voisine de celle des particules. Ceci explique que ces argiles soient plus perméables et moins plastiques que les smectites.

Chapitre V : PHYSICO-CHIMIE DES FLUIDES DE FORAGE

Pour savoir bien maîtriser la stabilité puis les propriétés d'écoulement des suspensions concentrées, il est nécessaire d'avoir un contrôle sur les différentes interactions, qu'elles soient répulsives, attractives ou qu'elles entraînent ou pas la ségrégation des particules en suspension. Nous définissons dans la suite les propriétés physico-chimiques des suspensions.

Les suspensions surtout celles d'argile comportons : la force ionique, les interactions de van der Waals et électrostatiques ne sont pas ajustables. Il est toutefois possible de contrôler leur stabilité avec l'ajout de polymères, mais il est alors plus difficile de comprendre les propriétés d'écoulement ou les liaisons entre structures et propriétés d'un système aussi complexe qu'une suspension d'argile/polymère.

V.1. Généralités sur les suspensions

V.1.1. Définition

Une suspension ou dispersion est l'état d'un solide divisé, mêlé à la masse d'un liquide sans être dissous par lui. Les suspensions sont omniprésentes dans la vie courante : sang, peinture, céramique, ciment et bien sure les boues de forage. Le contrôle de la structure des suspensions constitue donc un intérêt capital pour l'industrie. La stabilité et la rhéologie sont les deux grandeurs qu'il faut maîtriser dans une suspension. La stabilité dépend de la taille des particules mais aussi du contrôle des propriétés physico-chimiques de leurs surfaces.

Cette partie vise à mettre l'accent sur les paramètres physico-chimiques qui permettent de contrôler la stabilité de nos suspensions. La figure V.1 représente les trois échelles pertinentes dans l'étude des suspensions :

- macroscopique, représentée par un échantillon homogène avec ou sans séparation de phase ;
- microscopique, où l'on remarque le côté multiphasique (particules dans le liquide) ;

– nanoscopique, qui est l'échelle des interactions de surface.

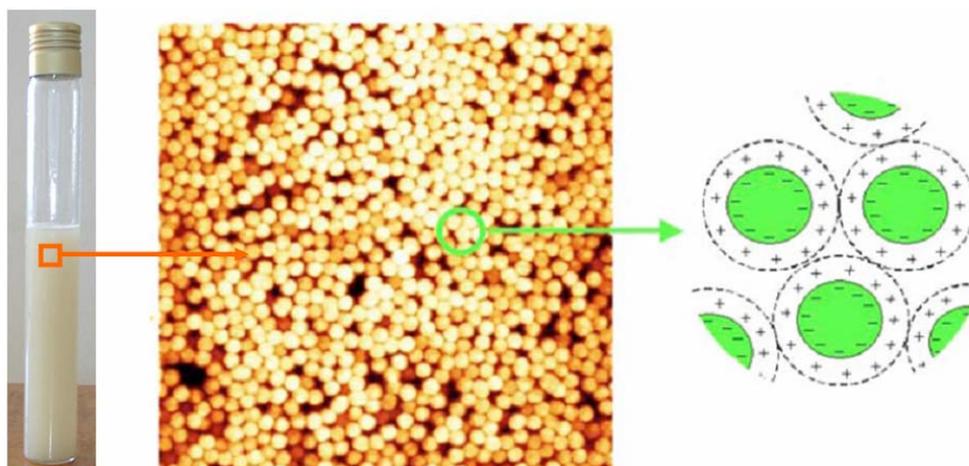


Figure V.1: *Trois échelles caractéristiques dans une suspension.*

Suivant qu'une particule soit Brownienne ou non, elle sera soumise ou non aux forces de gravitation, à l'agitation thermique et aura un comportement spécifique sous écoulement (force hydrodynamique).

V.1.2. Le mouvement brownien et la gravité.

Des particules solides plongées dans un solvant sont soumises à des collisions de la part des molécules du fluide, à cause de l'agitation thermique. Si les particules sont suffisamment grandes, les chocs sont isotropes. La quantité de mouvement moyenne reçue est nulle. Seules les forces de gravité s'exercent sur les particules qui sédimentent. En revanche, pour de très petites particules, la quantité de mouvement induite n'a pas une moyenne nulle : les particules diffusent dans le liquide interstitiel. Cette diffusion s'oppose à la sédimentation et un état d'équilibre s'établit.

Ces mouvements browniens permettent aussi d'expliquer la capacité qu'ont certaines suspensions à recouvrer leurs propriétés initiales après une période de repos suffisamment longue.

V.1.3. Interface minéral-solution

V.1.3.1. Double couche électrique

Les particules d'argile en suspension doivent leur stabilité à la répulsion mutuelle quand leurs doubles couches électriques diffuses se mettent en contact agissent l'un sur l'autre à

l'approche. Dans les systèmes argile-eau, une double couche se forme à partir de la charge négative de surface et de la charge du cation compensateur figure V.2. Dans le cas des particules d'argile, la charge négative est une conséquence des imperfections dans l'intérieur du cristal. Les colloïdes d'argile possèdent une charge constante, parce que sa charge extérieure résulte de la substitution isomorphe.

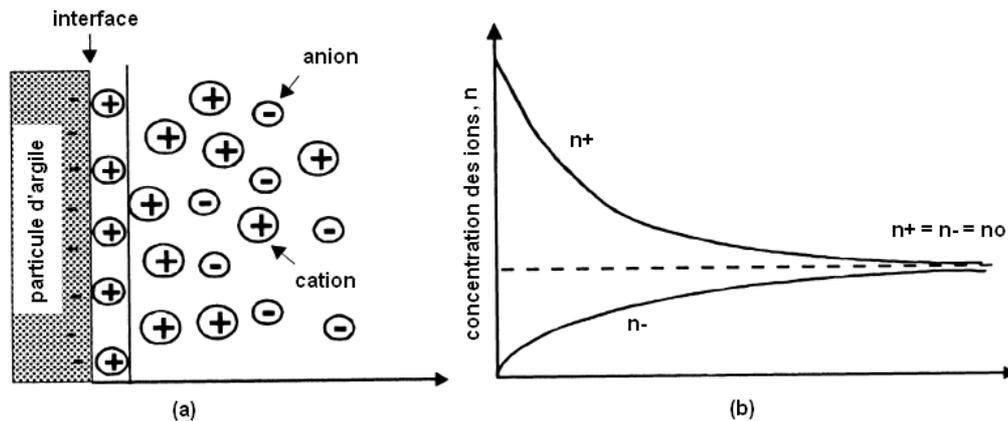


Figure V.2 : (a) Structure de la double couche électrique diffuse à la surface d'une particule d'argile, et (b) distribution de la concentration en anions (n^-) et les cations (n^+) en fonction de la distance de la surface avec une concentration en bloc de n_0 . [42]

Les ions autour de la particule d'argile sont électrostatiquement attirés par la surface de charge opposée. Ces ions ont une tendance de diffuser loin de la surface dans la solution où la concentration est inférieure. Par conséquent, la concentration des ions près de la surface des particules est grande, et elle diminue avec l'augmentation de la distance de la surface. La couche diffuse se compose non seulement d'un excès des ions du signe opposé; il y a une insuffisance des ions du même signe près de la surface, puisque les ions sont électrostatiquement repoussés par la surface. Ce caractère diffus de l'atmosphère des ions a été identifié par Gouy et Chapman [42] qui ont présenté un traitement théorique de la distribution des ions. Leur théorie prévoit un diminution exponentiel approximatif du potentiel électrique ψ de la solution avec une distance x du plan de la surface.

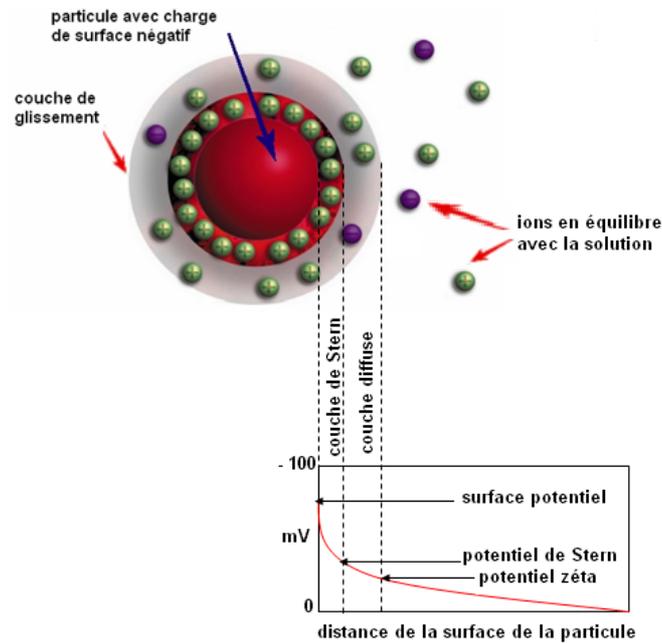


Figure V.3 : Représentation de la double couche électrique

V.1.3.2. Adsorption des ions sur la surface du minéral

L'adsorption est le phénomène qui consiste en l'accumulation d'une substance à l'interface entre deux phases (gaz-solide, gaz-liquide, liquide-solide, liquide-liquide, solide-solide). Quand un solide est mis en contact avec une solution, chaque constituant de cette dernière : le solvant et le soluté, manifeste une tendance à l'adsorption à la surface du solide. Il y a donc une compétition en surface entre deux adsorptions qui sont concurrentielles, la qualité de chaque composé adsorbé dépend de sa nature chimique, de sa concentration et de la température [30].

La couche physisorbée ne pourra être, le plus souvent, que monomoléculaire, car, au-delà de la première couche, les interactions soluté-solvant l'emportent sur les interactions soluté-surface [30-32].

V.1.4. Les forces dans une suspension

V.1.4.1. Forces volumiques

Les forces dynamiques que nous considérons sont des forces dont l'amplitude dépend de la taille des particules. Nous en considérons trois : Brownienne, hydrodynamique et gravitationnelle. Les suspensions peuvent se séparer en deux familles de particules suivant qu'elles sont colloïdales ou non.

Une particule est considérée comme colloïdale lorsque sa taille est telle qu'aucune séparation de phase rapide ne se produit par sédimentation ou par crémage. La taille critique d'un colloïde dépend donc des caractéristiques physiques des constituants du système (viscosité du solvant, différence de densité entre la particule et le milieu continu...). Cette taille peut se calculer simplement en comparant t_s le temps caractéristique de sédimentation sur une distance de la taille du rayon de la particule et t_d le temps pour que cette particule parcourt la même distance par agitation thermique.

$$t_s = \frac{r}{V_{stokes}} \quad \text{et} \quad t_d = \frac{r^2}{D}$$

Où V_{stokes} est la vitesse de sédimentation d'une particule de rayon r et D le coefficient de diffusion :

$$V_{stokes} = \frac{2}{9} \frac{\Delta\rho g r^2}{\eta} \quad D = \frac{k_B T}{6\pi\eta r}$$

- Si $t_d \ll t_s$ l'effet de la gravité est négligeable ; la particule est colloïdale.
- Si $t_d \gg t_s$ l'effet de la gravité entraîne la sédimentation des particules.

La limite colloïdale peut donc se définir pour $t_d = t_s$, soit :

$$r = \left(\frac{3k_B T}{4\pi\Delta\rho g} \right)^{\frac{1}{4}}$$

Ainsi des particules colloïdales sont maintenues en suspension par le mouvement Brownien. Cette agitation permet des collisions entre les particules qui peuvent entraîner ou pas une agrégation suivant la nature des interactions de surface. Il est toutefois possible d'éviter ou de limiter la sédimentation d'une suspension de particules non colloïdales et non floculées en

ajustant leur densité avec celle du milieu dispersant ou encore en augmentant la viscosité du milieu dispersant.

V.1.4.2. Forces de surface

La sédimentation peut être évitée si les particules interagissent entre elles pour former un réseau capable de résister à son propre poids. Ces interactions interparticulaires se contrôlent avec les forces de surface. Une suspension est stable devant la gravité sous deux conditions :

- Les particules doivent avoir un rayon a inférieur à un rayon critique r_c . Si $r > r_c$ la structure devient instable sous l'effet de la gravité : elle s'effondre sous son propre poids.
- Leur concentration en solution doit être supérieure à une valeur critique. Il faut que leur concentration soit suffisante pour que les particules puissent former un réseau tridimensionnel rigide.

Le contrôle des forces interparticulaires permet d'obtenir des suspensions de particules dans des états dispersés, faiblement floкулés ou coagulés comme nous le représentons de façon schématique sur la figure V.4. La formation d'une structure floкулée permet d'éviter la sédimentation de particules non Browniennes. Cette structure est stable si les forces cohésives entre les particules sont comparables à la force de gravité qui s'exerce sur elles.

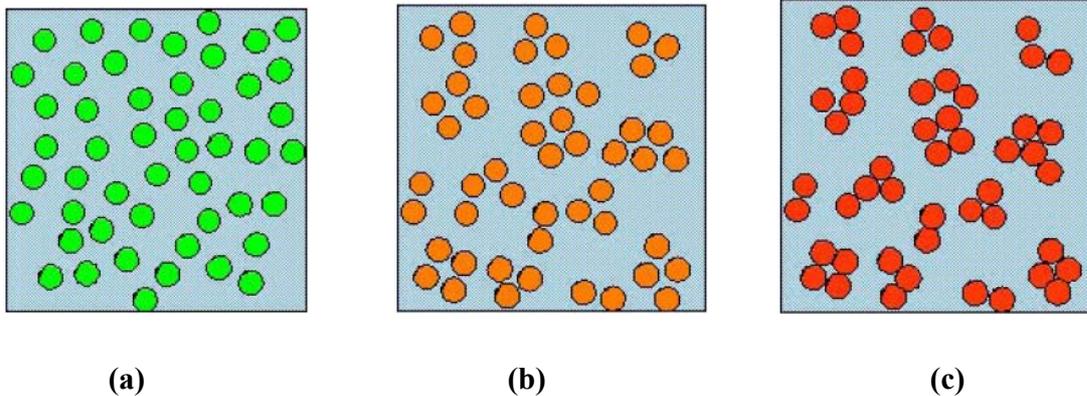


Figure V.4: Structure dispersée (a), faiblement floкулée (b) ou fortement floкулée d'une dispersion de particules(c).

Il est important de maîtriser le profil du potentiel de surface de nos particules.

La stabilité colloïdale est gouvernée par le potentiel total V_t qui est la somme de toutes les contributions des potentiels issus des forces de surface. Nous dénombrons six forces de surface différentes qui sont de nature répulsive ou attractive:

- Répulsive : stérique, électrostatique, solvation
- Attractive : van der Waals, déplétion, hydrophobe et électrostatique (cas des ions multivalents).

Le potentiel global s'écrit simplement comme la somme :

$$V_t = V_{\text{str}} + V_{\text{elect}} + V_{\text{solv}} + V_{\text{vdW}} + V_{\text{dpl}} + V_{\text{hydr}}$$

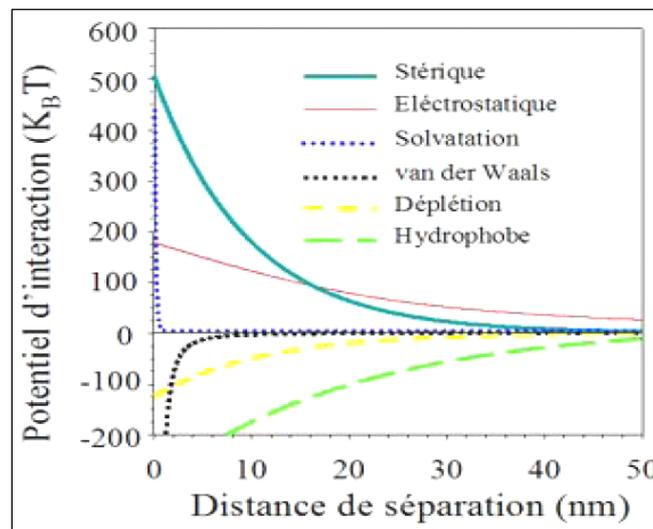


Figure V.5: Potentiels d'interaction de surface en fonction de la distance à la surface.

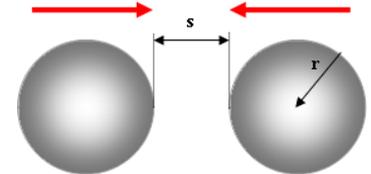
Les évolutions des potentiels d'interaction avec la distance à la surface d'une particule, de toutes ces forces sont représentées de manière schématique sur la figure V.3. Les forces d'origines stérique, électrostatique ou de solvation sont de nature répulsive alors que celles de type van der Waals, de déplétion ou hydrophobe sont attractives.

a). Forces de Van der Waals

Au sein d'une molécule, le mouvement des électrons, chargés négativement, autour du noyau, chargé positivement, engendre des forces électromagnétiques attractives : les molécules se comportent comme des dipôles électriques où les charges opposées s'attirent. L'ensemble de ces forces est communément appelé forces de Van der Waals. Elles sont additives et varient avec la taille et la forme des surfaces de particules.

Les forces à longue distance issues des interactions de van der Waals sont toujours attractives entre des particules identiques. Le potentiel de van der Waals dépend de la distance avec une amplitude qui est fonction des propriétés diélectriques des particules en interaction et du milieu dispersant. Pour les particules sphériques le potentiel s'exprime via l'expression de Hamaker :

$$V_{vdW} = -\frac{A}{6} \left(\frac{2}{x^2 - 4} + \frac{2}{x^2} + \ln \left(\frac{x^2 - 4}{x^2} \right) \right)$$



Où

$$x = \frac{2r + s}{r}$$

r : est le rayon des particules, s la distance entre les surfaces des particules et A la constante de Hamaker. Le tableau V.1 donne des valeurs de cette constante pour certains matériaux dans l'eau.

Tableau V.1 : Constante de Hamaker de quelques milieux.

Constante de Hamaker (10^{-20} J)	
Matériau	Dans l'eau
SiO ₂ (amorphe)	0,46
SiO ₂ (quartz)	1,02
α Al ₂ O ₃	3,67
MgO	2,21

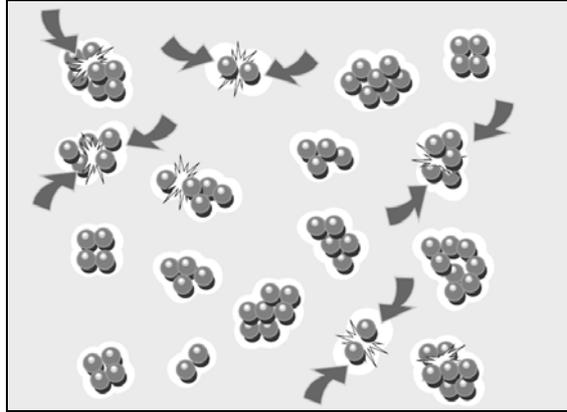


Figure V.6 : *Attraction des particules sous l'effet des forces de van der Waals*

Mais l'attraction ne va pas jusqu'au contact direct entre molécules ; lorsque les nuages électroniques s'interpénètrent, des forces répulsives apparaissent, (forces de Born), et viennent contrebalancer l'attraction. Il existe un puits de potentiel où l'énergie d'attraction est minimale.

b). Forces électrostatiques

Dans les systèmes colloïdaux, les forces interparticulaires répulsives sont liées aux différentes charges surfaciques des particules en présence. Le milieu étant électriquement neutre, la répartition des charges n'est pas homogène, (les charges opposées s'attirent tandis que celles de même signe se repoussent). Cet effet est caractérisé par la force ionique :

$$I = \frac{1}{2} \sum_i C_i Z_i^2$$

où C_i est la concentration en ion d'espèce i de charge Z_i

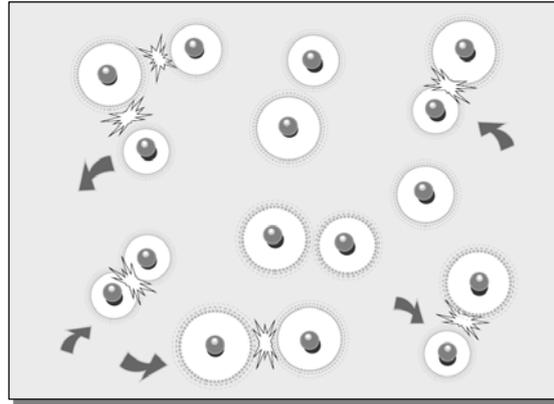


Figure V.7 : *Répulsion des particules sous l'effet des forces électrostatiques*

Les forces électrostatiques répulsives permettent de stabiliser les suspensions de particules. Dans notre cas, les particules d'argile et les macromolécules des polymères sont chargées négativement dans la gamme de pH utilisée (pH compris entre 9 et 10). Les charges de surface entraînent des répulsions à longues portées qui stabilisent la suspension.

Deux particules dont les centres sont séparés de la distance r , se repoussent l'une de l'autre avec un potentiel d'interaction $V_{\text{élect}}$:

$$V_{\text{élect}} = 2\pi\epsilon\epsilon_0 r\psi_s^2 \ln(1 + e^{-K(s-2r)})$$

Où

ψ_s est le potentiel de surface des particules, $\epsilon_0 = 8.8 \cdot 10^{-12} \text{C}^2 \text{J}^{-1} \text{m}^{-1}$ est la permittivité du vide, ϵ est la constante diélectrique des particules, r leur rayon. K^{-1} est la longueur de Debye ; c est la longueur caractéristique de la décroissance du potentiel électrostatique.

c). La théorie DLVO

La simple combinaison des forces attractives de van der Waals et répulsives de l'électrostatique permet de comprendre la tendance à l'agrégation ou à la stabilisation d'une suspension. La théorie la plus simple a été proposée dans les années 40 par les couples Deryaguin-Landau et Vervey-Overbeck. Le potentiel complet de DLVO prend en compte une contribution répulsive, une contribution de cœur dur et une contribution attractive de van der Waals.

La nature en loi de puissance du potentiel d'attraction de van der Waals le rend toujours plus important que le potentiel de la double couche répulsive à courte distance. L'attraction à courte distance sera donc toujours attractive. La figure V.6 représente de manière schématique les profils d'interaction qui prennent place entre deux particules soumises à la combinaison de ces forces.

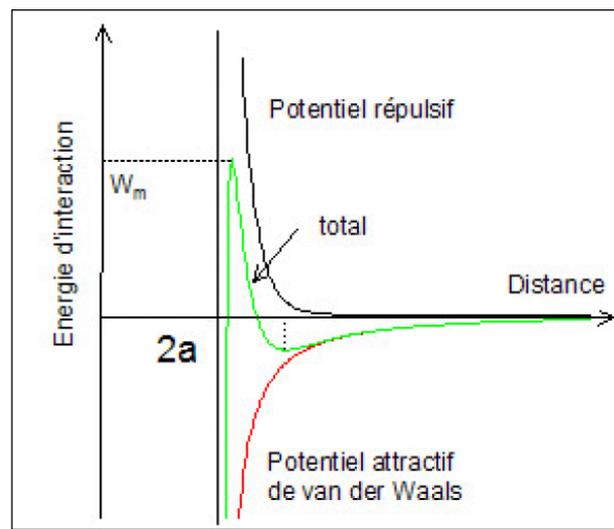


Figure V.8: Représentation schématique de l'évolution de l'énergie d'interaction entre deux particules en fonction de leur distance de séparation.

V.1.5. Adjuvants : cas des polymères

Un autre moyen de contrôler l'état de dispersion d'une suspension consiste à ajouter des forces stériques, hydrophobes, de déplétions. Ces forces peuvent être introduites en adsorbant des molécules organiques sur la surface des particules. Pour que la répulsion soit efficace, il est important de respecter certaines règles qui prennent en compte le type de molécules adsorbées ainsi que leur concentration d'utilisation.

V.1.5.1. Effet de la nature du polymère

Le choix du polymère dans une suspension tels que les fluides de forage est difficile et constitue un métier à part entière. L'architecture du polymère joue un rôle capital. Il est important de contrôler :

- L'adsorption ou pas du polymère sur la surface minéral ;
- Les parties hydrophiles et hydrophobes de la chaîne ;
- La densité et l'emplacement des charges (positif ou négatif voire les deux) ;
- La taille de la chaîne principale, des greffons ;
- La rigidité, comportement du polymère dans le solvant.

L'adsorption d'un polymère sur la surface des particules dépend de tous ces paramètres mais aussi de sa concentration.

V.1.5.2. Effet de la concentration

Le comportement d'un polymère mis dans une suspension dépend de sa nature mais aussi de sa concentration. Les évolutions avec la concentration sont différentes suivant que le polymère s'adsorbe ou pas sur la surface des particules.

V.1.6. Mesures de potentiel électrocinétique des systèmes.

Afin de pallier les difficultés liées aux limites dans la compréhension actuelle du comportement rhéologique du système étudié, il a été nécessaire d'orienter notre étude macroscopique vers une approche microscopique régissant des interactions minéral-solution et des interactions physiques ou chimiques existant entre particules en suspension, reposant sur la notion du potentiel électrocinétique. A cet effort des mesures de potentiel zêta ont été prises et s'avèrent nécessaires sur des échantillons de boue et sur des solutions de polymères.

- Description de l'appareil et principe de mesure

L'appareil utilisé est un zétamètre « Zêtasizer-Malvern » figure (V.9) , l'échantillon est injecté dans une cellule à l'aide d'une seringue, la vitesse de migration des particules est mesurée en analysant le déplacement en fréquence des rayons laser diffusés. A partir de l'interférence entre la lumière diffusée par les particules, décalée en fréquence, et un faisceau de référence de fréquence fixe proche de la fréquence de la lumière incidente arrivant sur les particules.



Figure V.9 : Zétamètre du type Zétasizer de Malvern.

A partir de la vitesse des particules, et connaissant la valeur du champ électrique imposé, le logiciel calcule la mobilité des particules ainsi que le potentiel zêta grâce à la formule de Smoluchowski. L'appareil mesure également la conductivité de la solution, qui permet d'ajuster l'intensité du courant électrique appliquée.

Le Zétasizer de Malvern Instruments emploie la micro électrophorèse ; un champ électrique d'intensité connu est appliqué provoque le déplacement des particules dans une zone éclairée constituée par le croisement de deux faisceaux laser, le croisement des faisceaux crée une zone d'interférence dans laquelle les particules diffusent de la lumière. L'intensité de cette lumière diffusée varie en fonction d'une fréquence proportionnelle à la vitesse de déplacement des particules.

La vitesse est calculée à partir de la fréquence mesurée puis est exprimée sous forme de mobilité électrophorétique après division par la valeur du champ électrique appliqué. Cette valeur de mobilité est convertie en potentiel zêta par la loi d'Henry : $U = V/E$. à partir de l'équation de Smoluchowski :

$$U = \frac{\varepsilon\varepsilon_0\zeta}{\eta}$$

Cette relation simple permet, à partir des mobilités électrophorétique, d'accéder au potentiel zêta lorsque le champ électrique appliqué est connu. Les informations fournies par la mesure :

Comme à été dit précédemment, le potentiel zêta dépend du potentiel au plan interne de Helmholtz, lui-même révélateur du comportement des ions interagissant avec la surface.

Introduction.

La connaissance des propriétés rhéologiques et de filtration des boues de forage est d'une importance capitale dans la réussite de l'opération de forage. Lors du passage de l'outil de forage à travers les différentes couches ; la boue joue le rôle du transporteur ; elle est responsable de l'évacuation des déblais de roche du fond du trou foré vers la surface, tout en maintenant ces derniers en suspension en cas d'arrêt brusque, et la consolidation des parois du trou par la formation d'un cake.

La présente étude vise à expliquer l'importance de la rhéologie des composés d'une part par l'analyse systématique des constituants du fluide de forage indépendamment du système complet, et d'autre part par l'étude de la contribution de l'ensemble des additifs sur les propriétés rhéologiques, de filtration et d'inhibition.

Un intérêt particulier a été donné à la caractérisation des produits utilisés dans ce travail afin de présenter la matière avec laquelle nos systèmes dispersés ont été préparés. Quelques échantillons des formations traversées ont été récupérés afin d'analyser les problèmes rencontrés lors du forage.

Les différents tests de caractérisation qu'ils soient granulométriques, de turbidité, de stabilité, de filtration, de déplacement et de dispersion ont été réalisés au niveau de la Division du Centre de Recherche et de Développement de la Sonatrach, tandis que ceux relatifs à l'étude rhéologique ont été faites au laboratoire des matériaux minéraux et composites de l'université de Boumerdès.

Chapitre I : MATERIELS ET METHODES

I.1. Matériels utilisés

La rhéologie couvre un domaine d'investigation très large, puisqu'elle traite de l'écoulement des matériaux et de leur déformation sous l'action de contraintes. Elle permet l'étude de systèmes complexes, intermédiaires entre le solide élastique et le fluide newtonien. La rhéologie apporte de nombreuses informations sur l'organisation des solutions (simples enchevêtrements et/ou réseau de liaisons physiques, par exemple).

Les expériences de rhéologie, ont été réalisées à l'aide d'un rhéomètre rotatif (AR2000 TA Instruments). Le rhéomètre AR 2000 de TA instruments est un rhéomètre à contrainte contrôlée et a vitesse contrôlée capable de tester différents types d'échantillons de matière, en utilisant une large gamme de géométries de différents types et dimensions. Le rhéomètre est désigné pour remplir les conditions de mesure comme convenu par la signification du terme Rhéologie ; définie comme étant l'étude de la déformation et l'écoulement de la matière. Le système que nous avons utilisé est le système cône-plan pour les solutions de polymères et les solutions et fluides de polymères ; où l'échantillon est placé entre un cône de rayon défini de 60 mm et un angle de 2° et une surface plane perpendiculaire à l'axe du cône ; le peltier. Le choix du diamètre du cône et son angle sont en fonction des conditions expérimentales et de la viscosité du matériau.



Figure I.1 : Image du Rhéomètre AR 2000.

I.2. Méthodes et caractérisation des matériaux

I.2.1. La bentonite.

a)- Test de conformité.

Le test de conformité est effectué selon la norme API 13A SEC 4 : une suspension de 22.5 g de bentonite dissoute dans 350 ml d'eau distillée et vieillie durant 24 heures à T= 16° C. Les essais exigés sont :

- Le volume du filtrat pendant 30 mn sous une pression de 7 bars.
- La viscosité plastique (VP).
- La yield value (YV).
- Le rapport (YV/VP).

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau I.1

Tableau I.1: *Caractéristiques de la bentonite.*

Paramètres	Exigences de la norme API	Valeurs retrouvées
Teneur en humidité	10% maximum	10%
Lecture à 600 tr/mn	22 min.	29
Yv (Ib. /100ft2	3 ×Vp max.	Vp =12 Cp, Yv =25
Filtrat (ml)	15 ml max.	11
pH	9.5 max.	9.4

D'après les résultats obtenus, nous constatons que la bentonite de Maghnia est conforme à la norme API 13A.

b)- Composition chimique.

Les résultats de l'analyse sont regroupés dans le tableau I.2.

Tableau I.2: *Composition chimique de la bentonite.*

Oxyde	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	MgO	CaO	MnO	PAF
%	46.12	18.03	1.62	1.19	0.65	0.87	-	0.16	28

PAF : perte au feu a 1100°C.

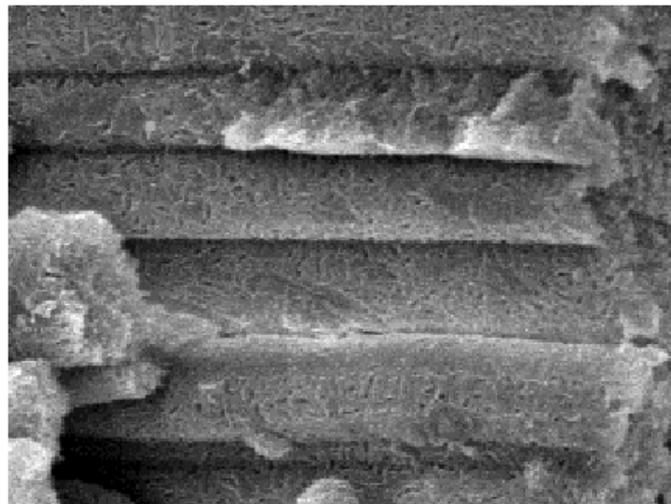
c)- Analyse par diffraction des rayons X.**Tableau I.3:** Composition *Minéralogique de la bentonite.*

Échantillon	Minéraux argileux		Minéraux non argileux			
	Illite	Mont	Cal ci.	Dolomit e.	Fel ds	Quart z
Teneur %	5	95	4	-	Tr.	13

Sur le diffractogramme (voir annexe A.1) et le tableau VI.3 de l'échantillon de bentonite de forage issu du gisement de Maghnia, la montmorillonite est le minéral argileux prépondérant. Elle a été identifiée aux environs de $15^{\circ}A$. Le spectre résultant montre que l'argile contient également des impuretés sous forme de quartz et traces feldspathiques.

d)- Analyse par microscope électronique à Balayage de la bentonite de Maghnia.

L'analyse par microscope électronique à balayage a été effectuée au Laboratoire Géologie-CRD/Sonatrach avec un microscope électronique à balayage du type Philips XL-20. Cette analyse a permis de visualiser la structure en feuillet de l'échantillon de bentonite (figure VI.2).

**Figure I.2 :** Image microscopique de la bentonite de MAGHNIA [56]

I.2.2. Caractérisation des cuttings et des carottes.

L'optimisation des fluides de forage à base d'eau avec l'utilisation de polymères inhibiteurs est souvent associée à des tests préliminaires sur des cuttings afin de sélectionner le type de polymère et la concentration correspondante. Lors des opérations de forage sur le champ de Hassi Messaoud, d'énormes problèmes sont souvent soulevés par les opérationnels au niveau des formations géologiques traversées. Il s'agit principalement de problèmes : de pertes de circulation, de coincement, de stabilité des formations au cours du forage au niveau du sénonien, du turonien, du cénomaniens, du dogger argileux, du LD2,

L'objectif de notre travail est de sélectionner quelques échantillons de cuttings pour la réalisation des essais de caractérisation et d'inhibition par certaines familles de polymères tout en évoquant une comparaison avec d'autres formations géologiques étudiés afin de déceler les facteurs liés aux problèmes rencontrés.

a)- Analyse par diffraction des rayons X.

- Déblais du Turonien.

Le tableau I.4 présente l'analyse minéralogique par diffraction des rayons X de cuttings récupérés lors du forage de la formation dite Turonien, 1, 2 et 3 signifient le haut le médium et le bas de la formation c'est-à-dire a différentes profondeurs.

Tableau I.4: *Composition minéralogique des échantillons de cuttings du Turonien*

MINERAL	Quartz SiO₂	Calcite CaCO₃	Dolomite CaMg(CO₃)₂	Barytine Ba(SO₄)	Anhydrite Ca(SO₄)	Halite NaCl
ECH 1	3	1	7	3	87	-
ECH 2	3	38	19	4	36	-
ECH 3	5	52	7	6	26	4

D'après le tableau I.4 et le diffractogramme (voir annexe A.2), on remarque que les cuttings du Turonien se diffèrent l'un de l'autre en fonction de la profondeur des prélèvements, l'échantillon 1 montre une prédominance de l'anhydrite avec une teneur de (87 %) tandis que la teneur en ce même minéral diminue toute en descendant vers le fond, échantillon 2 (36 %) et échantillon 3 (26 %) ; on remarquera aussi que l'échantillon 3 comprend une quantité considérable de calcite de (52 %).

- Carottes de roche réservoir.

De même les différents carottes de roche réservoir ont été analysés par diffraction RX afin de connaître leurs composition minéralogique, comme il a été illustré sur le diffractogramme (voir annexe A.3) et décrit sur le tableau I.5.

Tableau I.5 : Composition minéralogique des carottes de roche réservoir.

	% Minéraux argileux					% Minéraux non argileux								
	Kaolinite	Illite	Chlorite	I-M*	Somme	Quartz	Calcite	Dolomite	Sidérite	Orthoclases	Plagioclases	Barytine	Halite	Somme
OMO-132	50	5	45	-	100	94	-	-	-	-	-	Tr	tr	94
OMK-142	95	5	-	-	100	92	-	-	-	-	-	Tr	-	92
Berea	75	15	5	5	100	80	tr	1	tr	2	tr	-	-	83

* : instratifiés illite – montmorillonite.

D'après le diffractogramme, on note deux teneurs massiques en minéraux : la première, englobe les composés argileux et la seconde ceux des non argileux. La kaolinite (95 %), représente le minéral argileux le plus important. De la roche OMK- 142 qui se distingue des autres échantillons. La roche Berea, contient de l'illite (argile moins gonflante que les smectites), ce qui lui donne un aspect plus au moins réactif que celui des autres roches.

Pour ce qui est des minéraux non argileux, le constituant de base et le plus dominant est le quartz avec des teneurs allant de 94 % pour la roche OMO jusqu'à 80 % pour la roche Berea, tandis que les autres éléments sont présents a des faibles teneurs.



Figure I.3 : Image des carottes de roche réservoir.

b)- La capacité d'échange cationique (CEC)

La capacité d'échange cationique a été déterminée par la méthode recommandée par l'IFP utilisant le sel de chlorure de cobaltihéxamine. La CEC des différents échantillons est donnée dans le tableau suivant :

Tableau I.6: CEC des différents échantillons de roche, de déblais et d'argile.

	Densité optique après filtration (D_{0i})	Atténuation (D_{0i}/D_0)	Quantité d'ions introduite (meq)	Quantité retrouvée (meq)	Quantité fixée (meq/2g)	CEC (meq/100g)
Bentonite	0.655	0,734	4.5	3,303	1,197	59.85
Roche OMO	0.868	0,973	4.5	4,378	0,122	6.1
Roche OMK	0.876	0,982	4.5	4,419	0,081	4.05
Turonien 1	0.870	0.975	4.5	4.387	0.113	5.65
Turonien 2	0.872	0.972	4.5	4.374	0.126	6.3
Turonien 3	0.879	0.985	4.5	4.432	0.068	3.4

L'illite et la montmorillonite possèdent la même structure minérale (de type 2 :1, $d = 10 \text{ \AA}$), mais elles diffèrent par la nature de leur substitution isomorphique. L'ion potassium K plus gros se trouve très proche des points de substitution et est solidement lié entre les feuillets. Par conséquent, il empêche l'illite de gonfler (CEC = 10-40 meq/100g), contrairement à la montmorillonite où l'attraction entre feuillets est faible [43]. Ceci dit, la spécificité de l'illite lui confère plutôt un caractère dispersif [44]. De même, pour la chlorite (de type 2 :1 :1, $d = 14 \text{ \AA}$) substituée électriquement par le Fer et le Mg, où l'interférence d'une couche octaédrique entre une séquence Te-Oc-Te (2 :1) gêne sensiblement la migration des cations au sein de l'espace interfoliaire, ce qui nous donne une structure assez rigide (CEC < 10 meq/100g).

La kaolinite (de type 1/1, $d = 7 \text{ \AA}$) est stable électriquement, et présente une inertie vis-à-vis du gonflement. La CEC est relativement faible (10 meq/100g).

De ce fait, on dira que les cuttings issues au niveau du turonien présentent un caractère peu réactif, qui plus est une tendance modeste au gonflement en solution ; mais on optera plutôt pour un caractère dispersif suite à la présence d'anhydrite en teneur assez grande, qui ne demeure pas moins une spécificité néfaste surtout du point de vue stabilité des parois du puits à ce niveau.

On tentera tout le long de notre étude de mettre l'accent sur les différences de comportement des cuttings sélectionnés et ceux d'autres formations plus ou moins argileuses, afin de pouvoir expliquer et lier les problèmes d'instabilité des parois argileuses et de comprendre les mécanismes régissant les propriétés d'inhibition et des performances des polymères utilisés dans les fluides de forage.

Chapitre II : ETUDE DE L'EFFET DES POLYMERES SUR LES PROPRIETES PHYSICO- CHIMIQUES ET RHEOLOGIQUES

Cette partie est consacrée à l'étude physicochimique et rhéologique des solutions des polymères ainsi que des suspensions de boue complétée d'une étude électrocinétique. Elle a pour objectif de mettre en évidence et de comprendre l'influence de certains constituants tel que les polymères ; xanthane, PAC et PHPA sur les propriétés rhéologiques du système.

II.1. Caractéristiques rhéologiques et physico-chimiques des solutions de polymères.

II. 1.1. Solutions de xanthane.

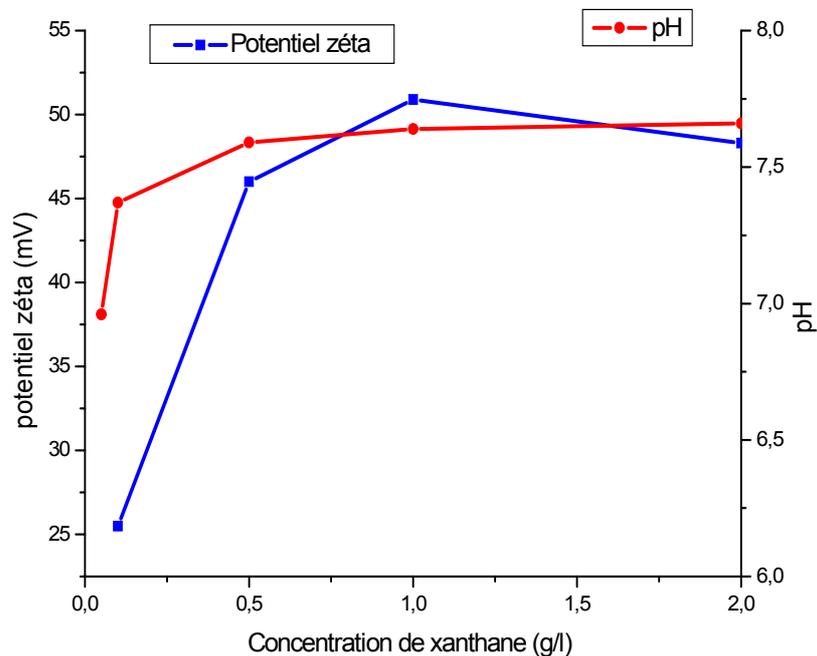


Figure II.1: Effet de la concentration de xanthane sur le potentiel zéta et le pH

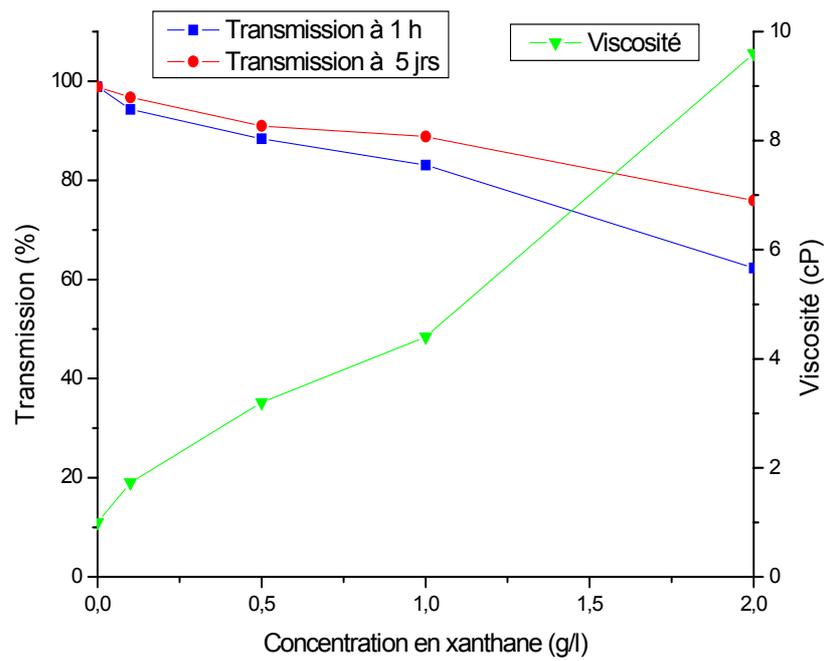


Figure II.2: Effet de la concentration de xanthane sur la transmission et la viscosité

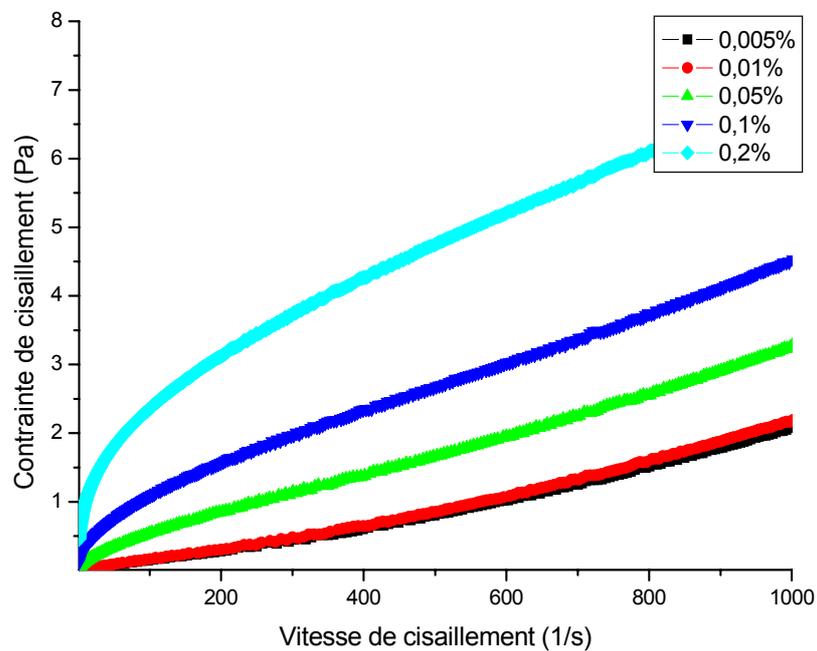


Figure II.3: Rhéogrammes des solutions de la gomme de xanthane.

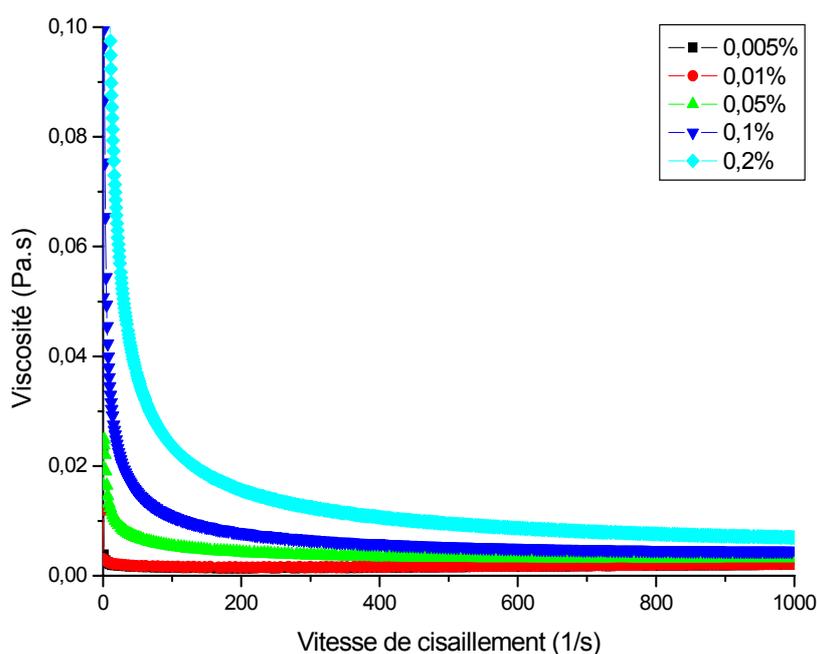


Figure II.4: Viscosité de la gomme de xanthane dans l'eau en fonction du gradient de cisaillement

Interprétations.

Les propriétés rhéologiques des solutions de xanthane dépendent en premier lieu du degré d'association des molécules et donc du régime de concentration en polymère dans lequel on se place. La masse moléculaire est un paramètre qui influe largement sur les résultats rhéologiques.

Une fois dispersés dans l'eau, les molécules de haut poids moléculaire du xanthane forment des agrégats complexes par les liaisons hydrogènes et l'enchevêtrement des chaînes du polymère. En raison de ces réseaux fortement ordonnés, les solutions de xanthane montrent une viscosité élevée à faibles taux de cisaillement mais à plus grands taux on remarquera une diminution de la viscosité, dû à la désagrégation du réseau et à l'alignement des différentes macromolécules dans la direction du cisaillement.

D'après les rhéogrammes dans la figure (II.3) et de la figure (II.4). Toutes les solutions montrent un écoulement non Newtonien la même observation a été donnée par d'autres auteurs [45]. La variation de la viscosité des dispersions aqueuses de xanthane, à différentes concentrations, a été examinée en fonction du gradient de cisaillement. La viscosité a diminué avec le taux de cisaillement (cisaillement amincissant) [46]. Cependant, la viscosité du xanthane a augmenté avec sa concentration. Une caractéristique importante de la rhéologie

du xanthane est la présence d'une contrainte seuil, qui représente un effort exigé pour commencer l'écoulement [47]. Cette contrainte diminue avec la diminution de la concentration cela est du probablement à la formation d'un gel de structure faible, vu la non suffisance dans la quantité de polymère dans la solution.

Le modèle de Herschel Bulkely est celui qui convient pour décrire les propriétés rhéologiques des solutions, la gomme de xanthane s'est comportée en solution comme un fluide pseudoplastique avec une contrainte seuil [47].

Selon la figure (II.1) l'augmentation du potentiel Zêta en fonction de la concentration ceci peut être expliqué par l'apport des charges. La densité des chaînes de polymères chargés en signe négatif augmente dans le milieu d'où l'explication de cette augmentation dans le potentiel Zêta, puis il diminue légèrement pour une concentration de 2 g/l lié certainement à la saturation en charge du milieu. Le pH augmente puis il se stabilise pour une valeur ≈ 6 .

La figure (II.3) révèle que avec l'augmentation en concentration de la gomme de xanthane la viscosité augmente ce qui est claire, cette augmentation ce répercute sur la transmission qui diminue (de 94,3 % a 62,3 %) et augmente en fonction du temps de vieillissement des solutions de xanthane.

II.1.2. Solutions de PAC

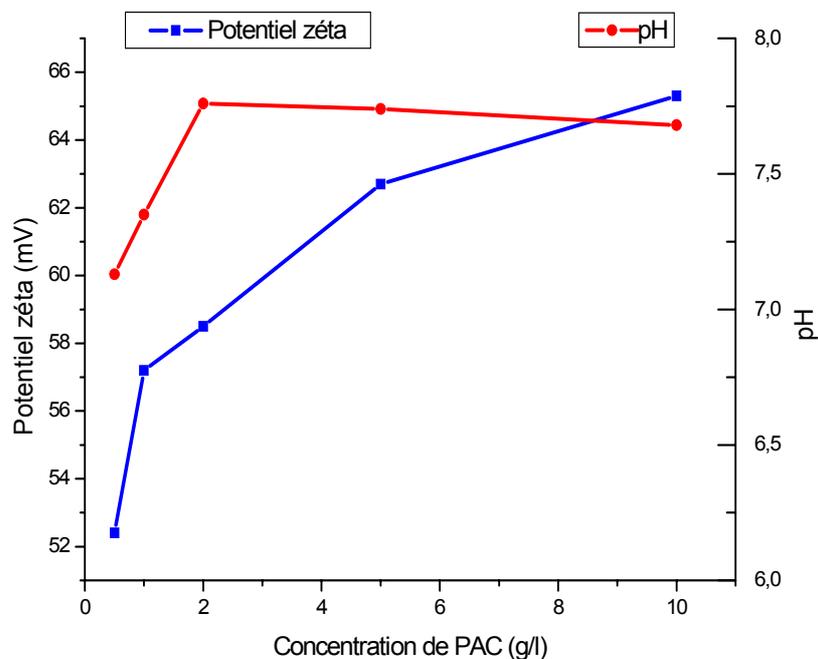


Figure II.5 : Effet de la concentration de PAC sur le potentiel zéta et le pH

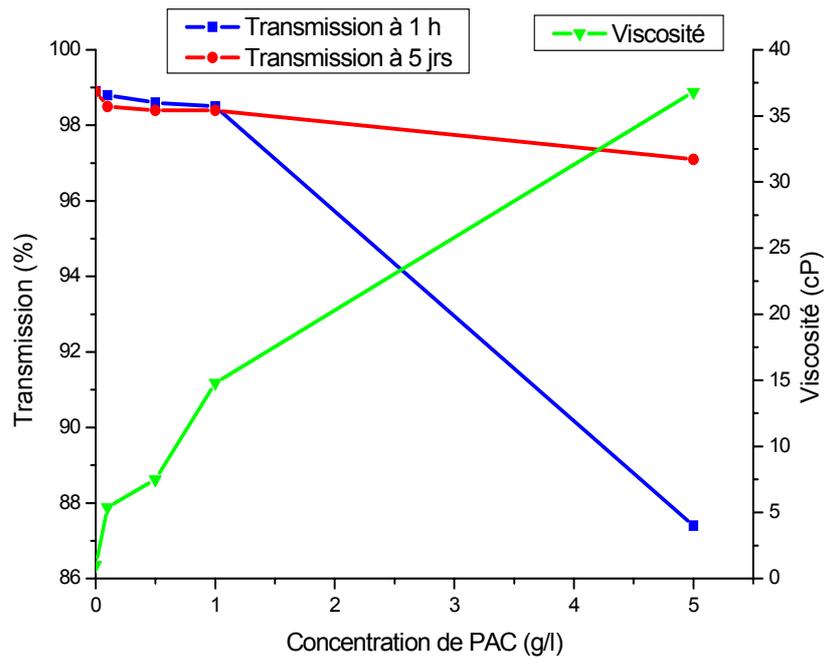


Figure II.6 : Effet de la concentration de PAC sur la transmission et la viscosité

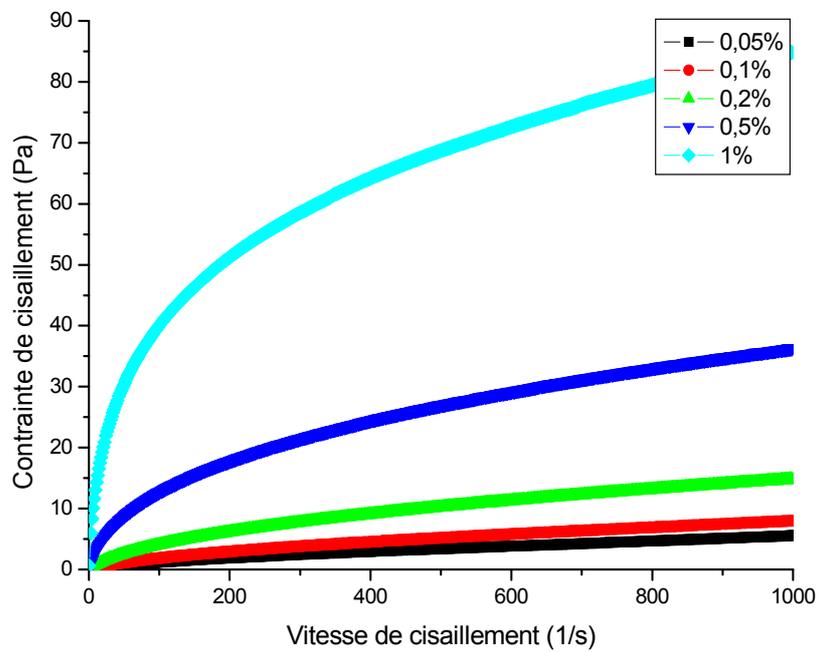


Figure II.7 : Rhéogrammes des solutions du PAC.

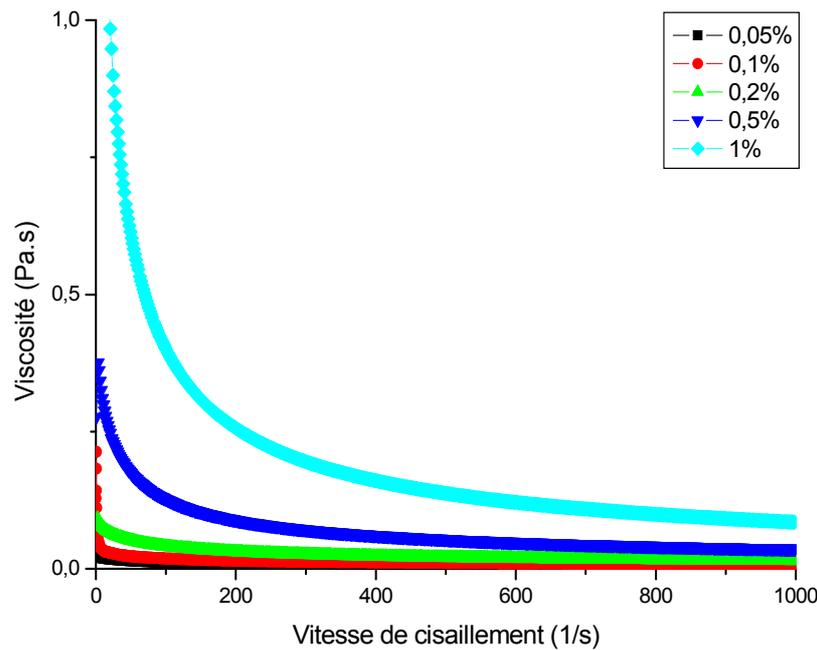


Figure II.8 : Viscosité du PAC en fonction du gradient de cisaillement

Interprétations.

De même que les solutions de xanthane, la figure (II.7) celle des courbes d'écoulement des solutions de PAC qui montrent un caractère pseudoplastique (rhéofluidifiant) obéissant au modèle rhéologique de loi de puissance, où la viscosité augmente avec l'augmentation de la concentration du PAC et diminue avec l'augmentation du taux de cisaillement.

Le PAC qui est un polymère cellulosique de type carboxyméthylcellulose ayant une conformation de pelote flexible, contrairement à celle de la gomme de xanthane qui est un polysaccharide se présentant sous forme d'une hélice semi-rigide. La figure (II.8) montre l'augmentation de la viscosité avec l'augmentation de la concentration en PAC. Ce comportement est expliqué par le fait que les groupes carboxy dans la molécule du PAC causent une bonne dispersion dans l'eau, aboutissant à l'augmentation des frictions entre les particules, [30]. La dissociation de l'ion Na^+ du PAC crée des sites négatifs le long de la chaîne du polymère. Une répulsion mutuelle entre les charges fait que les chaînes enroulées aléatoirement s'allongent linéairement, et de ce fait la viscosité augmente [30].

La figure II.6 montre une augmentation dans le potentiel Zêta jusqu'à y arriver à une valeur de 65,3 mV. Il est à noter que le PAC donne des valeurs de potentiel les plus élevées par rapport aux autres polymères. Le pH des solutions de PAC augmente avec l'introduction de celui-ci dans l'eau et se stabilise à des valeurs voisines à 7,7.

La transmission des solutions de PAC diminue brusquement avec l'augmentation de la concentration en PAC en premier temps dû à la non dissolution totale des grains solides du polymère, puis elle augmente et devient stable à 5 g/l après 5 jours.

II.1. 3. Solutions de PHPA

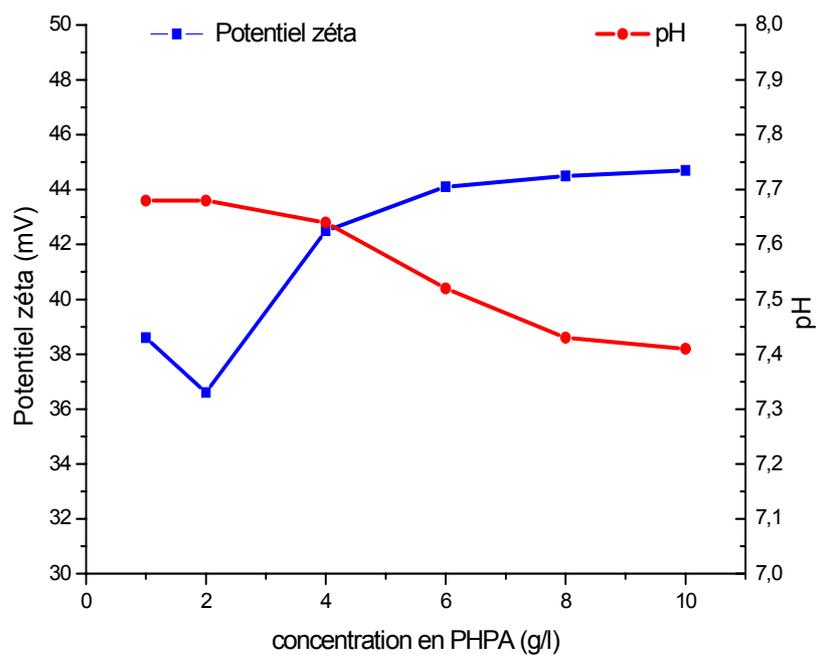


Figure II.9 : Effet de la concentration du PHPA sur le potentiel zéta et le pH

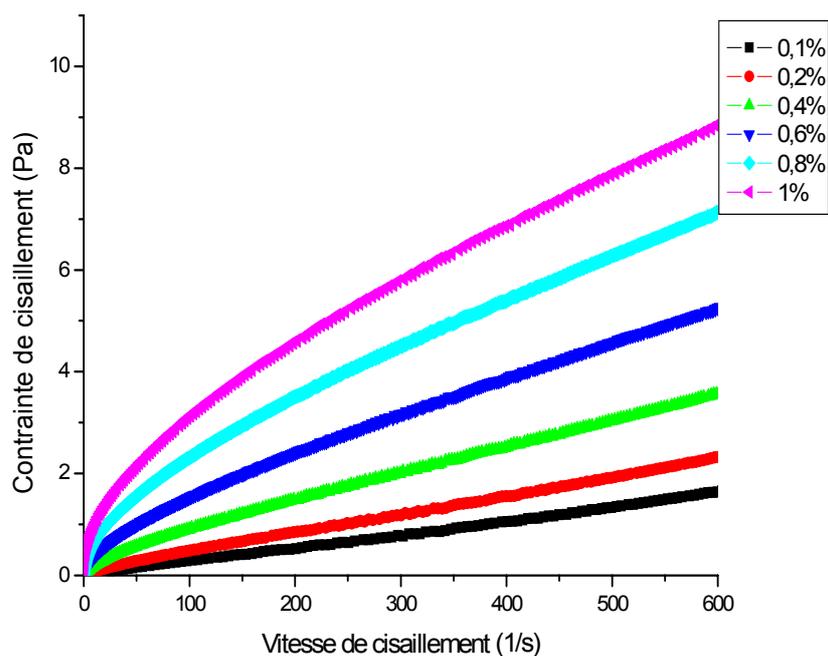


Figure II.10 : Rhéogrammes des solutions du PHPA

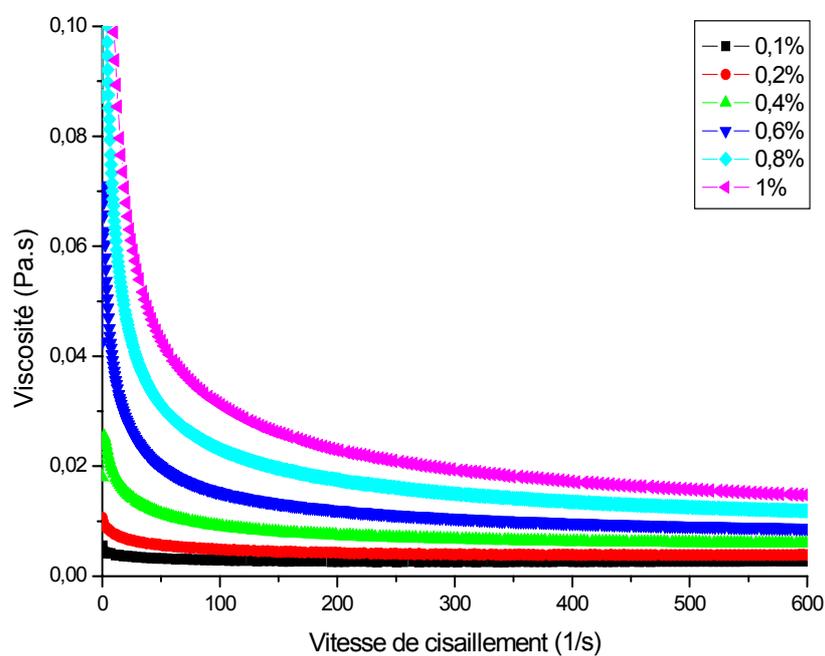


Figure II.11: Viscosité du PHPA en fonction du gradient de cisaillement

Interprétations.

La figure (II.10) illustre le comportement rhéologique des solutions de PHPA, la même remarque que pour les solutions de xanthane et de PAC peut être tiré à partir de celle des solutions de PHPA une augmentation de la viscosité est observé avec l'augmentation de la concentration, le caractère rhéofluidifiant des systèmes est donné bien claire sur la figure (II.11) où la viscosité diminue avec le taux de cisaillement. La partie de polyacrylamide de la chaîne de polymère fournit la viscosité sans addition de solides.

La charge du potentiel Zêta des solutions de PHPA augmente pour se stabiliser au voisinage de 44 mV, et le pH diminue avec l'ajout du PHPA et se stabilise à des valeurs de l'ordre de 7,4.

Chapitre III : EFFET DU SEL SUR LES PROPRIETES RHEOLOGIQUES

Le sel est un élément clé dans la formulation des boues de forage jouant en général le rôle d'inhibiteur minéral de gonflement des argiles ainsi utilisé dans la fabrication des fluides de complétion, dans la pratique le type de sel est choisi en fonction de la taille de cation du sel. Le KCl est le sel que notre choix c'est fixé car c'est le sel le plus utilisé en combinaison avec les polymères.

III.1. Influence du sel sur la rhéologie.

Les objectifs fixés par notre travail, nous serons amenés dans les paragraphes suivants d'étudier l'évolution des comportements des solutions de polymères en présence des différents additifs utilisés conventionnellement pour la formulation des fluides de forage.

Dans la partie qui suit l'étude de l'influence du sel dans notre cas le choix a été porté sur le KCl, sel qui a trouvé une utilisation très vaste dans le domaine pétrolier vu sa propriété exceptionnelle d'inhibition.

III.1.1. Solutions de xanthane (2 g/l) + KCl

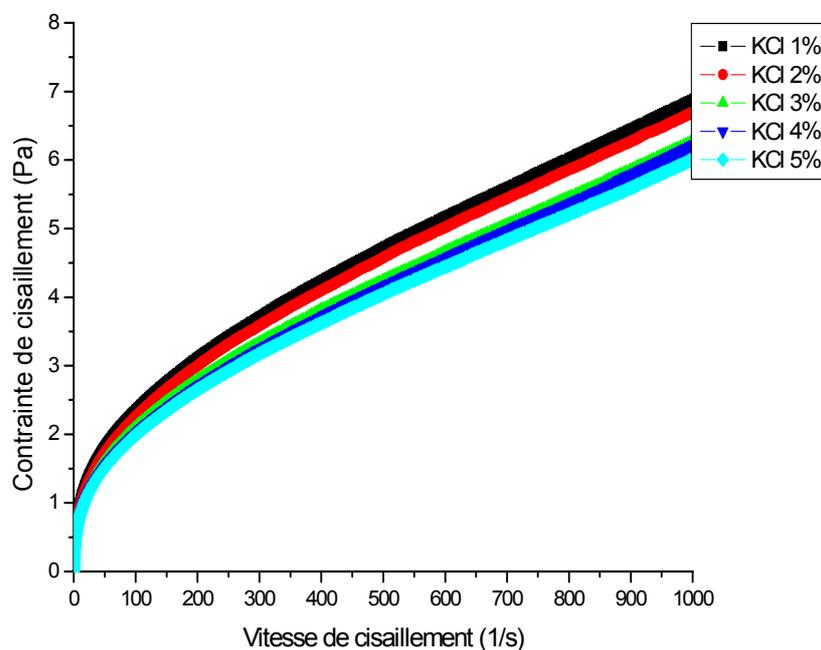


Figure III.1 : Rhéogrammes des solutions de la gomme de xanthane (0,2%) à différents taux de KCl.

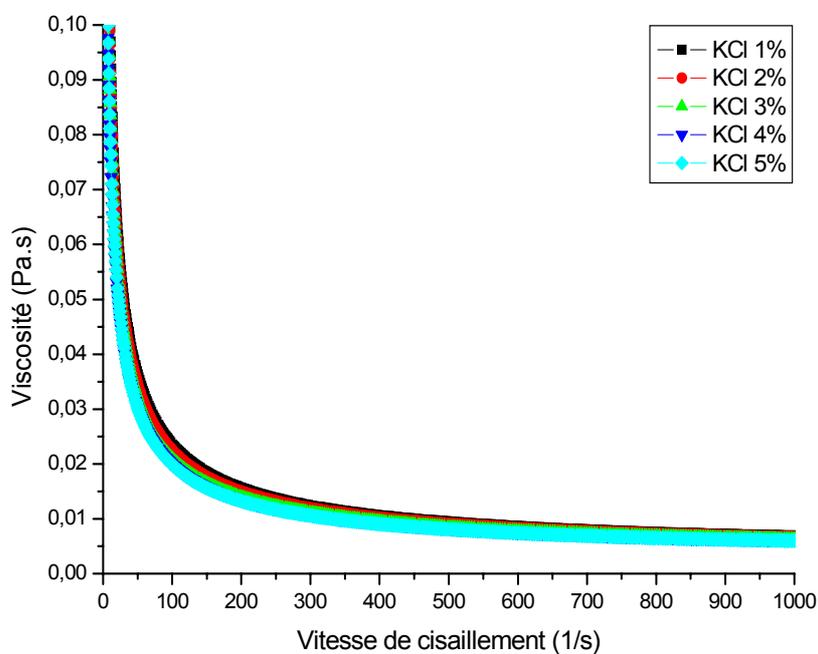


Figure III.2 : Viscosité de la gomme de xanthane (0,2%) en fonction du gradient de cisaillement à différents taux de KCl.

Interprétations.

En absence de sel, les charges du polymère ne sont pas écartées et la macromolécule est globalement plus étendue. Mais en milieu salin, les charges électrostatiques du motif du xanthane (groupements pyruvate et glucuronique) sont écartées. Les chaînons latéraux se replient et s'alignent le long du squelette principal en provoquant l'abaissement de la viscosité.

Lorsqu'on ajoute du sel, les chaînes se replient et la solution devrait perdre de la viscosité. Mais parallèlement, le repliement des chaînes latérales permet au squelette principal de deux macromolécules voisines de se rapprocher et d'interagir plus fortement. En effet, les associations créées entre les chaînes principales sont de plus forte intensité que celles créées entre chaînes latérales et chaînes principales.

III.1.2. Solutions de PAC (10 g/l) + KCl

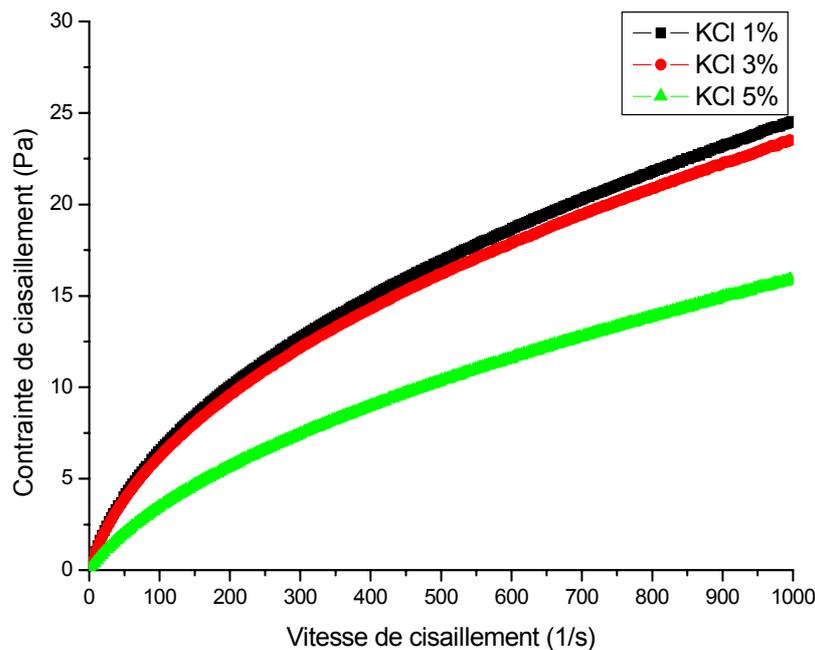


Figure III.3 : Rhéogrammes des solutions du PAC (0,5%) à différents taux de KCl.

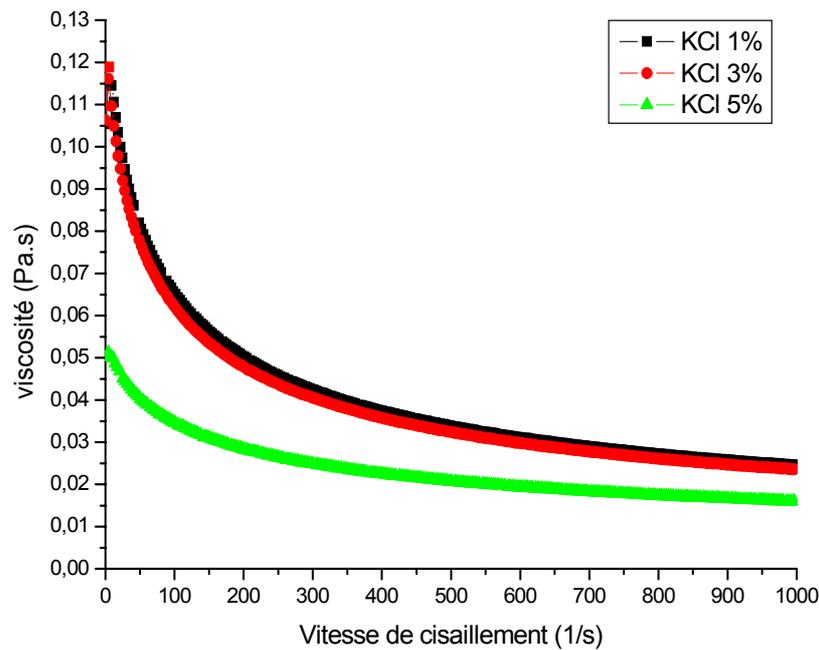


Figure III.4 : Viscosité du PAC (0,5%) en fonction du gradient de cisaillement à différents taux de KCl.

Interprétations.

Aux faibles forces ioniques, la rigidité de la chaîne et son extension en solution résultent principalement des forces de répulsion électrostatiques entre les groupements chargés situés le long de la chaîne. L'augmentation de la force ionique réduit ces répulsions, la flexibilité du polymère augmente, ses dimensions diminuent et on observe une réduction importante de la viscosité de la solution.

Les polymères anioniques flexibles, dans le cas échant le PAC, sont particulièrement sensibles aux cations divalents (Ca^{2+} , Mg^{2+}) et monovalents (K^+). Ceux-ci sont en effet susceptibles de se fixer sur les groupes chargés du polymère en provoquant une déshydratation. Cette déshydratation peut provoquer dans certaines conditions une précipitation du polymère ; et comme conséquence directe la chute de la viscosité de la solution de polymère qui est observée sur la figure (III.4).

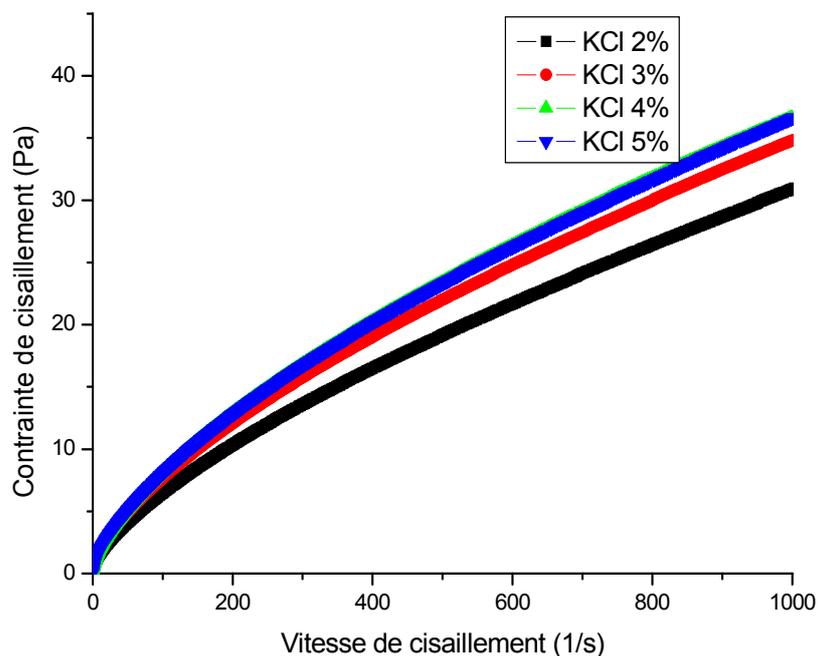
III.1.3. Solutions de XCD (2g/l) + PAC (10g/l) + KCl

Figure III.5 : Rhéogrammes des solutions du XCD (0,2%) +PAC (1%) a différentes concentrations de KCl.

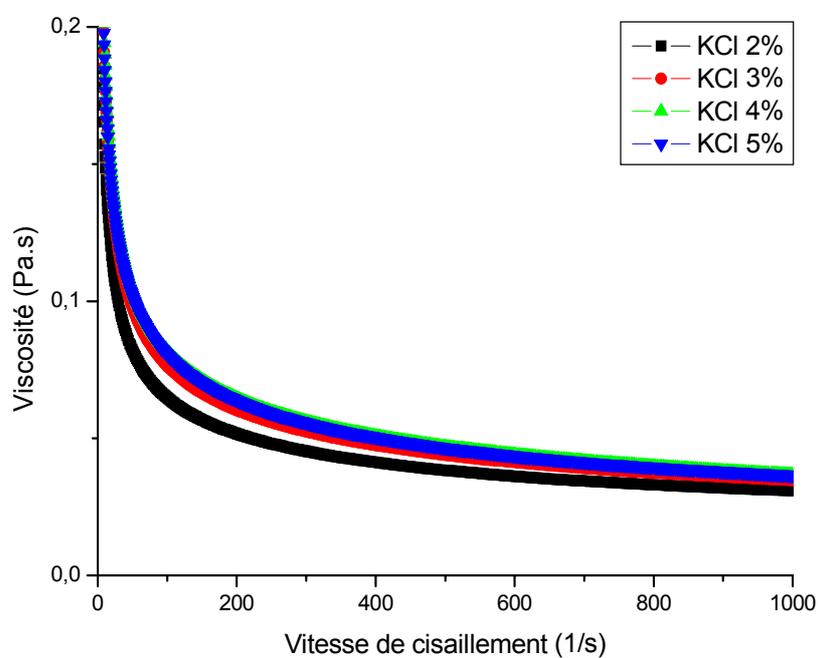


Figure III.6 : Viscosités des solutions du XCD (0,2%) +PAC (1%) a différentes concentrations de KCl.

Interprétations.

D'après les figures (III.5 et III.6) on observe que l'ajout du sel KCl a un impact direct sur les propriétés rhéologiques des solutions, le sel KCl dans ce cas joue un rôle différent que celui joué lors de son ajout aux solutions de polymère seul ; l'introduction du sel a une combinaison de polymère l'un est un polymère anionique flexible le PAC et le second est un polymère semi rigide le xanthane a amener à une augmentation de la viscosité des solutions toute en augmentant la concentration en KCl.

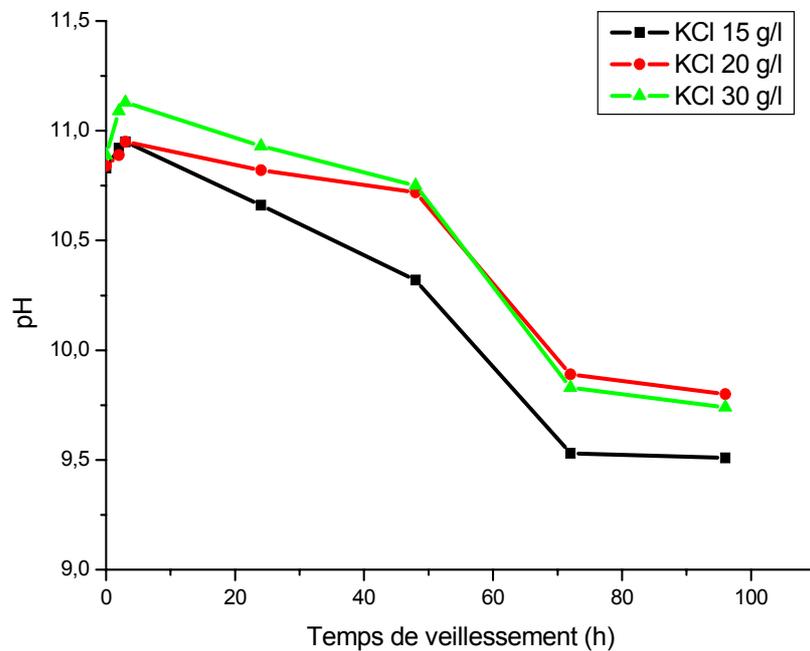
III.1.4. Suspensions de Bentonite.

Figure III.7: Effet de la concentration en bentonite sur le pH en fonction du temps de vieillissement

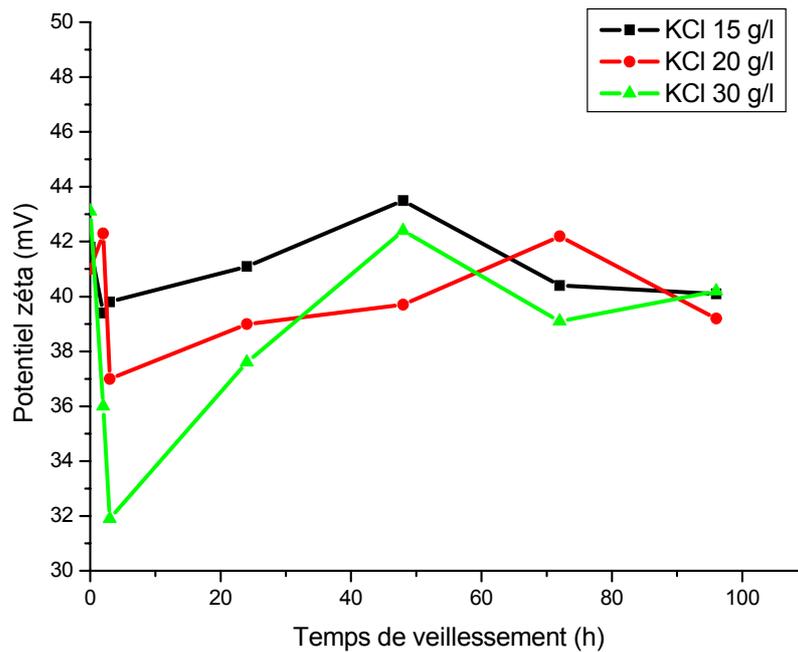


Figure III.8 : Effet de la concentration en bentonite sur le potentiel zêta en fonction du temps de vieillissement

Interprétations.

La viscosité est une autre propriété qui peut être modifiée en changeant l'équilibre entre la répulsion et l'attraction. Dans beaucoup de cas, la performance d'une suspension peut être améliorée par la maîtrise de l'effet du comportement colloïdal sur les propriétés telles que la viscosité, l'arrangement et la dimension effective des particules.

La charge des particules peut être contrôlée en modifiant la nature du liquide de la suspension. Les modifications incluent le changement du pH du liquide ou le changement de l'espèce ionique en solution. Une autre technique plus directe est d'employer des agents tensio-actifs ou des polymères défloculants qui s'adsorbent directement sur la surface du colloïde et changent ses caractéristiques.

La bentonite une fois dispersée dans l'eau ; les colloïdes ont des charges négatives sur leurs faces dues à leur substitution isomorphique. Les charges négatives en excès sont compensées par des cations tel que le Na^+ et Ca^{2+} . Lorsque les particules de bentonite sont en suspension dans l'eau l'hydratation des cations compensateurs présents sur les surfaces des feuillets provoquent une diminution de l'attraction électrostatique.

La suspension de bentonite délivre un caractère basique, ce qui est bien clair sur la figure (III.7), mais ce dernier aura tendance à diminuer avec le temps de vieillissement mais

reste toujours dans le domaine basique ; pour se stabiliser aux environ d'un pH de 9,5. Le potentiel zêta des différentes suspensions de bentonite (figure. III.8) est légèrement supérieure pour la suspension de concentration 30 g/l ceci s'explique par la multiplication des charges de la suspension.

III.1.5. Suspensions de bentonite cas du KCl.

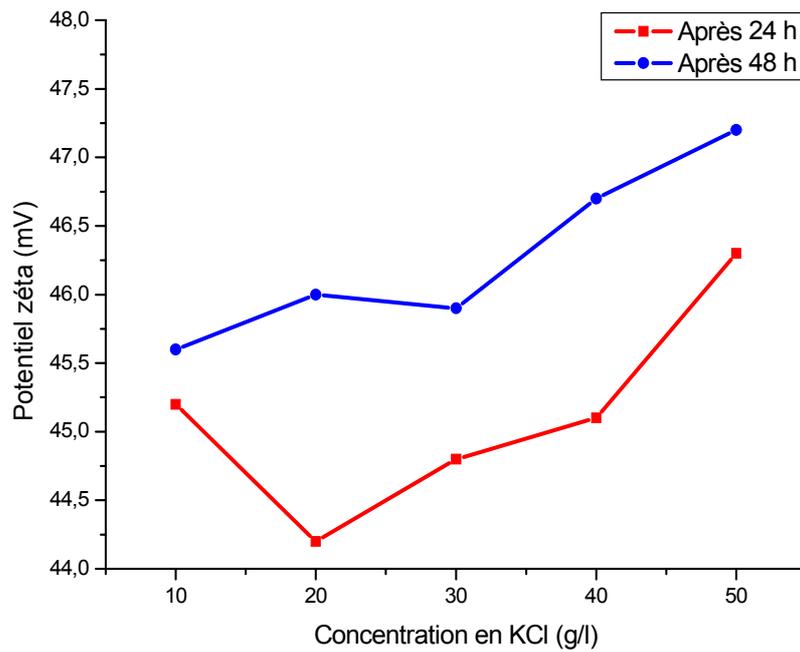


Figure III.9 : Effet de la concentration en KCl sur le potentiel zêta de la bentonite dans le temps

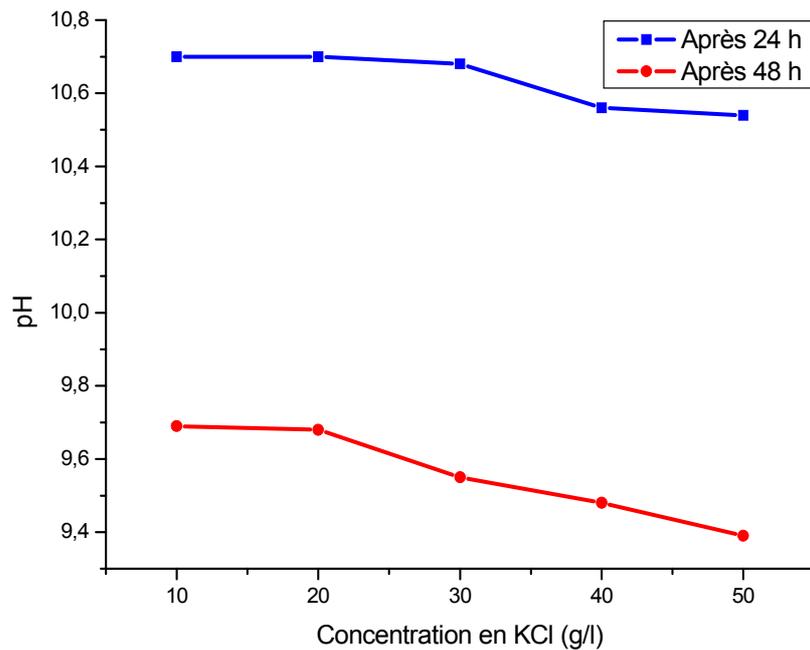


Figure III.10 : Effet de la concentration en KCl sur le pH de la bentonite dans le temps

Interprétations.

Le KCl est le sel le plus utilisé dans les systèmes de boue aux polymères, il joue le rôle d'inhibiteur minéral, l'ajout du KCl dans la suspension de bentonite qui a été préhydratés malgré que le gonflement des couches de bentonite ait été atteint ont remarque sur les figures III.7 et III.8 que le KCl a eu une influence sur le potentiel zêta ainsi que sur le pH, l'age de la suspension fait en sorte que l'effet du sel s'amplifie le potentiel zêta augmente en fonction de la concentration du KCl et en fonction de l'age, le pH par contre diminue pour ce stabilisé au environ de 9,5.

Chapitre IV : ETUDE DES CARACTERISTIQUES PHYSICO-CIMIQUES ET RHEOLOGIQUES DES FLUIDES DE FORAGE

IV.1. Caractéristiques physico-chimiques et rhéologiques des fluides de forage.

IV.1.1. Fluide de forage bentonitique sans KCl.

Tableau IV.1: Formulation d'un fluide de forage bentonitique sans KCl.

Eau	Bentonite	Xanthane	PHPA	PAC
1000 ml	20 g	1 g	5 g	5 g

Tableau IV.2: Caractéristiques du fluide de forage bentonitique sans KCl.

	pH	ξ (mV)	Caractéristique du fluide						
			d	VP cP	VA cP	YP lb/100ft ²	Gel ₀ lb/100ft ²	Gel ₁₀ lb/100ft ²	Filtrat ml/30 mn
Eau	7.08	-							
Bentonite	10.12	38.3							
Xanthane	10.11	42.5							
PHPA	10.12	44.1	1.03	31	55	48	13	20	9
PAC	9.59	52.6							

Interprétations.

La boue de forage bentonitique avec polymères a présentée les caractéristiques données dans le tableau ci-dessus, a partir duquel on peut remarquer, qu'avec l'ajout des composants entrant dans la formulation de la boue, une augmentation du potentiel zêta de 38 jusqu'à 52,6, expliquée par le fait que le PAC est le composé le plus chargé comparativement avec les autres composants. Cependant, le pH diminue une fois que celui-ci (le PAC) est introduit dans le système, cela est dû au fait que le PAC en solution possède initialement un pH de l'ordre de 7 à 8 voir figure (II.5).

L'augmentation progressive du potentiel Zêta, est expliqué par le fait que nous avons en solution des additifs (bentonite et polymères) anioniques : même type de charge, et que

l'ajout des additifs ne fait qu'augmenter le potentiel global de la solution. Est-ce que ce comportement est aussi expliqué par celui du PAC seul en solution ?

Effectivement, l'analyse des résultats du potentiel de la solution de PAC (figure II.5), montre que les valeurs oscillent entre 52 mV pour 0.5 g de PAC à 66 mV pour 10 g de PAC seul en solution. Ce qui montre que le potentiel du mélange des polymères en solution est celui du polymère le plus chargé.

Est-ce que cette analyse est aussi valable pour l'évolution du potentiel zêta des autres polymères seuls et en mélange ?

L'analyse de l'évolution du potentiel zêta de nos solutions a montré les points suivants :

1. pour les suspensions de bentonite après 24 h, les valeurs oscillent entre -38 et -44 mV, et ceci pour l'ensemble des concentrations (15, 20 et 30 g/L), voir figure III.8.
2. pour les solutions de xanthane, on note une stabilité des valeurs de zêta pour les fortes concentrations. Le potentiel est de 25 mV pour les faibles concentrations en xanthane (0.2 g/L), alors qu'il chute entre 45 et 50 mV pour les concentrations variant de 0.5 à 2 g/L. (figure. II.1).
3. pour le mélange des solutions (bentonite+Xanthane), l'analyse du tableau IV.2, montre que le potentiel augmente légèrement de 38,3 mV pour la suspension de bentonite (20 g/L) seule à 42,5 mV après l'ajout de 1 g/L de Xanthane. Cette augmentation est certainement expliquée par l'apport des charges des molécules de Xanthane à la solution.
4. la courbe d'évolution du potentiel Zêta de la solution de PHPA seul a montré une allure décroissante de 37 mV pour 2 g/L à pratiquement pour des valeurs stables (44 mV) pour des concentrations variant de 6 à 10 g/L (figure. II.9). L'analyse de l'évolution selon le tableau IV.2, a montré aussi une légère augmentation de 42 mV avec l'ajout du xanthane à 44 mV après l'ajout de 5g/L de PHPA. Il s'agit finalement de la même valeur de la solution du PHPA seul à 5g/L (figure. II.9).
5. la solution de PAC seul, a donné des valeurs de potentiel variant de 52 mV pour 0.5 g/L avec une tendance décroissante à stable pour des concentrations de 10 g/L correspondant à des valeurs de potentiel de 66 mV. De même pour le mélange des polymères par ajout progressive (tableau VI.8), le potentiel a aussi augmenté mais significativement, de 44 mV après l'ajout du PHPA, à 52,6 mV après l'ajout de 5g/L

de PAC. Et de même, il s'agit de la valeur du potentiel pour les solutions de PAC seul avec cette concentration (figure II.5).

Cette évolution peut être expliquée par le fait que les polymères utilisés en solution sont en état de répulsion permanente sous l'effet de la présence de la même charge. Avec l'ajout progressif des polymères à la suspension initiale de bentonite, on tend à augmenter la force ionique, sans autant provoquer de la floculation. Ceci restera valable dans la gamme des concentrations utilisées.

IV.1.2. Fluide de forage bentonitique avec KCl.

Tableau IV.3: Formulation d'un fluide de forage bentonitique avec KCl.

Eau	Bentonite	KCl	Xanthane	PHPA	PAC
1000 ml	20 g	30 g	1 g	5 g	5 g

Tableau IV.4: Caractéristiques du fluide de forage bentonitique avec KCl.

	pH	ξ (mV)	Caractéristique du fluide						
			d	VP cP	VA cP	YP lb/100ft ²	Gel ₀ lb/100ft ²	Gel ₁₀ lb/100ft ²	Filtrat ml/30 mn
Eau	7.08	-							
Bentonite	10.21	37.4	1.03	22	42.5	41	7	8	8.5
KCl	10.12	44.2							
Xanthane	10.06	46.3							
PHPA	10.11	46.7							
PAC	9.75	53.4							

Interprétations.

L'introduction du KCl au sein du système de boue bentonitique va avoir une influence directe sur le potentiel zêta, ceci est illustré sur les valeurs du potentiel zêta qui sont légèrement supérieure à celles de la boue bentonitique sans KCl (tableau VI.8). Ce phénomène peut être expliqué par la formation de polyélectrolytes qui possèdent des charges entrant dans l'amas de la suspension. Le sel va réagir avec les polymères ainsi qu'avec la bentonite et par conséquent la viscosité et la yield point vont diminuer respectivement de 31 cP à 22 cP et de 48 lb/100ft² à 41 lb/100ft². Une faible diminution du filtrat est observée après l'ajout du sel à la boue, ceci va favoriser la floculation de la bentonite ce qui est recherché afin de former un meilleur filtre cake.

IV.1.3. Fluide de forage aux polymères sans bentonite.

1. Cas du PHPA.

Tableau IV.5: Formulation d'un fluide de forage KCl / PHPA.

Eau	KCl	Xanthane	PHPA	PAC	Soude caustique
1000 ml	30 g	4 g	8 g	15 g	pincé

Tableau IV.6: Caractéristiques du fluide de forage KCl / PHPA.

	pH	ξ (mV)	Caractéristique du fluide						
			d	VP cP	VA cP	YP ² lb/100ft ²	Gel ₀ ² lb/100ft ²	Gel ₁₀ ² lb/100ft ²	Filtrat ml/30 mn
Eau	7.20	-							
KCl	6.79	24.6	1.02	43	64	42	10	13	20.5
Xanthane	7.50	45.5							
PHPA	7.15	43.9							
PAC	7.57	52.7							
Soude caustique	9.54	54.1							

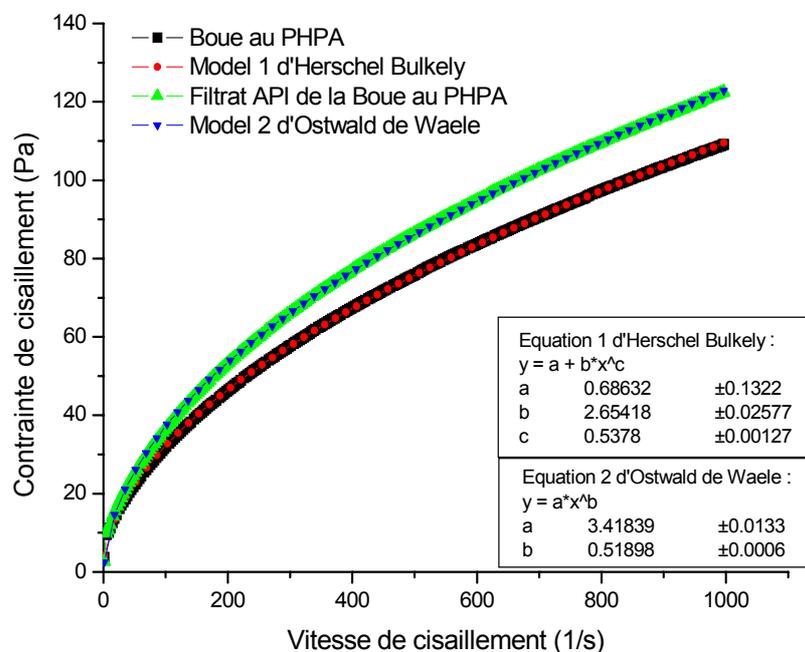


Figure IV.1 : Rhéogrammes du fluide de forage au PHPA et de son filtrat API.

2. Cas du Glycol.

Tableau IV.7: Formulation d'un fluide de forage KCl / Glycol.

Eau	KCl	Xanthane	Glycol	PAC L	PAC R	Soude caustique
1000 ml	30 g	4 g	8 g	15 g	2 g	pincé

Tableau IV.8: Caractéristiques du fluide de forage KCl / Glycol.

	pH	ξ (mV)	Caractéristique du fluide						
			d	VP cP	VA cP	YP lb/100ft ²	Gel ₀ lb/100ft ²	Gel ₁₀ lb/100ft ²	Filtrat ml/30 mn
Eau	7.10	-							
KCl	6.77	19.6	1.01	45	68.5	47	7	8	21
Xanthane	7.15	42.4							
Glycol	6.35	43.6							
PAC R	7.94	43.9							
PAC L	7.86	44.5							
Soude caustique	9.63	47.5							

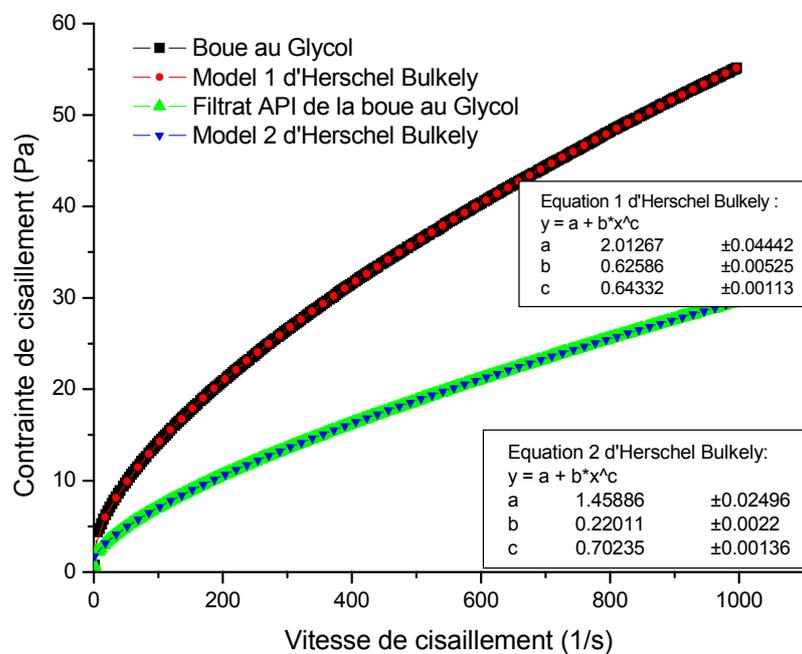


Figure IV.2 : Rhéogrammes du fluide de forage au Glycol et de son filtrat API.

3. Cas du silicate de sodium.

Tableau IV.9: Formulation d'un fluide de forage KCl / Silicate.

Eau	KCl	Xanthane	Silicate	PAC
1000 ml	30 g	2 g	10 g	10 g

Tableau IV.10: Caractéristiques du fluide de forage KCl / Silicate.

	pH	ξ (mV)	Caractéristique du fluide						
			d	VP cP	VA cP	YP lb/100ft ²	Gel ₀ lb/100ft ²	Gel ₁₀ lb/100ft ²	Filtrat ml/30 mn
Eau	7.18	-							
KCl	6.81	17.9							
Xanthane	7.63	43.2							
SILICATE	11.05	45.8	1.01	85	94	18	20	22	11.5
PAC	10.81	54.1							

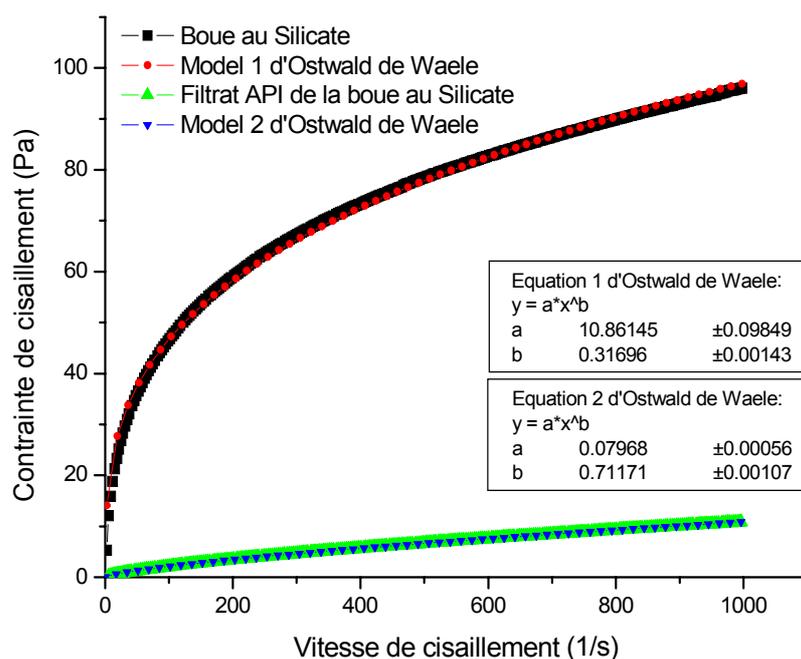


Figure IV.3 : Rhéogrammes du fluide de forage au Silicate et son filtrat API.

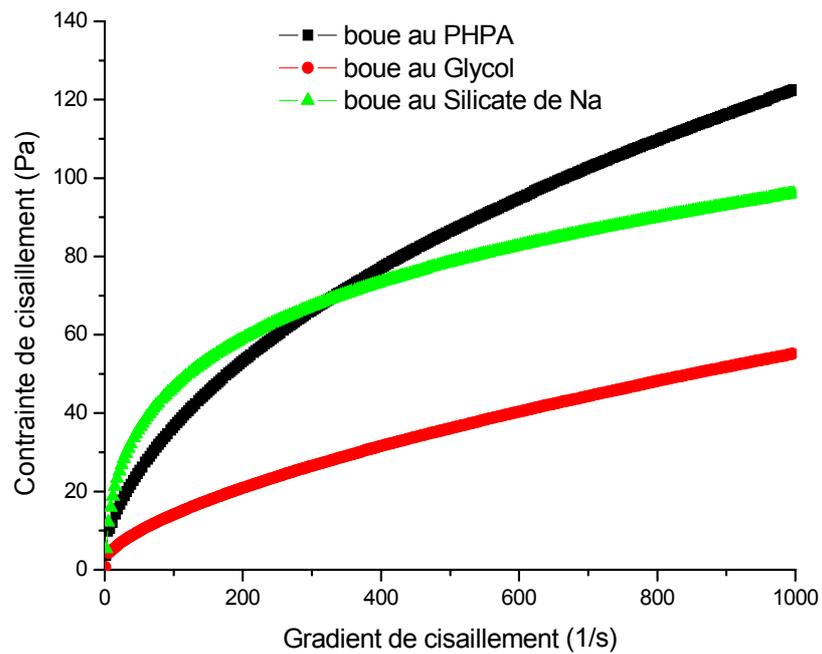


Figure IV.4 : Rhéogrammes des systèmes de fluide de forage aux silicate, glycol et PHPA

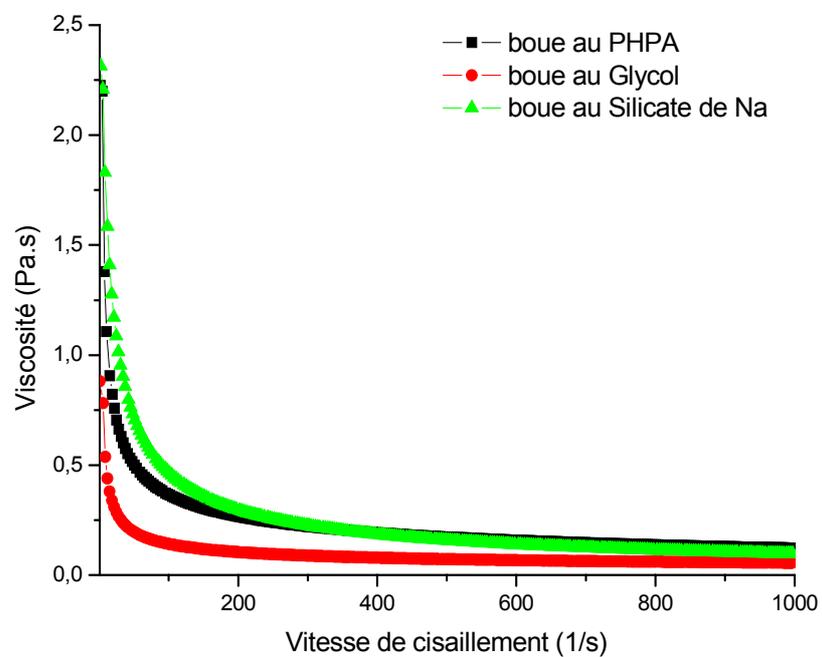


Figure IV.5 : Viscosités des systèmes de fluide de forage aux silicate, glycol et PHPA

Interprétations.

Le choix des systèmes de boue aux polymères : KCl / PHPA, KCl / Glycol et KCl / Silicate est motivée par leurs utilisation fréquente ainsi qu'ils présentent les meilleures pouvoirs d'inhibition des argiles. Ces qualités sont très recherchées dans les fluides de forage afin d'éviter l'endommagement de la roche réservoir et la dispersion des cuttings

Sur les tableaux (IV.5, IV.7 et IV.9) sont portés les différentes caractéristiques des trois système de boue on peut en dire que pour les valeurs de potentiel zêta final de chaque formulation sont du même ordre 54.1 pour les systèmes KCl / PHPA et KCl / Silicate tandis que le système KCl / PHPA donner une valeur moindre 47.5, et comme on peut le constater le pH des systèmes doit être garder alcalin afin d'éviter le non fonctionnement de certain polymères sensibles au pH, les caractéristiques rhéologiques révèlent des valeurs un peut grandes a ceux utilisés sur terrain, le filtrat que nous avons tenu a le garder dans une marge minime cela en jouant sur la quantité de PAC qui est la seule valeur varié dans les différents systèmes.

Les différents types de boue aux polymères avec lesquels on a travaillé indiquent un caractère rhéologique semblable du type loi de puissance (Figure IV.4), deux models rhéologiques ont été retenus pour les trois systèmes : le modèle celui de Herschel Bulkely et d'Ostwald de Waele.

Chapitre V : ETUDE DE LA FILTRATION DES MELANGES BENTONITE-POLYMERES

V.1. Granulométrie LASER des mélanges bentonite – polymères.

L'analyse des échantillons a été réalisée à l'aide d'un Granulomètre à laser de type MASTERSIZER « S » de chez MALVERN instruments qui est un kit composé des éléments suivants :

- 1- Un analyseur de type, banc long, comprenant principalement un générateur de source laser, deux possibilités d'analyses (voie humide et voie sèche), une façade de convergence de lumière, 44 détecteurs (capteurs) et une carte électrique d'interface.
- 2- Deux échantillonneurs (voie humide et voie sèche).

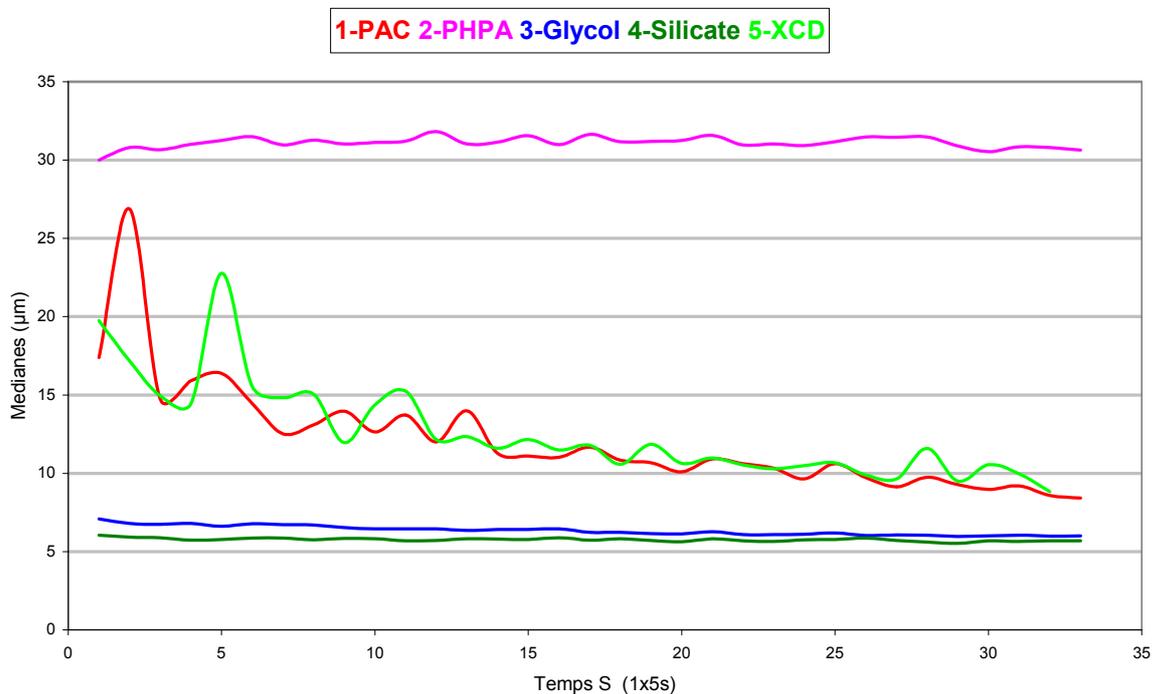


Figure V.1: Evolution de la granulométrie des mélanges Bentonite-Polymère

Lors du processus de filtration, le polymère peut affecter le filtrat essentiellement par trois mécanismes différents. Les travaux de Loeber et al, 1996 [48] montrent que le cake déflocculé va se tasser pour former une structure plus mince et plus imperméable de manière à réduire le filtrat. Si la phase liquide qui traverse le dépôt est visqueuse, cela le réduira également. Un troisième mécanisme de réduction du filtrat consiste à ajouter des particules colloïdales afin de boucher les pores du cake.

L'effet réducteur de filtrat du polymère n'est pas seulement du à la dispersion de la suspension initiale de bentonite ou à une diminution de la taille des particules (après adsorption). Le polymère participe dans la suspension à la construction du cake au cours du processus de filtration réduisant ainsi le volume filtré. Dans le cadre d'analyser ces mécanismes, nous étions amené à suivre la chronologie de l'évolution granulométrique des mélanges bentonite-polymère.

Afin d'analyser les interactions, les suspensions bentonite-eau ont été laissées après agitation en vieillissement durant 48h. La concentration en bentonite a été fixée à 0,05 % dans l'eau distillée. La figure V.1, montre l'évolution granulométrique des différents mélanges. L'analyse granulométrique est effectuée à l'aide d'un granulomètre Laser à voie humide.

Pour l'ensemble des polymères étudiés, nous avons remarqué une stabilité des dimensions dans le temps. D'une part les mélanges silicate-bentonite et glycol-bentonite ont donné les faibles granulométries (médiane de 5 μm), d'autre part le mélange PHPA-Bentonite a donné la granulométrie la plus importante (médiane de 30 μm). Le PAC et le xanthane, par contre, ont montré initialement une perturbation dans la granulométrie qui s'est stabilisée dans le temps. La valeur obtenue oscille entre 20 et 8 μm . Cette variation peut être liée aux effets de charge importantes des polymères, ainsi qu'à la différence dans les dimensions des molécules de polymères [57].

La dimension moyenne des particules argiles bentonitiques en solution évolue avec l'augmentation du pH des solutions. Le comportement rhéologique est lié à cette augmentation de dimension qui est la conséquence des interactions face-face, bord-face et bord-bord [49].

V.2. Test de déplacement.

Les pastilles utilisées pour le test de déplacement sont préparées à partir de cuttings issus de la formation dite Turonien. Ces cuttings ont été lavés avec du gazoil et séchés dans une étuve à 105 °C jusqu'à l'obtention d'une masse constante.

Au sujet des opérations de lavage, d'autres travaux [58] ont mis l'accent sur l'importance du type de solvant et du mode de prétraitement des cuttings pour le bon déroulement des tests d'inhibition sur les cuttings. Il a été montré que le lavage avec du n-hexane ou un chauffage à 160 °C peut éliminer la totalité de la contamination organique issue des additifs de la boue.

Le poids de chaque pastille est de 20 g, les différentes pastilles ont la même distribution granulométrique donnée dans le tableau suivant. Le compactage a été fait à l'aide d'une presse sous une pression de 15 bars.

Tableau V.1: Distribution granulométrique des cuttings.

	Tamis 0.800 µm	Tamis 0.315 µm	Tamis 0.200 µm	Passant
Poids (g)	10,776	6,808	0,916	1,5
%	53,88	34,04	4,58	7,5



Figure V.2 : Figure du montage et de la procédure de préparation des pastilles pour les essais de filtration.



Figure V.3 : cellule Hassler pour essais de déplacement (montage de déplacement)

Les membranes de filtration soit les carottes de roche de réservoir (Figure I.3) ou les pastilles de cuttings (Figure V.4) sont placés dans la cellule Hassler (4) sur la photo sous des conditions de température et de pression bien déterminés, les cellules 1,2 et 3 sont remplis de différents types avec qui le déplacement ce fera, ensuite le filtrat sera récupéré a la sortie dans un cylindre gradué.



Figure V.4 : Les différentes pastilles après plusieurs jours de séchage à l'air libre.

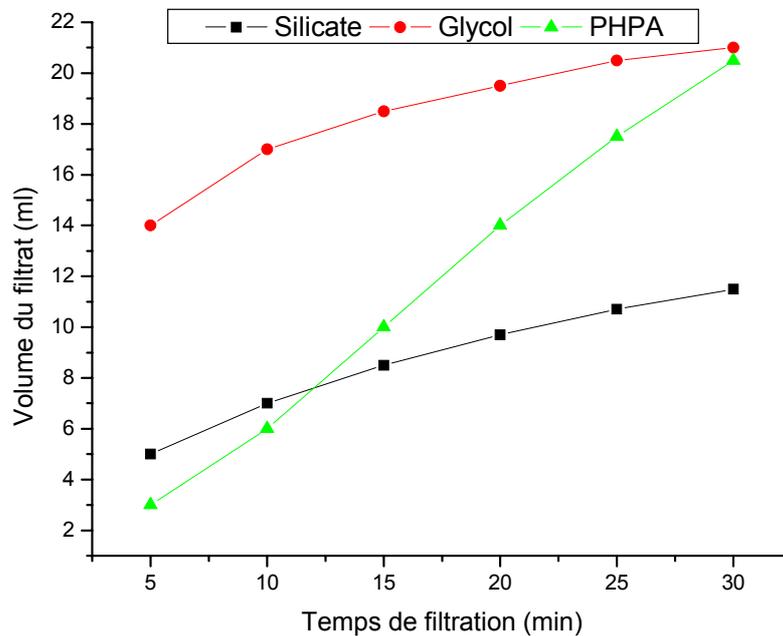


Figure V.5 : Cinétique de filtration API des fluides de forage à base de polymères.

Tableau V.2 : Résultats des tests d'endommagement par les fluides de forage aux polymères.

Boue d'Endommagement	Roche	\emptyset (%)	K_{air} (mD)	K_i (mD)	K_f (mD)	% C	Vf (ml)
Boue au PHPA avec KCl	OMK-142	8.46	12.47	1.4	0.87	37.9	25
Boue au PHPA sans KCl	OMK-142	10.59	13.15	1.6	0.6	62.5	30
Boue à l'eau au PHPA	G.Berea	17.52	1279.9	208.9	134.8	35.5	0.7
Boue à l'eau au Silicate	G.Berea	16.09	1000.95	292.6	41.8	85.7	5
Boue à l'eau au Glycol	G.Berea	7.88	1131.44	167.2	39.3	76.5	12

Tableau V.3 : Résultats des tests de déplacement de solutions de polymères à travers des pastilles de cuttings Turonien.

Type de solution	K_i (mD)	K_f (mD)	C (%)	V_f (ml)
Solution de PAC (0,5 %)	0,6	0,17	71,7	2
Solution de xanthane (0,1 %)	0,49	0,16	67,3	21
Solution de PHPA (0,5 %)	0,54	0,19	64,8	5
Solution de glycol (0,5 %)	0,39	0,22	43,6	30
Solution de silicate (0,5 %)	0,66	0,27	59,1	2

Interprétations.

Dans le cadre de l'exploitation des tests d'inhibition réalisés sur des échantillons de cuttings, une analyse par granulométrie laser a été réalisée. L'objectif est de suivre l'évolution de la granulométrie des mélanges Bentonites - polymères.

La bentonite a été choisie comme argile de référence (homogène) afin d'éviter les hétérogénéités possible des échantillons de cuttings. D'autres essais de filtration sur des pastilles compactés et préalablement préparées par le mélange homogène des différentes granulométries (Tableau V.1) ont été réalisés afin d'exploiter les mécanismes mises en jeu lors des interactions Argile – Polymère.

Il a été observé (Tableau V.2) que de la même manière les systèmes aux silicates ont donné le pourcentage de colmatage le plus important (85,7 %) et assez proche que celui du glycol (76,5 %) cependant le système au PHPA a donné le pourcentage de colmatage le plus faible.

Les résultats sont corroborés par les tests déjà réalisés au sujet de l'évolution de la granulométrie où le système au PHPA a donné les résultats les plus importants ($\approx 30 \mu\text{m}$).

Les résultats de colmatage du système au silicate sur un échantillon de grès Bérea et sur les pastilles de cuttings compactés ($P = 15$ Bars d'épaisseur = 7mm et de diamètre = 40 mm) a donné des résultats assez similaires successivement (87,5 % et 89,4%) les premiers analyses ont montrés que le comportement du système au silicate est généralement ça dépend du milieu de filtration (milieu gréseau : Bérea, carbonaté : cuttings du turonien). Ceci reste valable relativement dans le cadre de la comparaison des conditions de filtration, ce qui veut dire, l'étude de l'influence de la minéralogie du milieu devait être pris en charge dans le même sens de test, c'est-à-dire sur le même échantillon, ce qui est impossible que le test est destructif.

A partir de l'analyse visuelle des pastilles de cuttings compactés ayant été séchés à l'air libre pendant plusieurs jours on peut remarquer sur les images (Figure V.3) que les pastilles traversés par les solutions d'inhibiteurs a savoir le silicate, PHPA et le glycol on garder leurs formes induisant ainsi que ces derniers ont jouer leurs rôles a bien en évitant au pastilles de se désintégrés, pas le cas de celles traversés par les solutions de xanthane et de PAC qui sont totalement devenus sous forme de poudre. La cinétique de filtration API montrée sur la Figure V.4 indique la différence qui existe entre les différents systèmes de boue il est claire que le système au silicate a contribué au mieux à former un filtre cake imperméable et fin vu le petit

volume de filtrat (11,5 ml) recueilli dans un laps de temps inférieure a celui des deux autres systèmes, il est a noter aussi que le système au glycol a donné un taux de filtrat dans les premières 5 minutes de la filtration très élevé qualifiés de temps avant la déposition du cake.

V.3. Test de dispersion.

V.3. 1. Préparation des déblais.

Les déblais récupérés lors du forage de la formation géologique dite Turonien ; trois prises d'échantillons du haut, du milieu, du fond et le cénomaniens sont lavés avec 200 ml de gazoil sur un tamis de 0,800 mm puis séché à 105 °C jusqu'à une masse constante.

V.3. 2. Procédure

20 g de chaque catégorie des déblais a été pesé après séchage a 105 °C est met dans des cellules avec de la boue, puis le tous est introduit dans le Hot-Rolling pendant 16 h à une température de 80 °C, une fois le temps de séjour au sein du H-R la boue contenant les déblais est tamiser a travers une série de tamis d'une ouverture de maille décroissante 0,800, 0,315, 0,200 et 0,100, après le passage de la boue a travers les tamis celle-ci est récupérée pour être testé, les déblais seront retenus sur les tamis lavés avec une saumure de KCl d'une concentration de 100 g/l, a la suite les tamis avec les déblais dedans vont être séché a une température de 105 °C pendant 1 h, les tamis étant été pesés au début vides seront pesé avec l'échantillon après séchage les masses de déblais retenus sur chaque tamis sont présenter sur des tableaux voir annexe A.

V.3. 3. Résultats.

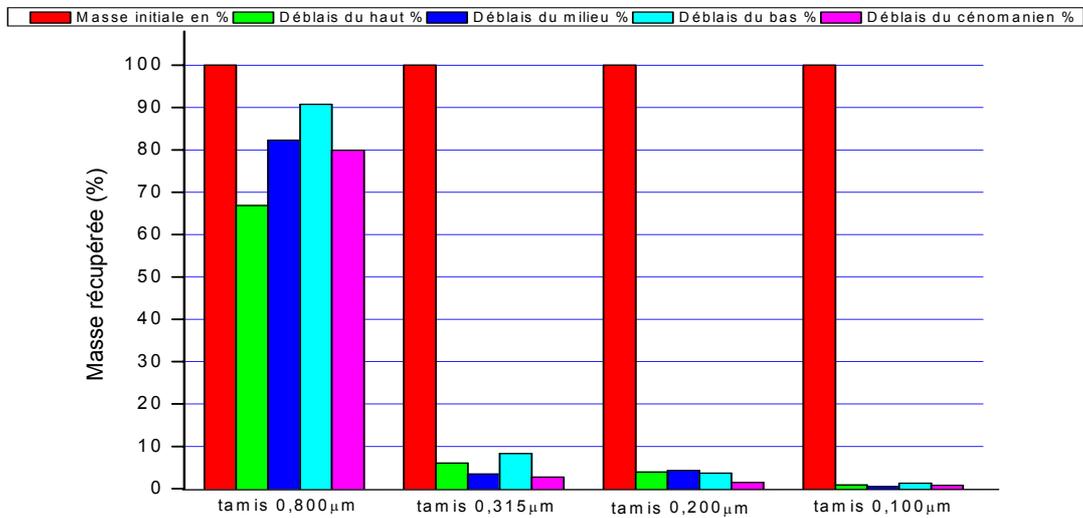


Figure V. 6: Pourcentage de récupération des cuttings avec le système de fluide au PHPA

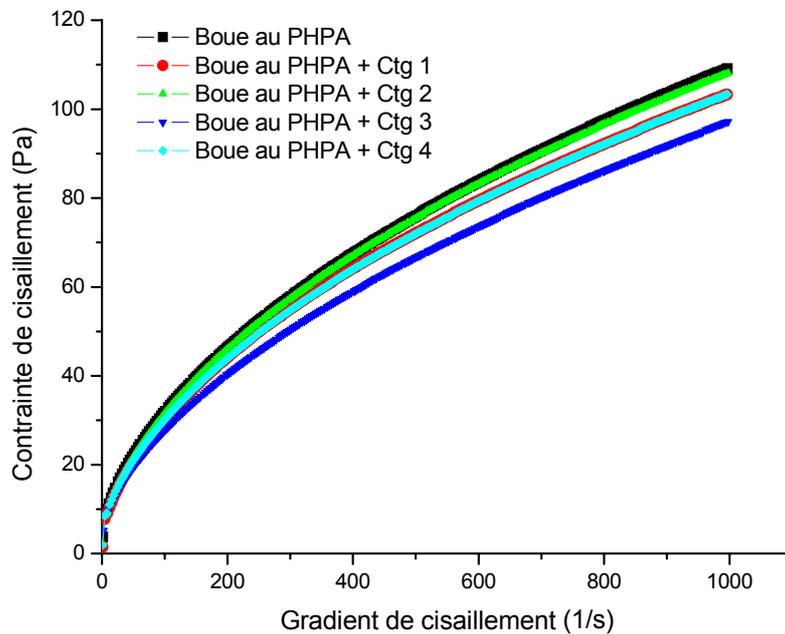


Figure V. 7: Rhéogrammes des différentes fluides au PHPA + Cuttings

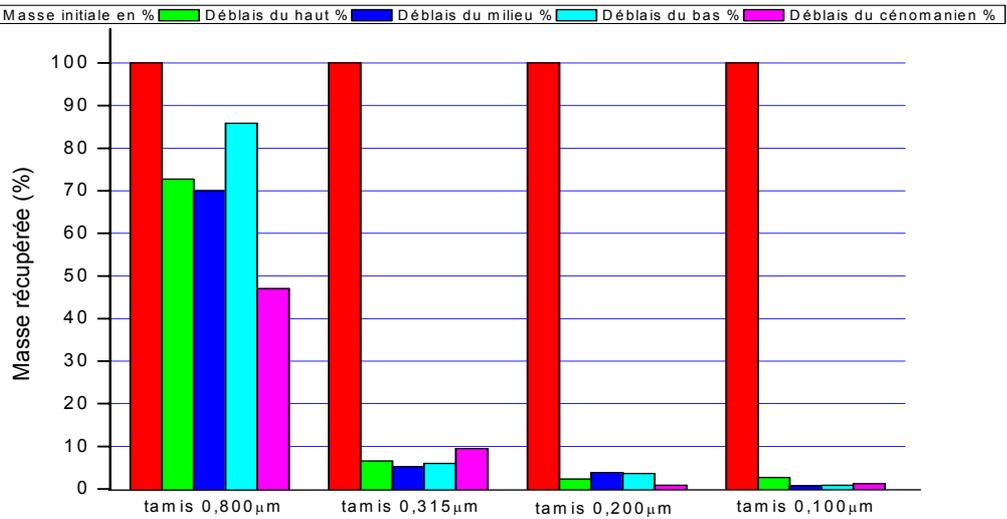


Figure V. 8: Pourcentage de récupération des cuttings avec le système de fluide au Glycol.

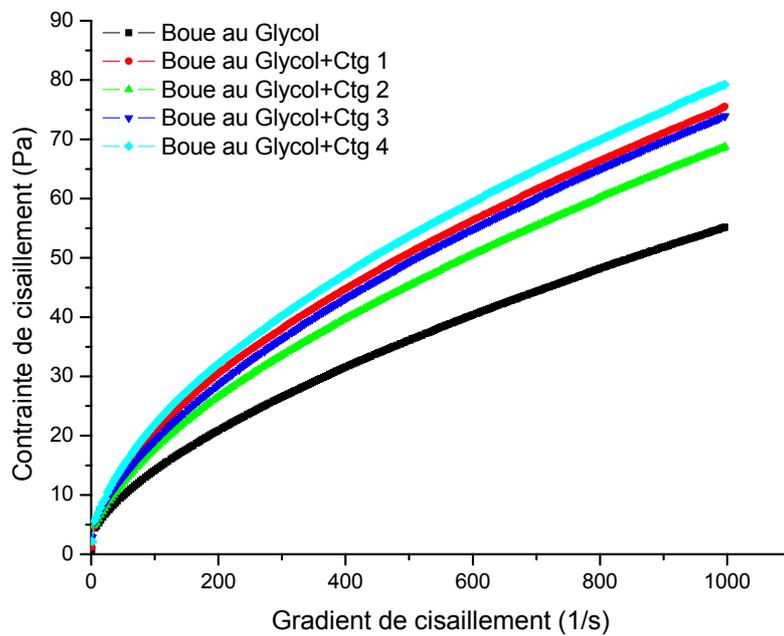


Figure V. 9: Rhéogrammes des différentes fluides au Glycol + Cuttings

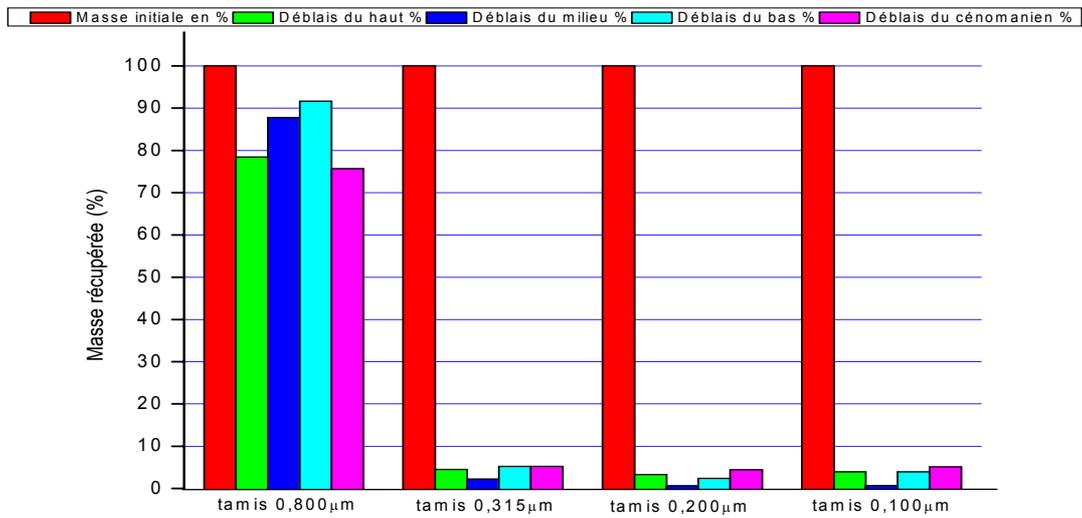


Figure V. 10 : Pourcentage de récupération des cuttings avec le système de fluide au silicate.

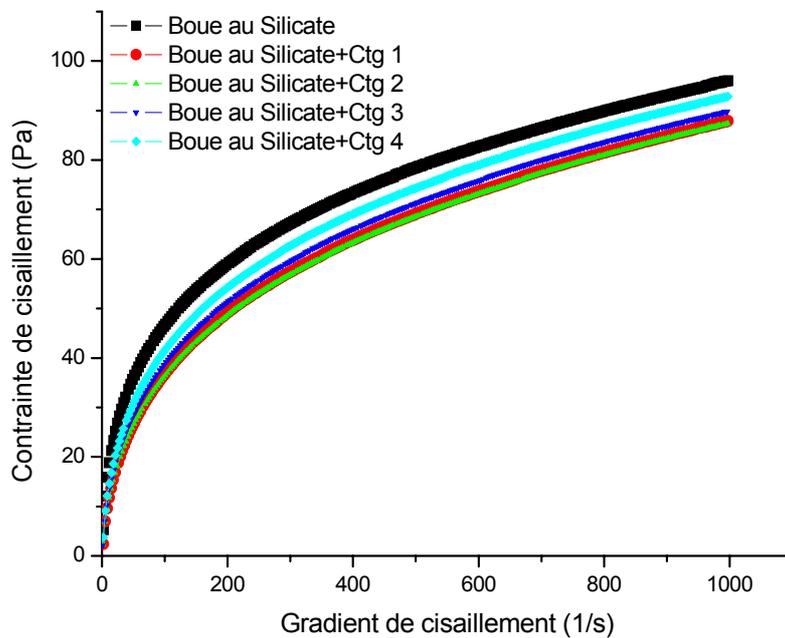


Figure V. 11: Rhéogrammes des différentes fluides au silicate et cuttings

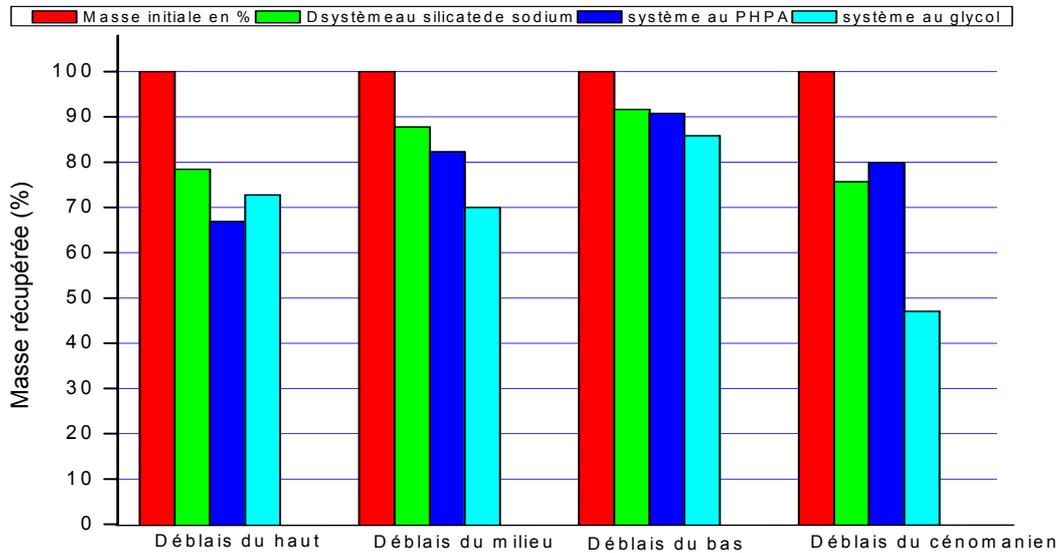


Figure V. 12 : Pourcentage de récupération des différents cuttings avec les différents systèmes de fluides sur le tamis 0,800 μm .

Interprétations.

Les polymères organiques tel que Glycols, silicates et le PHPA on montrer qu'ils ont un grand pouvoir d'inhibition, et ils sont beaucoup utilisés actuellement dans les boues a base d'eau. La gomme de xanthane procure une grande rigidité au système sous un large étendu de salinité et de température [50]. Le polyanionique de cellulose (PAC) est utilisé comme réducteur de filtrat, mais il a noter qu'il agi comme un viscosifiant [51]. L'ajout du silicate au xanthane a grande densité de charge et de masse par chaque unité répété entraîne la floculation par les effets stérique et columbien, dû a la nature anionique du PAC, l'adsorption et la floculation surviennent comme résultat des liaisons d'hydrogène entre les surfaces solides et les groupes hydroxyles sur les polymères [52]. Pour le système de silicate, la polymérisation au sein du système continue a être une méthode très efficace pour résoudre les problèmes durant le forage et la complétion des puits. Le système de silicate d'après Masashi, K présente généralement une grande viscosité plus que le PHPA et le glycol, et d'un autre coté la viscosité de la solution de glycol est faible à cause du faible poids moléculaire, la formation d'un réseau par enchevêtrement semble être impossible dans les solutions de glycol [53]. Pour le glycol plusieurs mécanismes ont été proposés, l'un d'eux qui soit le plus plausible est l'habilité du glycol à interrompre les liaisons d'hydratation la

structure de l'eau qui s'accumulerait autrement à côté des surfaces d'argile [54]. Pour le système de PHPA, les nombreuses études présentent le mécanisme d'encapsulation du polymère dans l'inhibition [55].

Le système de boue à base de glycol est employé pour forer des formations argileuses où la suppression d'hydrate est un problème important. Ce système emploie des sels de NaCl et de KCl, les polymères conventionnels et le glycol pour fournir l'inhibition de formation et la suppression d'hydrate.

L'inhibition primaire est réalisée avec un glycol de polyalkylene [55]. Le glycol empêche l'interaction de molécule d'eau avec l'argile. Les polymères d'encapsulation, l'ion de potassium, et la basse activité de l'eau fournissent l'inhibition secondaire des argiles. L'addition des polymères PAC et PHPA fournissent l'inhibition par encapsulation; les chaînes du polymère s'adsorbent sur la surface de la formation empêchant la migration extérieure de l'eau dans la structure d'argile. L'échange cationique du potassium avec la formation réduit la tendance de gonflement de l'argile par interférence directe avec le mécanisme de gonflement. Autre la salinité élevée contribue à l'inhibition des argiles et d'hydrate.

Avec ces fluides, le sel de chlorure de potassium (KCl) est fréquemment employé comme inhibiteur de gonflement dans les boues de forage à base d'eau.

L'étude comparative des deux méthodes d'inhibition (dispersion en hot rolling et pastilles comprimées) réalisées sur des cuttings le long de la phase 12^{''},^{1/4} de HMD avec la formulation au glycol [58] montre une différence de 10 à 15% dans les pourcentages d'inhibition par les deux méthodes. Ce qui est remarquable c'est que les valeurs sont assez proches pour les différents niveaux géologiques testés ayant une minéralogie différente et des CEC similaires. Pour le test par dispersion, il est constaté que le taux moyen de récupération dans le fluide au glycol avoisine 76%, ce qui est important du point de vue inhibition.

CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS

La formulation des fluides de forage ainsi que la nouvelle technologie relative aux outils utilisés ont beaucoup évolué afin d'apporter de meilleures solutions aux problèmes soulevés et assurer une amélioration continue des opérations de forage. Plusieurs travaux ont montré, qu'au cours du forage, la stabilité des parois du puits est intimement liée à plusieurs phénomènes incluant les interactions fluides-roches, l'aspect mécanique des roches, le comportement anormal des formations géologiques traversées ainsi que certains pratiques inappropriées lors du forage.

Par ailleurs, les propriétés rhéologiques, les propriétés de filtration et d'inhibition sont d'une importance capitale pour les fluides de forage à base d'eau.

A cet effet, dans ce travail, nous avons traité ces aspects en les considérant comme des entités inséparables.

L'étude rhéologique et électrocinétique des solutions de polymères, nous a permis de mieux comprendre le système eau - polymères à différentes concentrations, de 0,005 % à 0,2 % pour le cas de la gomme de xanthane, de 0,05 % à 1 % pour le PAC et de 0,1 % à 1 % pour le PHPA.

Le comportement rhéofluidifiant des solutions de polymères a été mis en évidence afin de prendre en compte l'évolution structurelle de ces suspensions. La loi rhéologique d'Herschel Bulkley s'est montrée comme étant la plus adéquate pour décrire le comportement rhéologique de ce type de polymères.

L'étude de la turbidité des solutions a montré que pour des temps de vieillissement relativement courts (5 jours), la transmission de la lumière à travers des solutions de polymères tels que le xanthane et le PAC, diminue avec le temps, expliquant ainsi la tendance à un changement de structure et de composition au sein de la solution.

L'analyse des équations classiques de la filtration - inhibition a montré que l'inhibition est influencée par :

- L'augmentation de la viscosité du filtrat,
- La réduction de la perméabilité des argiles,
- La variation de la pression osmotique,

Ainsi que l'effet combiné et simultané de ces trois facteurs.

Etant donné que :

1. La majorité des systèmes de fluide de forage à base d'eau recommandés pour l'inhibition des argiles est essentiellement basée sur le choix des systèmes polymères-sels.
2. Dans les techniques conventionnelles d'inhibition, les propriétés des fluides dépendent de la nature et des dimensions des cuttings.

Notre approche a permis, suite à la prise en considération des interactions solution-argile, de déterminer quantitativement le filtrat.

En effectuant ces manipulations, nous avons remarqué, pour le système PHPA, comparativement aux autres systèmes, des augmentations importantes des volumes des filtrats (filtration sur pastilles) et des dimensions des particules bentonite-polymère (granulométrie laser) : le système au silicates de sodium a donné le pourcentage de colmatage le plus important (85,7 %) qui assez proche de celui du glycol (76,5 %), tandis que dans le système PHPA, le colmatage étant le plus faible. Les résultats obtenus sont d'ailleurs corroborés par les tests de granulométrie où le système PHPA a donné les valeurs les plus élevées ($\approx 30 \mu\text{m}$).

Ceci nous permis d'établir que la mise au point de la formulation des fluides de forage à base d'eau peut aboutir à la formation d'une membrane efficace limitant les interactions argile-eau, et donc résoudre en partie les problèmes de stabilité survenant au cours du forage.

Ces résultats se sont aussi avérés d'une grande importance pour l'analyse des phénomènes d'endommagement des réservoirs pétroliers par les fluides à base d'eau. La substitution des fluides de forage à base d'huile par les systèmes aux polymères permettra de répondre, d'une part, aux exigences de la législation relative à la protection de l'environnement et, d'autre part, de diminuer le coût élevé des traitements des bourbiers.

Malgré les résultats plus au moins encourageantes obtenus par des techniques variées ayant pour but d'inhiber ou de minimiser les interactions argile-eau, il nous paraît indispensable de combiner d'autres disciplines, en l'occurrence, la mécanique des roches et la physico-chimie des systèmes dispersés afin d'obtenir des solutions satisfaisantes.

Communications

Publication internationale:

- ▶ «Rheological and filtration of different water based muds (WBM)».In Applied Clay sciences, (publication en cours)

Communications internationales:

- ▶ 40ème colloque Annuel du GFR Nice, 17-20 Octobre 2005,
« Étude de l'influence des fluidifiants sur les propriétés rhéologiques de la boue salée saturée lors du forage de la phase 8'' ½ (champ de Hassi Messaoud) »

- ▶ 41ème colloque Annuel du GFR Cherbourg, 18-20 Octobre 2006,
« Effet combiné de la gomme de xanthane et du polyanionique de cellulose sur les propriétés rhéologiques des boues de forage bentonitiques »

- ▶ Fourth Mediterranean Clay Meeting (MCM06) 5-10 September 2006, Middle East Technical University, Ankara, Turkey,

1- « Physico-mechanical and microstructural characterization of lightweight cement slurries based on class G cement: Bentonite and diatomite comparative ».

2- « Effect of water/polymer/electrolyte/clay systems on the rheological and filtration characteristics of oil-well drilling fluids ».

- ▶ 4th Annual European Rheology Conference (AERC 2007) April 12-14, 2007, Napoli, Italy.

« Biopolymers action on rheological properties of bentonitic drilling muds ».

- ▶ 42ème colloque Annuel du GFR Clermont-Ferrant, 10-12 Octobre 2007,
« Action des biopolymères sur les propriétés physico-chimiques et rhéologiques ».

Communications nationales:

- ▶ 2ème colloque international de rhéologie CIR'04 le 09. 10. 11 et 12 Décembre 2004,
« Étude de l'influence des fluidifiants sur les propriétés rhéologiques de la boue salée saturée lors du forage de la phase 8'' ½ (champ de Hassi Messaoud) »,

- ▶ 3ème colloque international de rhéologie CIR'05 le 11. 12. 13 et 14 November 2005,
« Étude du comportement rhéologique des boues de forage a base de polymère biodégradable (la gomme de xanthane) ».

- ▶ 6ème Séminaire de géologie pétrolière SGP'6, 15-16 Avril 2007
« Effet des biopolymères sur les propriétés rhéologiques et de filtration des boues de forage ».

- ▶ Congrès International sur l'environnement 10 & 11 Mars 2007, Ghardaïa, Algérie.
« Effet des biopolymères sur les propriétés rhéologiques des boues bentonitiques ».

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE

- [1] GARCIA C., PARIGO P., « *Boues de Forage* », Institut Français du Pétrole (I.F.P), société des éditions Technip, 1968.
- [2] Forage Rotary, « *La boue de Forage* », Edition Technip 1972.
- [3] NGUYEN J., P., « *fluide de forage* », Technique d'exploitation pétrolière, le Forage Technip, 1993.
- [4] RYEN CAENN, GEORGE V. CHILLINGAR, « Drilling fluids: state of the art », journal of petroleum science and engineering 14, 1996, 221-230.
- [5] LANDRIOT G., « *Fluide de forage* », édition Technip 1968.
- [6] CD de schlumberger « introduction au forage pétrolier ».
- [7] DE LAMBALLERIE G., « *Boue à base d'huile* », Collection Colloques et Séminaires I.F.P, Edition Technip, 1969.
- [8] ADAM T., BOURGOYNE Jr, et al., " *Applied drilling engineering*", SPE Textbook series. Vol 2. 1991, pp. 41.
- [9] MICHAEL J. ECONOMIDES, et al., " *Petroleum well construction*", édition John wiley & sons. 1988. pp. 199 – 204.
- [10] HERZHAFT B., « *Les fluides de forage : un exemple de fluides complexes industriels* », 36ème colloque annuel du Groupe Français de Rhéologie (GFR 2001), Marne-la-Vallée France, 10-12 octobre 2001.
- [11] Y. PEYSSON, "Solid/Liquid Dispersions in Drilling and Production". *Oil & Gas Science and Technology – Rev. IFP*, Vol. 59 (2004), No. 1, pp. 11-21
- [12] CD manual of drilling fluids, MI-SWACO
- [13] GUY COUARAZE, TEAN- LOUIS GROSSIORD., " *Initiation à la rhéologie*", 3 édition Tec & Doc. 2000.
- [14] MIDOUX N., « *Mécanique et rhéologie des fluides en génie chimique* », Lavoisier, 3rd Ed., 1993.
- [15] HOWARDd A. BARNES, "A handbook of elementary rheology", University of Wales, 2000.
- [16] G. MULLER, « polymères hydrosolubles d'origine naturelle et synthétique », IFP, vol. 45, n° 6, novembre-décembre 1990, 703-717.
- [17] MICHEL FONTANILLE, YVES GNANOU « chimie et physico-chimie des polymères » Dudon, Paris, 2002.

- [18] BARBARA KATZBAUER, "Properties and applications of xanthan gum", *Polymer Degradation and Stability*, Elsevier, 59 (1998) 81-84
- [19] YOKOI, H., SHRAKI, M., et al. « Flocculation properties of xanthan produced by *Xanthomonas Campestris* ». *Biotechnology Techniques*, 10, 789-792, 1996
- [20] JEAN-LUC SIMON, « Gomme xanthane : agent viscosant et stabilisant », *Techniques de l'Ingénieur*, F 4 300.
- [21] JANSON, P.-E., KENNE, L., LINDBERG, B., "Structure of the extracellular polysaccharide from *Xanthomonas campestris*", *Carbohydrate Research*, vol. 45, 275-282 (1975).
- [22] MELTON, L.D. & al. " Covalent structure of the extracellular polysaccharide from *Xanthomonas campestris*: evidence from partial hydrolysis studies ", *Carbohydrate Research*, vol. 46, 245-257 (1976).
- [23] CAPRON, I., BRIGAND, G., MULLER, G., "about the native and renatured conformation of xanthan exopolysaccharide", *Polymer*, vol. 38, 5289-5295 (1997).
- [24] CAPRON, I., " Traitement thermique des moûts de fermentation et organisation moléculaire du xanthane, conséquences rhéologiques ", Thèse de doctorat, Rouen, France (1996).
- [25] MEYER, E.L., & al. "Investigation of xanthan gum solution behaviour under shear flow using rheoptical techniques", *Macromolecules*, vol. 26, 504-511 (1993).
- [26] RODD, A.B., DUNSTAN, D.E., BOGER, D.V., " Characterisation of xanthan gum solutions using DLS and rheology ", *Carbohydrate Polymers*, vol. 42, 159-174 (2000).
- [27] ROSNAH M.S., « Production of carboxymethylcellulose (CMC) from oil palm empty bunch (EFB) », MPOB information series, ISSN 1511-7871, june 2004.
- [28] STEVE YOUNG, and al., "Novel polymer chemistry increases shale stability", AADE 01-NC-HO-41, National Drilling Conference, March 27 - 29, 2001.
- [30] A SENTHIL KUMAR, VIKAS MAHTO & V P SHARMA "Behaviour of organic polymers on the rheological properties of Indian bentonite-water based drilling fluid system and its effect on formation damage", *Indian Journal of Chemical technology*, Vol. 10, September 2003, pp. 525-530.
- [31] M.A BOUAZIZ, « introduction aux polymères hydrosolubles » IAP, Mai.2001.

- [32] CLARK RK, & al.: "Polyacrylamide-Potassium Chloride Mud for Drilling Water Sensitive Shales," *Journal of Petroleum Technology* 28, no. 6 (June 1976): 719-726.
- [33] FRASER LJ: "New Method Accurately Analyzes PHPA's in Muds," *Oil & Gas Journal* 85, no. 27, 39-42 (July 6, 1987).
- [34] Silicate drilling fluids technology, PQ Corporation, 2001.
- [35] ILER, R.K. "The Chemistry of Silica". New York. John Wiley and Sons. 1979.
- [36] LUCIANA VIANA AMORIMA, & al. "Bentonites from Boa Vista, Brazil: Physical, Mineralogical and Rheological Properties", *Materials Research*, Vol. 7, No. 4, 583-593, 2004
- [37] CAILLIERE S., HENIN S., RAUTUREAU M. « Minéralogie des argiles » *Tomes 1 et 2*. Paris : Masson. 184-189, 1982
- [38] PEDRO G. « Les minéraux argileux, 47-64, dans pédologie. 2-Constituants et propriétés du sol. Eds. Duchaufour Ph. et Southier B. Masson, Paris 665p 1994
- [39] TOURET O., PONS C. H., TESSIER D., TARDY Y. « Etude de la répartition de l'eau dans les argiles saturées Mg²⁺ aux fortes teneurs en eau ». *Clay Minerals*, 25, 217-233, 1990.
- [40] VAN OLPHEN H. "An introduction to clay colloid chemistry". Ed. *Inter science New York*, 1963.
- [41] EGLOFFSTEIN T. A. "Ion exchange in geosynthetic clay liners". *Geotechnical fabrics report*. 15 (5), St. Paul, USA 1997.
- [42] PAUL F. LUCKHAM U, SYLVIA ROSSI « The colloidal and rheological properties of bentonite suspensions », *Advances in Colloid and Interface Science*, 82, 1999.43-92
- [43] O. BOURAS, « Propriétés adsorbantes d'argiles pontées organophiles: synthèse et caractérisation », Thèse de Doctorat, Université de Limoges, 2003.
- [44] R. DUPONT, « Influence de la boue dans le forage des formations argileuses bouillantes », *Collection colloques et Séminaires*, VOL. 9, pp 87, I.F.P, Editions Technip, Paris, 1968.
- [45] AHMED KAYACIER, MAHMUT DOGAN "Rheological properties of some gums-salep mixed solutions", *Journal of Food Engineering* 72, 261-265, 2006.
- [46] O. M'BODJ et al. "Plastic and elastic properties of the systems interstratified clay-water-electrolyte-xanthan", *Journal of Colloid and Interface Science* 273, 675-684, 2004.
- [47] JASIM AHMED, H.S. RAMASWAMY "Effect of high-hydrostatic pressure and concentration on rheological characteristics of xanthan gum", *Food Hydrocolloids* 18, 367-373, 2004.

- [48] LOEBER, L., DURND, C., LECOURTIER J. et ROSENBERG, G.E. (1996) "Relationship between composition, structure and permeability of drilling filter cakes. Rev I.F.P vol 51. N°6. P.777-788. Nov-Dec
- [49] JADA, A. ; H. DEBIH, et M. KHODJA (2006) « Montmorillonite surface properties modifications by asphaltenes adsorption” Journal of Petroleum Science and Engineering Article in press (accepted 7 March 2006)
- [50] XIE, W. et LECOURTIER, J., 1989, polym. Degradation stability 38, 155-164
- [51] BRUTON, J., MERCER, R., PAUL, D., (2000) « The application of new generation CaCl₂ mud systems in the Deepwater Gulf of Mexico”. IADC/SPE Drilling Conf., New Orleans, February, SPE 59051.
- [52] GUNGOR, N., (2000) “Effect of the adsorption of surfactants on the rheology of Na-bentonite slurries”. J.Appl. Polym. Sci. 75, 107-110.
- [53] MASASHI, K., RONAO, O., et YASUFUMI, O., « Viscosity behavior of silica suspensions flocculated by associating polymers », Journal of colloid and interface science 290 (2005) 592-597.
- [54] BAILEY L., REID P.I., SHERWOOD J.D. “Mechanisms and solutions for mechanical inhibition of shale swelling and failure”, Paper presented at the Royal Society of Chemistry Meeting : Chemistry in the oil industry, Ambleside, April 1994.
- [55] LIAO X.A et D.R. SEIMS. (1990) « Adsorption characteristic of PHPA on formations solids ».IADC/SPE. 1990.
- [56] BOUZIANI T. “Caractérisation physico-mécanique des ciments allégés à base de matériaux locaux afin de leur utilisation dans la cimentation des puits de pétrole dans les zones salifères ». Mémoire de magister, 2001-2002.
- [57] M.KHODJA, J.P.Canselier, F.Bergaya, K. Fourar, M.Khodja-Saber and A. Benmounah “Effect of water/polymer/electrolyte/clay systems on the rheological and filtration characteristics of oil-well drilling fluids” Fourth Mediterranean Clay Meeting, Ankra September 2006.
- [58] M. KHODJA, J.P. Canselier, M. Galal, K. Guellil et M. Khodja « Laboratory Characterization of Shale Inhibition in Drilling” Oil and Gas Exhibition, Kuwait, Marsh 2005.

[59] Ch. BARDON et al. « Recommandations pour la détermination expérimentale de la capacité d'échange de cations des milieux argileux ». Revue de l'institut français du pétrole. Vol 38. N° 5. septembre-octobre 1983.

[60] API Recomandations, Spec 13A : drilling fluid materials, pp.17.18

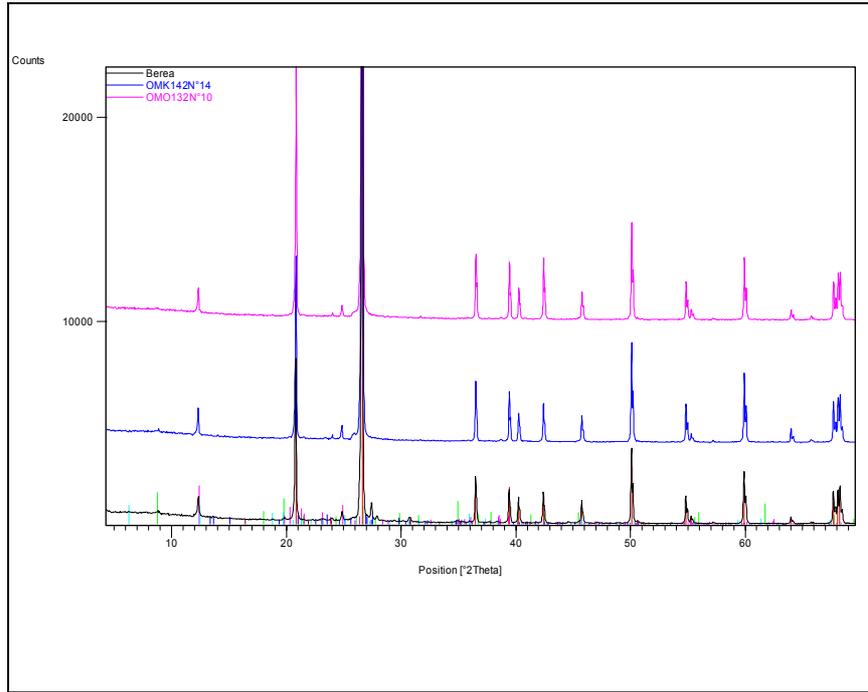


Figure A.3: *Diffractogramme RX des carottes de la roche réservoir.*

Tableau A.1: *pH et potentiel Zéta des solution de xanthane.*

	pH	ξ (mV)	Mobilité
0.05 g/l	6.96	-	-
0.1 g/l	7.37	- 25.5	- 2.002
0.5 g/l	7.59	- 46.0	- 3.614
1 g/l	7.64	- 50.9	- 3.999
2 g/l	7.66	- 48.3	- 3.792

Figure A.2 : *Effet de la concentration de xanthane sur la transmission.*

	Transmission (%)	
	1 h	5 jrs
0 g/l	98.9	98.9
0.1 g/l	94.3	96.7
0.5 g/l	88.4	91.0
1 g/l	83.1	88.8
2 g/l	62.3	75.9

Tableau A.3 : pH et potentiel Zéta des solution du PAC

	pH	ξ (mV)	Mobilité
0.5 g/l	7.13	- 52.4	- 4.153
1 g/l	7.35	- 57.2	- 4.438
2 g/l	7.76	- 58.5	- 4.573
5 g/l	7.74	- 62.7	- 4.857
10 g/l	7.68	- 65.3	- 4.972

Figure A.4 : Effet de la concentration du PAC sur la transmission.

	Transmission (%)	
	1 h	5 jrs
0.1 g/l	98.8	98.5
0.5 g/l	98.6	98.4
1 g/l	98.5	98.4
5 g/l	87.4	97.1

Tableau A.5 : pH et potentiel Zéta des solution du PHPA

	pH	ξ (mV)	Mobilité
1 g/l	7.68	- 38.6	- 3.033
2 g/l	7.68	- 36.6	- 2.878
4 g/l	7.64	- 42.5	- 3.335
6 g/l	7.52	- 44.1	- 3.468
8 g/l	7.43	- 44.5	- 3.496
10 g/l	7.41	- 44.7	- 3.513

Tableau A.6 : pH et potentiel Zéta des solution du PHPA a différentes concentrations de KCl.

PHPA	2 g/l			6 g/l			10 g/l		
	10 g/l	30 g/l	50 g/l	10 g/l	30 g/l	50 g/l	10 g/l	30 g/l	50 g/l
pH	8.45	8.43	8.35	8.25	8.22	8.18	8.38	8.43	8.11
ξ (mV)	- 49.2	- 43.5	- 41.6	- 45.1	- 43.9	- 41.9	- 43.5	- 43.5	- 42.5
Mobilité	- 3.866	-3.415	- 3.267	-3.546	-3.448	-3.293	-3.45	-3.416	-3.397

Tableau A.7 : *pH et potentiel Zéta des suspensions d'argiles a différents temps de vieillissement.*

	pH			ξ (mV)			Mobilité		
	15 g/l	20 g/l	30 g/l	15 g/l	20 g/l	30 g/l	15 g/l	20 g/l	30 g/l
0 h	10.83	10.84	10.89	- 41.8	- 41.0	- 43.1	- 3.288	- 3.220	- 3.383
2 h	10.92	10.89	11.09	- 39.4	- 42.3	-36.0	- 3.092	- 3.320	- 2.829
3 h	10.95	10.95	11.13	- 39.8	- 37.0	- 31.9	- 3.127	- 2.909	- 2.506
24 h	10.66	10.82	10.93	- 41.1	- 39.0	- 37.6	- 3.233	- 3.063	- 2.953
48 h	10.32	10.72	10.75	- 43.5	- 39.7	- 42.4	- 3.255	- 3.120	- 3.330
72 h	9.53	9.89	9.83	- 40.4	- 42.2	- 39.1	- 3.170	- 3.131	- 3.074
96 h	9.51	9.80	9.74	- 40.1	- 39.2	- 40.2	- 3.169	- 3.079	- 3.162

Tableau A.8 : *Effet du sel sur le pH et le potentiel Zéta des suspensions d'argile*

	pH		ξ (mV)		Mobilité	
	24 h	48 h	24 h	48 h	24 h	48 h
10 g/l	10.70	9.69	- 45.2	- 45.6	- 3.553	- 3.583
20 g/l	10.70	9.68	- 44.2	- 46.0	- 3.474	- 3.613
30 g/l	10.68	9.55	- 44.8	- 44.9	- 3.524	- 3.531
40 g/l	10.56	9.48	- 45.1	- 47.7	- 3.546	- 3.748
50 g/l	10.54	9.39	- 46.3	- 47.2	- 3.638	- 3.706

a. Système de boue avec le silicate de sodium.

Tableau A.9 : *Récupération des cuttings sur tamis après 16h de Hot-Rolling avec le système de boue au silicate de sodium.*

	Déblais							
	Haut		Milieu		Fond		Cénomanién	
	m (g)	%	m (g)	%	m (g)	%	m (g)	%
0,800	15,687	78,43	17,558	87,79	18,327	91,63	15,137	75,68
0,315	0,896	4,48	0,441	2,20	1,053	5,26	1,047	5,23
0,200	0,657	3,28	0,125	0,62	0,468	2,34	0,883	4,41
0,100	0,784	3,92	0,132	0,66	0,792	3,96	1,024	5,12

b. Système de boue avec le PHPA.

Tableau A.10 : *Récupération des cuttings sur tamis après 16h de Hot-Rolling avec le système de boue au PHPA.*

	Déblais							
	Haut		Milieu		Fond		Cénomanién	
	m (g)	%	m (g)	%	m (g)	%	m (g)	%
0,800	13,383	66,91	16,464	82,32	18,16	90,8	15,982	79,91
0,315	1,206	6,03	0,691	3,45	1,656	8,28	0,546	2,73
0,200	0,789	3,94	0,863	4,31	0,737	3,68	0,3	1,5
0,100	0,181	0,9	0,104	0,52	0,265	1,32	0,168	0,84

c. Système de boue avec le glycol.

Tableau A.11 : Récupération des cuttings sur tamis après 16h de Hot-Rolling avec le système de boue au glycol.

	Déblais							
	Haut		Milieu		Fond		Cénomanién	
	m (g)	%	m (g)	%	m (g)	%	m (g)	%
0,800	14,55	72,75	13,998	69,99	17,17	85,85	9,406	47,03
0,315	1,316	6,58	1,055	5,27	1,195	5,97	1,901	9,5
0,200	0,465	2,32	0,778	3,85	0,728	3,64	0,177	0,88
0,100	0,532	2,66	0,146	0,73	0,172	0,86	0,255	1,27

Déplacement avec la saumure de KCl

	K₁	K₂	K₃	K₄	K₅	K₆
Saumure 50 g/l de KCl	1,43	1,43	1,43	1,53	1,53	1,53
Saumure 40 g/l de KCl	1,39	1,39	1,50	1,50	1,50	1,50
Saumure 30 g/l de KCl	1,29	1,29	1,39	1,39	1,39	1,39

ANNEXE -B-

B.1. Détermination de la Capacité d'échange cationique par la méthode au sel de chlorure de cobaltihéxamine.

B.1.1. Introduction.

Les argiles, très répandues dans la nature se rencontrent fréquemment dans les réservoirs pétroliers. Elles tendent à réagir avec les fluides circulant dans le gisement, compliquant l'interprétation des mesures sur puits et affectant l'efficacité de la récupération de l'huile. Certaines de ces interactions peuvent être quantifiées notamment par la mesure de la Capacité d'Echange de Cations (CEC) [59].

B.1.2. Définition.

Les cations compensateurs ont la propriété d'être échangeables par d'autres cations. Cette propriété est quantifiée par la CEC caractéristique de chaque type d'argile. Elle s'exprime généralement en milliéquivalents de cations échangeables rapportés à 100 g d'argile.

La capacité d'échange cationique CEC est la quantité de cations susceptibles d'être échangée. Sa détermination permet de caractériser la réactivité des argiles. Elle est effectuée selon la méthode spectrale.

B.1.3. Principe.

Lors de la mise en suspension d'une quantité d'argile en solution d'électrolytes une partie des ions compensateurs de l'argile migre dans la solution. Ils sont remplacés par des ions contaminants venant de cette dernière. Un équilibre s'établit entre les concentrations des ions en solution et celles des ions fixés sur l'argile. Cet équilibre dépend de la valence, de leur masse molaire. D'une manière générale, l'affinité des argiles pour les cations est d'autant plus grande que ces cations ont une valence et une masse molaire plus élevées.

Donc, l'agent de dosage est le chlorure de cobaltihéxamine $\text{Cl}_3[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]$ c'est un sel jaune orangé dont les solutions aqueuses sont stables à l'abri de la lumière.

B.1.4. Mode opératoire

On introduit 2g d'argile broyée est séchée à 80°C pendant 24h dans 100ml de solution titré 0,045N de cobaltihéxamine, après un temps de contact de 1 heure avec agitation intermittente, la solution est filtrée et l'excès de sel de cobalt est dosé sur une longueur d'onde de 470 nm par spectroscopie UV visible.

L'étalonnage est fait à partir d'une solution contenant 4 g/l de $\text{Cl}_3[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]$ de densité optique $D_o = 0,892$

La masse molaire de $\text{Cl}_3[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]$ $M = 267,50$

L'équivalent $M/\text{valence} = 267,5/3 = 89,17$

B.1.5. Calcul

- La densité optique après filtration ;

Pour l'argile brute est $D_{o1} = 0,655$

Pour la roche OMO est $D_{o2} = 0,868$

Pour l'argile brute est $D_{o3} = 0,876$

- L'atténuation = densité optique après filtration / densité optique de la solution de sel
- Quantité d'ions introduites : $0,045 \cdot 100 / 1000 = 4,5 \cdot 10^{-3} \text{ eq} = 4,5 \text{ meq}$
- Quantité retrouvée = l'atténuation * quantité d'ions introduites (meq)
- Quantité fixée pour 2 g = quantité d'ions introduites – quantité retrouvée

B.2. Le test de conformité de la bentonite

La bentonite destinée au forage est une argile naturelle contenant le minéral d'argile smectite. Il peut également contenir d'autres minerais accessoires tels que le quartz, mica, feldspath et calcite. [60]

La bentonite de forage sera considérée pour répondre à ces spécifications si un échantillon composé ne représentant pas plus de la production journalière répond aux exigences physiques requises. Tableau 2.

B.2.1. Propriétés physiques requis pour la bentonite

Lecture a 600 Rpm sur le viscosimètre	30 minimum
Rapport Yield point/viscosité plastique	3 maximum
Volume du filtrat	15,0 cm ³ , maximum
Refus supérieur a 75 micromètres	4,0 wt.percent maximum
Humidité	10,0 wt.percent maximum

B.2.2. Résultats.

L600	L 300	Vp	Yp	Yp/Vp	Filtrat [7,5 – 30] min
38	35	3	32	10,66	16

B.2.3. Propriétés de la suspension de bentonite

a- Equipement

- Thermomètre : 32-220 ± 1F° (0-105 ± 0,5°C)
- Balance : précision de ± 0,01
- Mixeur
- Récipient
- Spatule
- Un viscosimètre a lecture directe FANN 35
- Filtre presse
- Cylindre gradué 500 ± 5 cm³
- L'eau distillée

- Un récipient d'environ 500 cm³ avec couvercle
- Un chronomètre
- Cylindre gradué 10 ± 0,1 cm³

b- procédure : lecture à 600 Rpm, viscosité plastique, yield point

- Préparer une suspension de bentonite, ajouter 22,5 ± 0,01 g d'argile a 350 ± 5 cm³ d'eau distillée durant toute en remuant dans le mixeur.
- Après l'agitation pendant 5 ± 0,5 minutes, enlever le récipient du mixeur et gratter les surfaces du récipient avec une spatule afin d'enlever toute particules qui peut rester sur les parois. Soyez sûr que toute la bentonite accrochée à la spatule est incorporée dans la suspension.
- Remettre le récipient dans le mixeur et continuer à remuer. Le récipient a besoin d'être enlevé du mixeur et nettoyer ces parois de toutes trace de bentonite après chaque 5 et 10 minutes. Le temps total d'agitation égalera 20 ± 1 minutes.
- Laisser vieillir la suspension de bentonite plus de 16 heures dans un récipient fermé.

Enregistrer la température et la durée de stockage.

- Après vieillissement de la suspension de bentonite, agiter bien et verser la suspension dans le récipient du mixeur. Remuer la suspension dans le mixeur pendant 5 ± 0,5 minutes.
- Verser la suspension dans le récipient du viscosimètre à lecture directe, prendre les lectures a 600 et 300 Rpm, la prise de lecture doit se faire lorsque l'aiguille du viscosimètre donne une valeur constante a chaque vitesse atteinte. Les lectures doivent être prises a une température de la suspension de 77 ± 2°F (25 ± 1°C).

c- Calcul : Viscosité plastique et yield value

Viscosité plastique, cP = [lecture 600 rpm] – [lecture 300 rpm]

Yield value, lb/100ft² = [lecture 300 rpm] – Viscosité plastique

Le rapport yield value/viscosité plastique = yield value /viscosité plastique

Enregistrer les valeurs calculées de la viscosité plastique, la yield value et du rapport yield value/viscosité plastique.

d- Procédure : volume de filtrat

- Recombiner toute la suspension préparée et testée précédemment, la remuer pendant 1 min \pm 0,5 minutes dans le mixeur. Ajuster la température de la suspension a 77 ± 2 °F (25 ± 1 °C).
- Verser la suspension dans une cellule de filtre presse. Avant l'ajout de la suspension, s'assurer que chaque coin de la cellule du filtre presse est sec et toute la garniture n'est pas gauche ou chaude. Ajouter la boue jusqu'à environ ½ inch (13 mm) du haut de la cellule. Compléter l'assemblage de la cellule du filtre presse. Placer la cellule dans sa place et fermer la vanne de sécurité. Placer le récipient sous le tube de drain.
- Régler un chronomètre à $7,5 \pm 0,1$ minutes et le deuxième à $30 \pm 0,1$ minutes. Déclencher les deux chronomètres en même temps et ajuster la pression dans la cellule a 100 ± 5 psi (690 ± 35 kPa). Ces deux étapes doivent être complétées dans un temps record moins que 15 secondes. La pression sera fournie par de l'air comprimé, de l'Azote ou de l'Hélium.
- A $7,5 \pm 0,1$ minutes passées du premier chronomètre enlever le récipient et nettoyer tous liquide adhérant a la surface. Placer un cylindre gradué de 10 cm^3 sous le tube de vidange et continuer de collecter le filtrat à la fin des 30 minutes affichées par le deuxième chronomètre. Enlever le cylindre gradué et enregistrer le volume du filtrat collecté.

B.2.4. Calcul du volume du filtrat

Calculer le volume du filtrat de la suspension d'argile comme suit :

$$\text{Volume du filtrat, cm}^3 = 2 \times V_c$$

Où : V_c = volume du filtrat collecté entre 7,5 et 30 minutes.

B.2.5. Humidité

a. Equipement

- Etuve de séchage réglée a 220 ± 5 °F (105 ± 3 °C)
- Balance de précision de $\pm 0,01$ g

- Creuset en porcelaine
- Spatule
- Dessiccateur

b. Procédure

- Peser $10 \pm 0,01$ g d'échantillon de bentonite dans un creuset taré
- Sécher l'échantillon dans l'étuve de séchage jusqu'à poids constant
- Refroidir dans un dessiccateur
- Repeser le creuset taré contenant la bentonite sec, enregistrer le poids

c. Calcul

$$H = 100.(W_1 - W_2)/W_1$$

Où : H = l'humidité, poids, pourcent

W_1 = le poids initial de l'échantillon, g

W_2 = le poids sec de l'échantillon, g

B.3. Description de la technique expérimentale rhéologique

B.3.1. Type de rhéomètre utilisé

L'éventail des dispositifs expérimentaux utilisés en rhéologie est très large. Le choix du dispositif adéquat repose sur plusieurs éléments à observer au préalable, comme :

- ⌚ la nature du fluide étudié
- ⌚ la gamme de concentration (et donc de viscosité) couverte
- ⌚ le type de mesure à effectuer et le degré de précision recherché

La liste est loin d'être exhaustive, on pourrait ajouter la quantité de solution disponible pour l'ensemble des expériences tout simplement ou bien le type d'appareillage accessible lors de l'étude... Le choix se fait au cas par cas. Généralement, pour les solutions polymériques en milieu concentré, on s'oriente vers des rhéomètres rotatifs à « contrainte imposée » ou à « vitesse imposée ».

L'amélioration récente des performances des capteurs et des processus d'asservissement informatique a conduit les fabricants de rhéomètres à proposer des appareillages polyvalents pouvant fonctionner selon les deux modes, contrainte ou vitesse imposée. Le rhéomètre rotatif disponible au laboratoire est commercialisé par TA instrument sous la dénomination AR 2000. Son mode de fonctionnement est du type contrainte imposée mais il parvient aussi à des résultats d'une précision suffisante pour nos expériences en mode vitesse imposée.

B.3.2. Types de cellules de mesure disponibles

Les cellules de mesure de l'appareillage sont de type « Couette » : la substance étudiée est cisailée entre deux surfaces solides, l'une en mouvement, l'autre immobile. Deux géométries dans cette catégorie peuvent être utilisées : les cylindres coaxiaux ou les modules cône-plan.

B.3.2.1. Cylindres coaxiaux

Le fluide est contenu dans l'entrefer de deux cylindres coaxiaux, de rayons R_1 et R_2 . Le cylindre externe est fixe dans le cas de notre dispositif et le cylindre interne tourne à une vitesse angulaire ω_0 . Le fluide est ainsi soumis à un mouvement laminaire de cisaillement (ou mouvement de cisaillement simple).

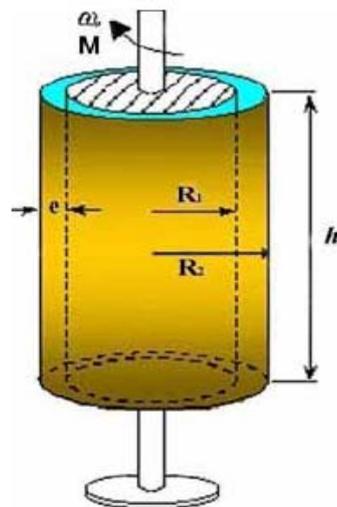


Figure B-II-1 : Cellule de couette de type cylindres coaxiaux

La contrainte σ et la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$ sont constantes au sein d'une même couche de fluide. Elles varient selon la position de la couche par rapport à l'axe de révolution des cylindres, donc selon r .

$$\sigma(r) = \frac{M}{2\pi \cdot r^2 \cdot h} \quad \text{et} \quad \dot{\gamma}(r) = r \frac{d}{dr} \omega(r)$$

Le rotor du rhéomètre est soumis à un couple de forces M qui crée dans l'échantillon une contrainte. En réaction, le fluide se déforme à la vitesse $\dot{\gamma}$.

L'expression de $\dot{\gamma}$ montre que $\dot{\gamma}$ varie avec r . Mais si l'entrefer $e = R_2 - R_1$ est suffisamment faible, $\dot{\gamma}$ est considéré comme constant en tout point de l'entrefer et s'exprime uniquement en fonction de R_1 , R_2 et ω_0 :

$$\dot{\gamma} = \frac{(R_1^2 + R_2^2)}{(R_2^2 - R_1^2)} \omega_0$$

Il existe aussi un dispositif à déformation imposée : dans ce cas, le cylindre mobile (interne ou externe) est soumis à une vitesse $\dot{\gamma}$ fixée et c'est le couple de réaction nécessaire pour maintenir statique l'autre cylindre qui est enregistré.

B.3.2.2. Géométrie cône-plan

L'échantillon est placé entre un plateau et un cône de rayon R dont l'axe de révolution est perpendiculaire au plan du plateau. La génératrice du cône forme un angle α avec le plan du plateau. L'extrémité du cône est tronquée de façon à séparer d'une distance constante de l'ordre du micron (« gap ») le cône et le plan. Ce gap doit être précisément maintenu pour ne pas perturber la symétrie conique du module.

Le plateau est fixe. Le cône est par contre soumis à un couple qui induit le mouvement de cisaillement par rotation.

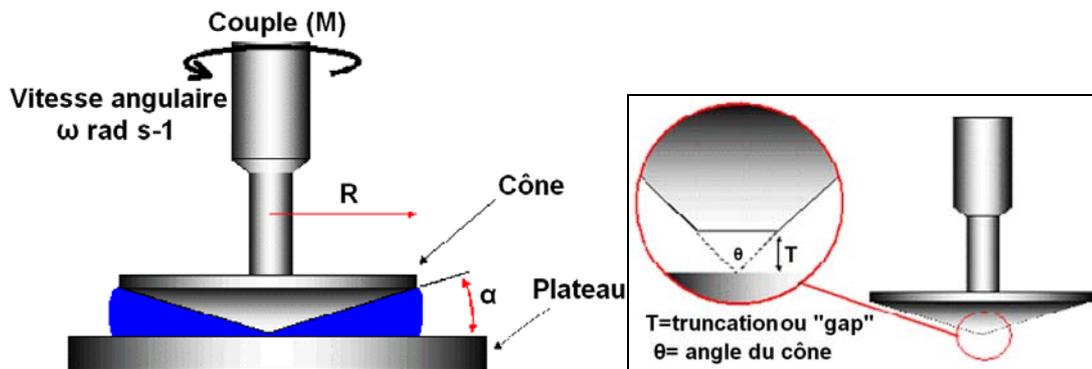


Figure B-II-2 : Géométrie cône-plan

La géométrie disponible au laboratoire a un rayon R de 50 mm et un angle α égal à 2° . Elle a l'avantage d'établir une contrainte et une vitesse de déformation indépendantes de la position dans l'échantillon :

$$\sigma = \frac{3M}{2\pi \cdot R^3} \quad \text{et} \quad \dot{\gamma} = \frac{\omega_0}{\psi}$$

Le module cône-plan aurait dû être la cellule privilégiée pour l'étude des gels de xanthane. Il est d'un usage plus simple puisqu'il ne nécessite qu'une faible quantité de solution (quelques ml). La conception même du dispositif permet d'effectuer des mesures plus précises, notamment en mode de fonctionnement oscillant où l'on sonde les propriétés structurales du fluide.

B.4. Le turbiscan

C'est un appareil destiné à détecter la déstabilisation des dispersions concentrées à un stade naissant et permet d'en comprendre les mécanismes ; pour optimiser les formulations, documenter et accélérer les tests de vieillissement. Il permet d'analyser sans dilution des émulsions, suspensions et mousses :

- Pour des fractions volumiques allant jusqu'à 60 % V/V ;
- Pour des tailles de particule comprises entre 0.05 μm à 1000 μm .

B.4.1. Le principe de fonctionnement

Il est basé sur la mesure de diffusion multiple de la lumière pour l'analyse des dispersions concentrées, c'est un analyseur macroscopique à balayage vertical est constitué d'une tête de

lecture qui se déplace le long d'une cuvette cylindrique à fond plat, effectuant ainsi un balayage complet de la hauteur de l'échantillon. Le système de détection optique est équipé d'une source lumineuse pulsée émettant dans le proche infrarouge et de deux détecteurs synchrones :

- Un détecteur en transmission qui mesure le flux transmis (T) à travers le produit ;
- Un détecteur en rétrodiffusion qui mesure le flux rétrodiffusé (R) par le produit (sous un angle de 135°).

La tête de lecture effectue une mesure du flux transmis et rétrodiffusé par le produit tous les 40 µm, sur une hauteur maximale de 80 mm. Le profil obtenu, « empreinte » macroscopique du produit, est caractéristique de son homogénéité, de la concentration et de la taille des particules dispersées. Il est présenté sur l'écran du logiciel par une courbe donnant le pourcentage de lumière rétrodiffusé et/ou transmise en fonction de la hauteur de l'échantillon (en mm). Les acquisitions, répétées à fréquences et durée programmables, fournissent une superposition des profils au cours du temps. Selon qu'ils sont identiques ou non, ils caractérisent la stabilité ou l'instabilité de l'échantillon.

B.4.2. La diffusion multiple de la lumière

La mesure réalisée permet la quantification des phénomènes physiques impliqués :

Les flux rétrodiffusés (R) et transmis (T) dépendent respectivement des distances moyennes de parcours des photons dans la dispersion : λ^* et λ . Ces paramètres physiques absolus, dépendant directement du diamètre des particules (d) et de la fraction volumique (Φ), informent sur l'état de la dispersion (sans nécessité de la diluer).

$$R \approx \left[\frac{dh}{\lambda^*} \right]^{1/2} \quad T \approx \exp \left[-\frac{ri}{\lambda} \right]$$

Où :

dh : hauteur de la fente de détection ;

ri : rayon interne du tube de mesure.

$$\lambda^* = \left[\frac{2d}{3\Phi(1-g)Q_s} \right] \quad \lambda = \left[\frac{2d}{3\Phi Q_s} \right]$$

Où :

$g(d)$: paramètre d'asymétrie optique ;

$Q_s(d)$: facteur d'efficacité de diffusion.

B.4.3. Caractérisation des phénomènes de déstabilisation

L'instabilité des dispersions est souvent le résultat d'une conjonction de deux phénomènes physiques différents :

- Augmentation de taille des particules (gouttelettes ou agrégats) due à une coalescence ou une floculation ;
- Migration des particules donnant lieu à des phénomènes de crémage et de sédimentation.

Le turbiscan effectue une analyse cinématique qui permet de détecter ces phénomènes à un stade naissant peuvent aller jusqu'à 50 fois avant une détection visuelle.

1. stabilité

Si aucune variation de taille ou de fraction volumique des particules n'intervient dans l'échantillon, les niveaux de rétrodiffusion et de transmission restent constants (les profils se superposent).

2. variation de taille de particules

Les variations de taille des particules (coalescence, floculation) induisent des variations de λ^* ou λ , et ainsi de rétrodiffusion ou de transmission sur toute la hauteur du tube.

3. migration de particules

Les migrations des particules (crémages, sédimentation) induisent des variations de concentration aux extrémités de l'échantillon. En suivant le front de migration (interface dispersion/ phase continue), le turbiscan permet de mesurer la vitesse de migration correspondante.

