

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université MUSTAPHA Stambouli

Mascara



جامعة مصطفى اسطنبولي

معسكر

THESE de DOCTORAT

Spécialité : Chimie

Intitulée

Caractérisation physico-chimique et rhéologique des systèmes argiles-polymères-électrolytes. Application aux fluides de forages.

Soutenu le : 18/05/2023

Présenté par : Mlle Rezine Fouzia

Devant le jury :

Président	Reguig Bendoukha	Pr	Université de Mascara
Examineur	Sassi Mohamed	Pr	Université d'Oran 1
Examineur	Merad Laarej	Pr	Université de Tlemcen
Examineur	Merouane Habib	MCA	Université de Mascara
Encadreur	Bouhekara Mohamed	Pr	Université de Mascara
CoEncadreur	Hammadi Laarbi	Pr	Université d'Oran

Année Universitaire : 2022-2023

Remerciement

Je commence par remercier DIEU d'avoir eu la bonté de m'entourer de personnes formidables qui ont chacune à leur façon, et ce à différentes étapes de mon cheminement, contribué d'une manière ou d'une autre à la réalisation de cette thèse de doctorat.

Je tiens d'abord à exprimer ma profonde gratitude à mon directeur de thèse, Monsieur Bouchekara Mohamed, professeur à l'université Mustapha Stambouli de mascara, pour m'avoir accordé la grande disponibilité, le soutien et la confiance. Un grand merci à mon Co-encadreur Monsieur Hammadi Larbi professeur à l'université des sciences et de technologie d'Oran pour son aide et sa patience, j'aimerais chaleureusement le remercier d'avoir accepté de m'accompagner dans des circonstances particulières, afin que je puisse enfin relever ce défi stimulant.

Je souhaite à remercier respectueusement Monsieur Reguig Bendoukha, professeur à l'université Mustapha Stambouli de mascara, qui m'a fait l'honneur de présider le jury de thèse. Je tiens à exprimer mes sincères remerciements aux rapporteurs, monsieur Sassi Mohamed professeur à l'université Ahmed Ben Bella Oran-1, Monsieur Mourad Laredj professeur à l'université aboubaker belkayed Tlemcen et Monsieur Merouane Habib maitres de conférences A à l'université de Mustapha Stambouli de mascara.

Je voudrais également remercier tout l'effectif de laboratoire pour m'avoir accueilli aux seins de leur équipe, ils m'ont constamment éclairé de leurs connaissances, j'ai apprécié pendant ma thèse leurs grandes qualités scientifiques, humaines et culturelles.

Mes derniers remerciements s'adressent à toute ma famille et à tous ceux qui me sont chers.

Résumé

Abstract

Clay-polymer - electrolyte systems are commonly used as basic constituents of water-based drilling fluids to meet the many requirements that such a fluid must meet for the smooth running of operations. In this thesis we presented results on the rheological behavior of bentonite-polymer-electrolytes. We have clearly shown that increasing the dose CaCl_2 and BaCl_2 in the bentonite-Poly-Salt mixture causes an increase in the yield stress, the consistency index and a decrease in the flow index of the mixture up to a critical dose of 0.4g of CaCl_2 and BaCl_2 . From this dose, the yield stress, the consistency index decreases and the flow index increases. The rheological study also shows that the presence of KCl in the bentonite – Poly-Salt mixture causes an increase in viscoelasticity and a decrease in the fluidity, Newtonian viscosity and delayed viscosity of mixture.

Keywords: *Clay ; polymer; electrolyte; drilling mud; rheology.*

Résumé

Les systèmes argile-polymère - électrolyte sont couramment utilisés comme constituants de base des fluides de forage à base d'eau pour répondre aux nombreuses exigences auxquelles un tel fluide doit répondre pour le bon déroulement des opérations. Dans cette thèse, nous avons présenté des résultats sur le comportement rhéologique de bentonite-polymère-électrolytes. Nous avons clairement montré que l'augmentation de la dose CaCl_2 et BaCl_2 dans le mélange bentonite-Poly-Salt provoque une augmentation de la contrainte de rendement, de l'indice de consistance et une diminution de l'indice d'écoulement du mélange jusqu'à une dose critique de 0,4g de CaCl_2 et BaCl_2 . A partir de cette dose, la limite élastique, l'indice de consistance diminue et l'indice d'écoulement augmente. L'étude rhéologique montre également que la présence de KCl dans le mélange bentonite – Poly-Salt provoque une augmentation de la viscoélasticité et une diminution de la fluidité, de la viscosité newtonienne et de la viscosité retardée du mélange.

Mots-clés : *Argile ; polymère; électrolyte; boue de forage; rhéologie*

Sommaire

CHAPITRE I

I.1. Généralité sur les forages et les fluides de forage.....	4
I.2. Historique sur les Forages.....	5
I.3. Les principes du forage.....	5
I.4. Les différents types de forage.....	10
I.5. Description d'une unité de forage.....	15
I.6. Les paramètres de forage.....	18
I.6.1. Les paramètres hydrauliques du forage.....	18
I.6.2. Les principaux paramètres mécaniques.....	19
I.7. La structure de Forage.....	19
I.8. Fluides de forage.....	22
I.8.1. Historique sur les fluides de forages.....	22
I.8.2. Fonctions des boues de forage	24
I.8.2.1. Lubrification / Refroidissement.....	24
I.8.2.2. Remontée des déblais de forage	24
I.8.2.3. Rôle d'équilibrage des pressions sur les parois du forage	26
I.8.2.4. Soutien du terrain de tiges et du matériel à descendre dans le puits	26
I.8.2.5. Transmission de l'énergie hydraulique de la surface vers les outils profonds...	27
I.8.2.6. Transmission au foreur en surface d'informations.....	27
I.8.2.7. Contrôle de la corrosion (à niveau acceptable).....	28
I.9. La composition des différents types.....	28
I.9.1. Les fluides à base d'huile.....	29
I.9.2. Les fluides à base d'eau.....	29
I.10. L'eau de fabrication.....	32
I.11. Les argiles.....	33
I.11.1. Généralité	33
I.11.2. La bentonite	33
I.11.2. Les matériaux argileux.....	34
I.11.3. La classification des argiles.....	35

Sommaire

I.12.L'utilisation de boue dans le programme de forage.....	37
---	----

CHAPITRE II

II.1. Généralité sur la rhéologie.....	44
II.2. Les grandeurs étudiées en rhéologie.....	44
II.2.1. La Contrainte de cisaillement.....	45
II.2.2. La déformation de cisaillement.....	46
II.2.3. Le gradient de vitesse.....	46
II.2.4. L'Equation d'état.....	47
II.3. Les différents comportements rhéologiques.....	48
II.3.1. Le comportement Newtonien.....	48
II.3.2. Le comportement non Newtonien.....	48
II.3.2.1. Les Comportements rhéofluidifiants et rhéoépaississants.....	49
II.3.2.2. Le seuil d'écoulement.....	50
II.3.2.3. Les modèles rhéologiques.....	50
II.4. Les modèles les plus couramment utilisés.....	51
II.4.1. Les modèles sans contrainte seuil.....	51
II.4.2. Les modèles avec contrainte seuil.....	51
II.5.La Viscoélasticité.....	55
II.5.1. Cisaillement oscillatoire.....	55
II.5.2. Le Fluage.....	57
II.6. Les solutions de polymères.....	59
II.6.1. Historique.....	59

Sommaire

II.6.2. Quelques définitions.....	61
II.6.3.Représentation des polymères.....	62
II.6.4. Classification des polymères organiques.....	65
II.6.4.1 Selon leur origine.....	65
II.6.4.2 Selon leur domaine d'application.....	65
II.6.4.3 Selon leur structure (dimensionnalité).....	66
II.6.5. Désignation des polymères.....	68
II.6.5.1 Nomenclature officielle.....	68
II.6.5.2 Désignation selon le type de polymérisation.....	69
II.6.5.3 Désignation par sigles.....	70
II.6.6. Cohésion des polymères.....	71
II.6.6.1. Interactions moléculaires (rappels).....	71
II.6.6.1.1 Interactions de van der Waals.....	71
II.6.6.1.2 Liaisons hydrogène.....	73
II.6.6.1.3 Liaisons ioniques.....	74
II.6.6.2. Energie de cohésion des polymères.....	74
II.7. Les comportement de polymères.....	75
II.8. Le système bentonite-eau.....	76
II.8.1. Mécanismes de l'endommagement de formations.....	77
II.8.2. L'influence des électrolytes et du cisaillement.....	78
II.9.Techniques de mesures rhéologiques.....	79
II.9.1.Problème d'évaporation.....	81
II.9.2.Glisement aux parois.....	81
II.9.3.Inertie de l'outil rotatif.....	81
II.10.Conclusion.....	82
CHAPITRE III	
III.1.Matériels et méthodes.....	84
III.1.1.Préparation des échantillons.....	84
III.1.2.Effet du pH sur le comportement rhéologique de bentonite.....	84
III.2.Résultats et discussion.....	86

Sommaire

III.2.1.Effet de la concentration massique sur l'écoulement de la bentonite.....	86
III.2.1.1.Influence de la concentration sur les paramètres rhéologique de bentonite....	86
III.2.1.1.1.Sur seuil d'écoulement.....	86
III.2.1.1.2.Sur le l'indice de constance et d'écoulement.....	87
III.2.1.1.3 Essais dynamique.....	88
III.3. Effet de la température sur les caractéristiques rhéologiques de la bentonite.....	90
III.4. Effet du pH sur les caractéristiques rhéologiques de la bentonite.....	92
III.5.Courbe d'hystérésis.....	94
III.6.Conclusion.....	97

CHAPITRE IV

IV.1 Matériels et méthodes.....	100
IV.1.1 Préparation des échantillons.....	100
IV.2 Résultats et discussion.....	100
IV.2.1 Caractérisation rhéologique du polymère Poly-Salt.....	100
IV.2.1.1 Courbe d'hystérésis.....	100
IV.2.1.2 Courbe d'écoulement.....	103
IV.2.1.2.1 Effet de la concentration sur la viscoélasticité de Poly-Salt.....	105
IV.2.2 Effet des électrolytes sur le comportement rhéologique de PolySalt.....	107
IV.2.2.1 Effet des électrolytes sur l'écoulement de Poly-Salt.....	107
IV.2.2.3 Effet des électrolytes sur le comportement rhéologique des mélanges Poly-bentonite.....	112
IV.2.2.3.1 Effet CaCl ₂	112
IV.2.3.3 Effet de BaCl ₂	114
IV.2.3.4 Effet de KCl sur la viscoélasticité du mélange bentonite-Poly-Salt.....	116
IV.2.3.5 Effet de CaCl ₂ sur la viscoélasticité du mélange bentonite-PolySalt.....	117
IV.4 Conclusion.....	118
Conclusion générale.....	121
Référence.....	123

La liste des figures

CHAPITRE I

Figure I.1 : Principe du forage rotatif.....	06
Figure I.2 : Outils de forage.....	07
Figure I.3 : Schéma de principe du circuit boue.....	08
Figure I.4 : Les différents profils de forages horizontaux (Y.Kichou, 1996) [6].....	12
Figure I.5 : Le Forage avec circulation inverse [6].....	14
Figure I.6 : Foreuse sonique [7].....	15
Figure I.7 : Description schématique d'un appareil de forage à terre.....	18
Figure I.8. : Structure d'un Forage [3].....	20
Figure I.9 : Garniture de Forage dans un Forage Incliné [3].....	21
Figure I.10 : Tige de Forage [3].....	21
Figure I.11: Stabilisateurs (gauche: lames spirales, droite: lames droites) [3].....	22
Figure I.12 : Le cycle d'une boue de forage [6].....	24
Figure I.13 : Représentation schématique d'un feuillet de phyllosilicate [16].....	35

CHAPITRE II

Figure II.1 : Les forces agissant sur deux éléments de couches voisines [26].....	45
Figure II.1 : Mouvement laminaire de cisaillement entre deux plans parallèles [19].....	46
Figure II.3 : Variation de la contrainte de cisaillement et de la viscosité apparente en fonction de la vitesse de cisaillement pour un fluide rhéofluidifiant [29].....	49
Figure II.4 : Variation de la contrainte de cisaillement et de la viscosité apparente en fonction de la vitesse de cisaillement pour un fluide rhéoépaississant [29].....	50
Figure II.5: Courbe d'écoulement d'un fluide à seuil.....	52
Figure II.6 : Lois de comportement rhéologique usuelles [29].....	53
Figure II.7: Détermination du seuil d'écoulement par les mesures en oscillations.....	54
Figure II.8: Modèle de Maxwell [12].....	56
Figure II.9 : Représente G' et G'' en fonction de ω [12].....	56
Figure II.10: Modèle de solide viscoélastique de Kelvin-Voigt [12].....	57
Figure II.11: Comportement en fluage et recouvrance des matériaux [12].....	58

La liste des figures

Figure. II.12 : Représentation de la chaîne d'un polymère linéaire.....	66
Figure II.13 : Représentation schématique d'un polymère bidimensionnel, ici le carbone graphite.....	67
Figure II.14 : Représentation schématique d'un polymère tridimensionnel.....	67
Figure II.15 : Interaction de Keeson dans un polyester linéaire.....	72
Figure II.16 : Interaction de Debye dans un polyester insaturé.....	74
Figure II.17 : Liaisons hydrogènes dans le polycaprolactame (PA-6).....	74
Figure II.18 : Liaisons ioniques dans un copolymère méthacrylique portant des groupements carboxylate de Zinc.....	74
Figure II.19: Représentation schématique de l'état gel [17].....	77
Figure II.20: Géométrie de mesure [12].....	80
CHAPITRE III	
Figure III.1 : Rhéomètre à couple de rotation imposé Discovery HR2.....	85
Figure III.2 : Géométrie cône-plane.....	85
Figure III.3: Courbe d'écoulement de la bentonite de Maghnia pour différents concentrations massique.....	86
Figure III.4: Evolution du seuil d'écoulement en fonction de la concentration massique en bentonite.....	87
Figure III.5: Evolution de l'indice de consistance et d'écoulement en fonction de la concentration massique.....	88
Figure III.6: Module élastique et visqueux en fonction de la contrainte et fréquence 1 Hz (concentration 4, 6, 8, et 10% de bentonite).....	88
Figure III.7: Courbe d'écoulement de bentonite pour différentes températures.....	90
Figure III.8: Evolution du seuil d'écoulement de la bentonite en fonction de la température.....	91
Figure III.9: Evolution d'indice de consistance et de l'indice d'écoulement de bentonite ($C_m = 6\%$) en fonction de la température.....	91

La liste des figures

Figure III.10 : Courbes d'écoulement de suspension de bentonite (6%) pour différents pH (0.5-11.4) à 20°C.....	92
Figure III.11: Evolution du seuil d'écoulement et du paramètre m en fonction du pH de la bentonite.....	93
Figure III.12 : Evolution de la viscosité η_0 à cisaillement nul et la viscosité η_∞ à cisaillement infini η_∞ en fonction du pH de la bentonite.....	93
Figure III.13: Rhéogrammes obtenus suivant une montée – un palier – une descente de vitesse.....	95
Figure III.14: Surface de la thixotropie en fonction de la concentration de bentonite....	96
Figure III.15 : Boucles d'hystérésis des solutions de Ploy- Salt (1.5 , 2 , 2.5 , 4% , 6 , 8 et 10%).....	96
CHAPITRE IV	
Figure IV.1 : Boucle d'hystérésis des solutions de poly-salt (1.5 ,2,2.5,4%,6,8 ,10%)..	101
Figure IV.2 : Surface de thixotropie en fonction de la concentration de Poly-Salt.....	102
Figure IV.3: Courbe d'écoulement de Poly-Salt pour différentes concentrations massique (1,5 ;2;2,5;4;6;8et 10%).....	103
Figure IV.4:Variation du seuil d'écoulement et de la viscosité plastique en fonction de la concentration massique en Poly-Salt.....	104
Figure IV.5: Essais de fluage à différentes de Poly-Salt.....	105
Figure IV.6 : Taux de recouvrance en fonction de la concentration en Poly-Salt.....	106
Figure IV.7 : Courbe d'écoulement de 2% Poly-Salt pour différentes quantité BaCl ₂ après 2h de préparation.....	107
Figure IV.8: Courbe d'écoulement de 2% Poly-Salt pour différentes quantité NaCl après 24 h de préparation.....	107
Figure IV.9 : Effet de BaCl ₂ sur le seuil d'écoulement et la viscosité plastique de Poly-Salt.....	108
Figure IV.10: Effet de Nacl sur le seuil d'écoulement et la viscosité plastique de Poly-Salt.....	108

La liste des figures

Figure IV.11 : Courbe d'écoulement de 2% Poly-Salt pour différentes quantité KCl après 2 h de préparation.....	109
Figure IV.12 : effet de KCl sur seuil d'écoulement de Polysalt	110
Figure IV.13:Effet de KCl sur l'indice d'écoulement et de consistance de PolySalt.....	110
Figure IV.14 : courbe d'écoulement des mélanges bentonite-Poly-Salt-CaCl ₂	111
Figure IV.15 : variation du seuil d'écoulement du mélange bentonite-polysalt en fonction de la dose de CaCl ₂	112
Figure IV.16 : Variation de l'indice de consistance et d'écoulement du mélange bentonite-Poly-Salt en fonction de la dose de CaCl ₂	112
Figure IV.17: Courbe d'écoulement des mélanges bentonite-Poly-Salt- BaCl ₂	113
Figure IV.18 : Variation du seuil d'écoulement du mélange bentonite-Poly-Salt en fonction de la dose de BaCl ₂	114
Figure IV.19 : Variation de l'indice de consistance et d'écoulement du mélange bentonite-Poly-Salt en fonction de la dose de Bacl ₂	114
Figure IV.20: Courbe Fluage-Recouvrance du mélange bentonite-Poly-Salt pour différentes dose de KCl (contrainte appliquée est de 0.5 Pa).....	115
Figure IV.21: Taux de recouvrance du mélange bentonite-Poly-Salt en fonction de la dose de KCl	116
Figure IV.22 : Courbe Fluage-Recouvrance du mélange bentonite-Poly-Salt pour différentes dose de CaCl ₂ (contrainte appliquée est 0.5 Pa).....	117

La liste des tableaux

CHAPITRE I

Tableau I.1: Quelques formulations utilisées dans les boues à base d'eau [13].....	30
Tableau I.2 : Paramètre de phase 26 [11].....	37
Tableau I.3 : Paramètre phase 16 [11].....	38
Tableau I.4 : Paramètre phase $12\frac{1}{4}$ [11].....	39
Tableau I.5 : Paramètre phase $12\frac{1}{4}$ [11].....	39
Tableau I.6 : Paramètre phase $8\frac{3}{8}$ [11].....	40
Tableau I.7 : Paramètre phase 6[11].....	40

CHAPITRE II

Tableau II.1 : Quelques ordres de grandeur des valeurs de viscosité de différents matériaux à température ambiante.....	47
Tableau II.2 : Les principales lois rhéologiques d'écoulement utilisé pour décrire le comportement de tels fluides à contrainte de seuil.....	53

CHAPITRE III

Tableau III.1: Compositions chimique de la bentonite utilisée.....	84
Tableau III.2: Valeurs du seuil calculé en écoulement et par les essais dynamique.....	89
Tableau III.3: Evolution de l'énergie cohésion et de la déformation critique en fonction de la concentration massique en bentonite.....	90

Introduction Générale

Le pétrole et le gaz jouent un rôle fondamental dans l'économie nationale, ils constituent la source la plus importante d'énergie qui a une valeur inestimable. L'Algérie contient de grandes richesses en matière des combustibles fossiles tels que le pétrole et le gaz naturel. Mais la production est en baisse à partir de l'année 2007. Aujourd'hui, face à l'épuisement des ressources d'hydrocarbures, l'extraction du pétrole devient de plus en plus difficile et nécessite de nouvelles avancées technologiques pour forer et exploiter des puits de plus en plus profonds, longs, de trajectoires complexes et le plus souvent dans des milieux corrosifs. Le développement des techniques de forage permet aujourd'hui de réaliser ces puits extrêmes.

Dans une boue de forage à base d'eau, la bentonite n'est pas le seul élément viscosifiant. Des polymères sont souvent ajoutés au fluide de forage pour lui conférer les propriétés adéquates lui permettant de remplir de nombreuses fonctions et donc, de permettre un bon déroulement des opérations de forage. En effet, l'addition de polymères aux fluides de forage provoque une modification importante des propriétés rhéologiques. En général, les lois de comportement de ces matériaux s'avèrent complexes en raison, notamment, de leur caractère thixotrope, rhéofluidifiant à seuil et de leur rigidité qui leur confère un comportement viscoélastique.

L'objectif principal de ce travail est la détermination de comportement rhéologique de boue de forage à base d'eau, Il s'agit aussi de contribuer à comprendre d'une part les propriétés physique-chimique de la bentonite de MAGHNIA et de polymère (polysalte)

Nous présentons ce travail en deux grandes parties:

1. Une synthèse bibliographique, organisée autour de deux chapitres intitulés comme suite :

- ✓ Etude bibliographique sur les forages et les fluides de forage
- ✓ Rhéologie des argiles et des polymères

2. Une étude expérimentale, articulée autour de deux chapitres :

- ✓ Le premier chapitre est consacré à la caractérisation rhéologique de suspension de bentonite, ou on va étudier l'effet de la concentration massique, la température et le pH sur les propriétés rhéologiques en état stationnaire d'une bentonite à base d'eau.
- ✓ Le deuxième chapitre est dédié à l'étude rhéologique de poly-salt, mélange poly-salt-électrolytes et mélange bentonite-polysalt-électrolytes à différentes concentrations massique des électrolytes ou on va démontrer l'effet de la concentration sur les

Introduction Générale

propriétés rhéologiques en polysalt et la concentration massique des électrolytes sur le comportement rhéologique des mélanges polysalt, polysalt-bentonite.

CHAPITRE I

*Etude bibliographique sur les
forages et fluides de forages*

Introduction

Lors des forages pétroliers, la traversée des formations argileuses pose des problèmes dont la résolution est étroitement liée à la compréhension des interactions argile -fluide de forage. La nature des terrains traversés, la température et l'humidité sont des paramètres influents sur les fluides de forage lors de forage d'un puits. Vu les imperfections des fluides à base d'eau (WBMs) face aux problèmes des argiles, les systèmes de fluides émulsionnés à base d'huile (OBMs) ont apporté des améliorations significatives. Cependant, la pollution qu'ils engendrent rend indispensable un traitement des boues usagées.

I.1.Généralité sur les forages et les fluides de forage

Un des principaux rôles des boues de forage est de remonter les déblais du fond du puits à la surface. La consistance de la boue doit donc être suffisante pour empêcher une sédimentation de ces déblais dans le courant ascensionnel. Mais cette consistance ne doit pas dépasser certaines limites qui deviendraient incompatibles avec la puissance des installations de pompage et empêcheraient la séparation des déblais, après chaque cycle, dans les séparateurs de surface.

Egalement, lors des arrêts de circulation pour manœuvres, les déblais et particules solides dispersés doivent rester parfaitement en suspension. Ceci implique aussi certaines propriétés rhéologiques qui, toutefois, ne doivent pas entraver la remise en circulation ni gêner les manœuvres ou avoir d'influences néfastes au cours de celles-ci notamment des surpressions lors de la descente des tiges ou dépressions lors de la remontée.

L'ajustement et le contrôle des caractéristiques rhéologiques vont donc jouer un rôle primordial dans la technique des boues de forage. Toute modification importante de ces caractéristiques, signe d'une évolution du fluide, sera médiatement combattue. Les propriétés souhaitées seront obtenues, en début d'utilisation, grâce à un choix convenable de la composition, compte tenu d'un certain nombre de facteurs imposés tels que: l'origine du fluide de base : eau douce ou eau de mer, nature des terrains traversés, température et pression atteintes dans le puits. En cours de forage, les traitements consisteront à modifier plus ou moins la composition de départ par addition de produits choisis selon l'origine de l'évolution.

I.2. Historique sur les Forages

Un forage est un ensemble de techniques qui permettent de creuser un puits dans le sous-sol, jusqu'à des profondeurs pouvant aller jusqu'à 5 kilomètres. Il nécessite un site de surface ou une plateforme permettant d'installer l'appareil de forage avec ses outils et ses équipements. Ceux-ci permettront de creuser profondément dans le sous-sol, de traverser plusieurs couches géologiques comme des sables, des calcaires ou des argiles, pour atteindre la zone pétrolière ciblée. Cela fonctionne en quelques sortes comme une perceuse géante.

Il est destiné généralement à exploiter plusieurs ressources naturelles du sous-sol constitué par différents fluides (eau, pétrole et gaz naturel) piégés dans les roches poreuses de la série lithologique d'un bassin sédimentaire. Dans certains cas les forages peuvent servir, pour surveiller (piézomètres) ou recharger le réservoir en fluide par l'injection ; on parle de puits injecteurs. Dans d'autres cas plus rares le forage sert à exploiter l'énergie géothermique d'une région. [1]

Le premier forage pétrolier a été effectué le 27 Août 1859 par l'Américain E.L. Drake à Titusville (Pennsylvanie). La technique classique du forage, inventée par Lucas (Nguyen, 1993) au début du 20^{ème} siècle pour les opérations de forage au Texas, a connu une grande évolution afin de résoudre les nombreux problèmes rencontrés lors du forage. Des apports considérables ont été apportés lors des forages spéciaux (forages hautes pressions et hautes températures, forages horizontaux et multi drains, forage à la mousse et à l'air, etc.). Le développement du forage optimisé a évolué depuis la fin des années 1930.

Ainsi, de 1930 à 1947, les recherches ont été concentrées sur la composition et les propriétés des fluides de forage. Une moindre attention a été apportée à la vitesse d'avancement. L'objectif était de forer le puits, de procéder à sa complétion (processus qui consiste à amener un puits en phase productive après qu'il a été foré) et de le mettre en production. [2]

I.3. Les principes du forage

Si les premiers puits pétroliers étaient réalisés par battage (Technique consistant à laisser tomber une tige lourde dans le puits, suspendue au bout d'un balancier, afin d'éclater la roche en débris. Le trou était ensuite rempli d'eau et la boue résultant du mélange de l'eau et des débris de roche était vidée à l'aide d'un outil cylindrique munie d'un clapet, ouvert à la descente et fermé lors de la remontée au treuil [3], le principe de forage universellement

utilisé aujourd'hui est celui du forage rotatif (*rotary drilling*). Apparu au début du 20ème siècle, le forage *rotary* consiste à entraîner un outil en rotation de manière à broyer ou à découper les terrains situés au devant de lui, tout en injectant en continu un fluide de forage (boue) de façon à évacuer les déblais de roche hors du trou (Figure I.1).

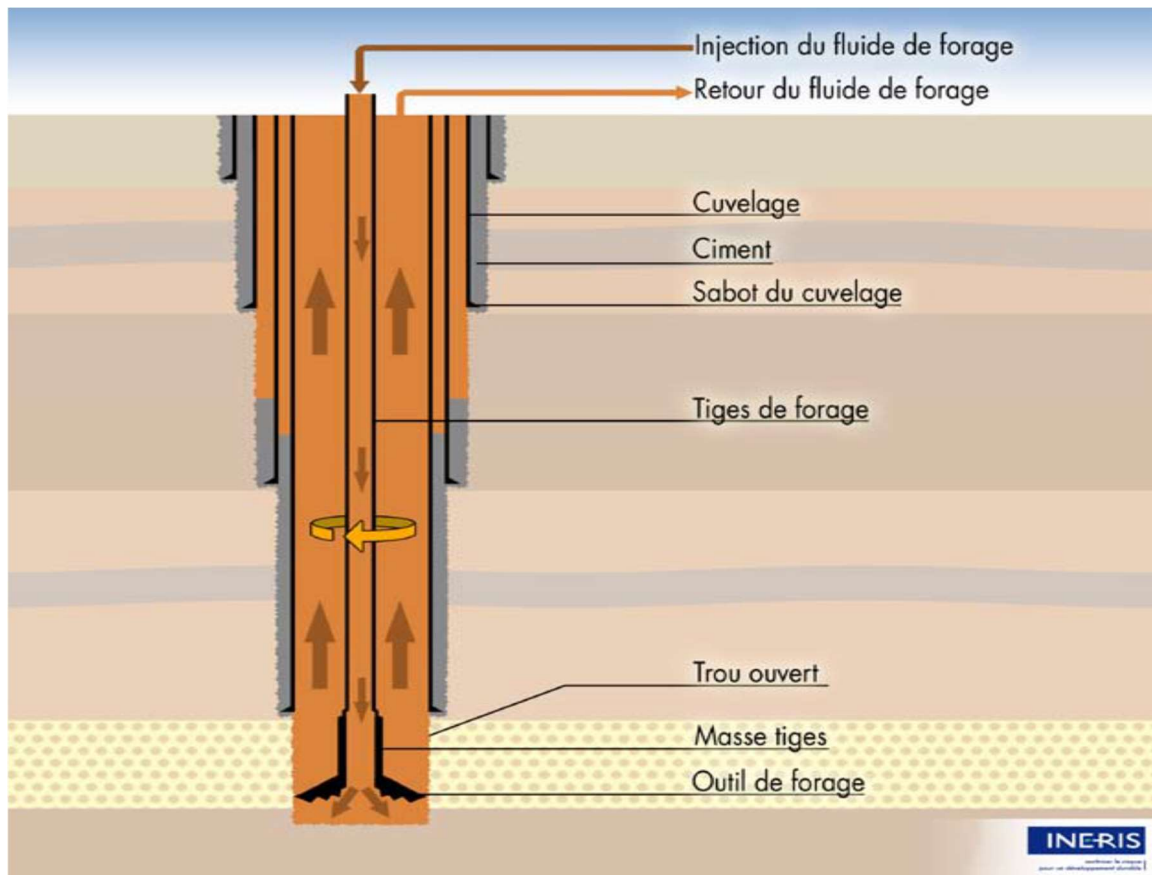


Figure I.1 : Principe du forage rotatif

L'outil de forage ou trépan (drill bit), est relié à la surface par un ensemble d'éléments tubulaires vissés les uns aux autres appelé garniture de forages (drillstem). Le fluide de forage est pompé en surface à l'intérieur de la garniture, circule jusqu'à l'outil puis remonte à l'extérieur des tiges, par l'annulaire, en évacuant ainsi les déblais de roche (cuttings) vers la surface. Selon la nature des terrains, différents types d'outils peuvent être utilisés (Figure.2) :

- des trépan à molettes ou tricônes : ce type d'outil est généralement utilisé dans des roches tendres ou de dureté moyenne de type calcaire ou craie ;
- des trépan monoblocs diamantés de type PDC (*Poly cristalline Diamond Compact*), utilisés dans des roches plus dures.



Figure I.2 : Outils de forage

La vitesse d'avancement est très variable selon la dureté de la roche. Elle peut aller de 30 mètres/heure à quelques dizaines de centimètres par heure.

Lorsque la boue remonte en surface, celle-ci est débarrassée de ses déblais par des équipements en série (tamis vibrants, dessaleurs, centrifugeuse) visant à éliminer les particules solides de plus en plus fines. La boue est ensuite circulée dans des bacs (*mud tanks*) puis réinjectée dans la garniture par l'intermédiaire de pompes haute pression (Figure 3).

Les déblais sont quant à eux récupérés dans des borbiers et analysés en continu par le géologue, constituant des éléments essentiels du suivi technique de l'avancement du forage. Selon le contexte environnemental, la nature des fluides contenus dans les déblais et la réglementation, les déblais non conservés sont rejetés ou éliminés dans les filières adaptées.

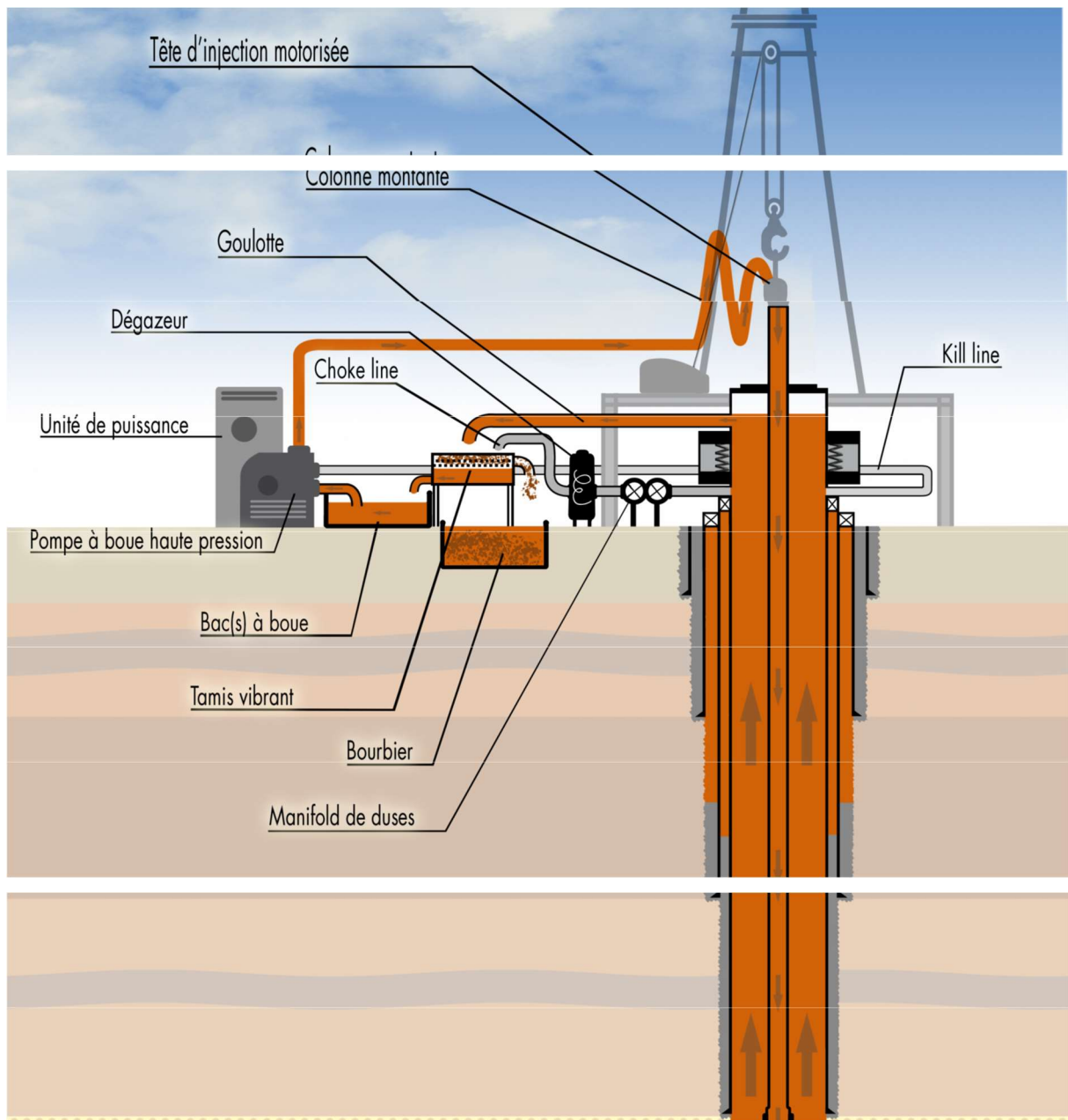


Figure I.3 : Schéma de principe du circuit boue

L'entraînement en rotation de l'outil de forage peut être opéré de trois manières :

- Par une table de rotation (*rotary table*), située sur le plancher de forage, à l'intérieur de laquelle la garniture de forage est entraînée au moyen d'une tige d'entraînement ou tige carrée
- Par une tête d'injection motorisée (*top drive*), c'est-à-dire un moteur rotatif, suspendu au crochet de l'appareil de forage, qui vient se visser au sommet de la garniture

• Par un moteur de fond (*mud motor*), entraînant en rotation le trépan. L'énergie motrice est fournie par la circulation du fluide de forage qui entraîne le moteur de fond. C'est le principe utilisé dans le cas des forages directionnels.

En cours de forage, des données sont acquises par un ensemble de capteurs situés sur la plateforme. Ces données sont transmises notamment vers la cabine du chef de poste, qui peut ainsi contrôler le bon déroulement des opérations et en cas de problème, prendre les mesures correctives nécessaires. Les données recueillies sont notamment :

- Le poids sur l'outil (*Weight On Bit, WOB*) (que le foreur s'efforce de maintenir constante en laissant descendre la garniture de forage à la même vitesse que l'avancement de l'outil) ;
- La vitesse de rotation (*Rotation Per Minute, RPM*) en général fixe ;
- Le couple de rotation ;
- La vitesse d'avancement (*rate of pénétration, ROP*) : ce paramètre renseigne sur la nature des formations traversées et constitue aussi un indicateur de vitesse ;
- Le débit d'injection de boue (en général fixe) : ce paramètre est calculé à partir du nombre de coups de pompes par minute. Connaissant le volume de boue injecté à chaque coup de pompe, on en déduit le débit ;
- La pression de refoulement aux pompes ;
- La densité de la boue (entrée/sortie) ;
- La teneur en gaz de la boue (à la sortie du puits) ;
- Le niveau (et donc le volume) de boue dans les bacs : c'est un indicateur important pour détecter une éventuelle venue.

Notons que le foreur dispose également, dans certains cas, d'un ensemble d'informations provenant d'instruments de mesure placés au fond, à l'arrière de l'outil de forage. Il s'agit :

- D'une part, d'informations sur les conditions de fond (température, azimut, inclinaison de l'outil, etc.). Ces informations sont qualifiées de mesures en cours de forage (*measurements while drilling, MWD*) ;
- D'autre part, d'informations sur la nature des formations traversées. Ces informations sont qualifiées de diagraphies en cours de forage (*logging while drilling, LWD*).

Une partie de ces informations est transmise en surface en temps quasi-réel par l'envoi d'ondes de pression dans la colonne de boue (*mud pulses*). Les autres informations sont stockées dans des mémoires de fond et lues lors de la remontée de la garniture, en fin de phase.

Lorsque l'outil a foré l'équivalent d'une longueur de tige (30 ft, soit ~9 m), une nouvelle tige est vissée sur la garniture de forage et le forage reprend. La longueur de stockage des tiges (gerbage) dans le mât dépend de la hauteur du mât. Les plus gros appareils de forage permettent d'ajouter une longueur de 3 tiges (un *stand*) en même temps.

Lorsqu'une phase de forage est terminée, la garniture de forage est retirée du puits et le cuvelage (ou *liner*) destiné à revêtir la section découverte du puits est descendu, sous l'effet de son propre poids. Notons que chaque descente de colonne est une opération spéciale.

Une fois descendu, le cuvelage (ou *liner*) est cimenté et ancré dans sa tête de suspension. Lorsque l'étanchéité de la colonne cimentée a été vérifiée, le forage est repris à l'intérieur de cette colonne, avec un outil de diamètre plus petit, jusqu'à la profondeur prévisionnelle de la phase suivante. Une nouvelle colonne est alors descendue et cimentée, et ainsi de suite jusqu'à la profondeur finale. [4]

I.4. Les différents types de forage

Cette partie démontre les différents forages utilisés dans l'industrie pétrolière. Si le tracé habituel (vertical) se révèle plus facile, d'autres méthodes récentes permettent l'amélioration de la productivité mais exigent en contrepartie des compositions plus complexes des boues et l'introduction de nouveaux produits tels que des polymères hydrosolubles biodégradables nécessaires à la protection des couches traversées. En inclinant le puits, les pertes de charges au niveau de la singularité vont augmenter occasionnant ainsi des turbulences et un ralentissement de l'écoulement. Le premier forage d'exploration est très souvent vertical. Le forage dévié est « une dérivée » du forage incliné, ce terme (forage dévié) est habituellement employé pour décrire un puits ayant dévié accidentellement de sa trajectoire pendant le forage. Le forage dit horizontal est pratiqué quand on désire drainer la couche de roche imprégnée de pétrole sur une plus grande longueur qu'on ne le ferait avec un forage vertical pour en augmenter la productivité. [5]

a. Le forage vertical

Autrefois, il y'avait un seul type de forage avec un tracé vertical et une injection de la boue directe. Souvent après un échec ou un accident, le puits était abandonné occasionnant ainsi une perte de temps et de matériels importants. Bien que le principe de base obéisse toujours au forage vertical tel que l'injection de la boue, remontée des déblais etc...., certains paramètres techniques vont changer impliquant ainsi la révision du forage. Par exemple, lors de la rencontre d'un obstacle, il faut dévier le forage et si par la suite la boue sera

incompatible avec les formations traversées, il faudrait lui ajouter des produits capables de traverser ces nouvelles couches sans dommages (cas des schistes actifs).

Au-dessus de chaque plate-forme de forage se dresse à plus de 35 mètres la pyramide métallique du derrick. Il soutient le poids de la tige de forage qui creuse le sol à des milliers de mètres de profondeur.

Au bout de la tige se trouve l'outil de forage ou trépan; durant le forage une boue chimique est injectée par le centre de la tige; elle descend jusqu'au fond du puits où elle sort par les ouvertures du trépan et remonte le long des parois du puits.

A mesure que le trépan s'enfonce dans le sol, de nouvelles sections de tige longues d'environ 10 mètres sont ajoutées à la surface. Au sommet de la tige de forage, ronde et creuse, on fixe la tige carrée ou hexagonale d'entraînement qui la fait tourner; une table de rotation produit ce mouvement.

Le trépan s'use suivant la dureté des sols, tel qu'au bout de 30 heures en moyenne, il doit être remplacé. Différents trépans sont utilisés selon les sortes de roches:

- pour les roches meubles : trépan à pales
- pour les roches dures : trépan à molettes
- pour les roches très dures : trépan à pointe de diamant

La boue injectée dans la tige de forage jaillit du trépan, elle le refroidit, le lubrifie et ramène à la surface des parcelles de roches où l'on détecte la présence de pétrole. Le poids de la boue contribue aussi à éviter l'éruption du pétrole. En effet, si la roche réservoir est atteinte, le poids de la boue l'empêche de jaillir. L'éruption du pétrole en un geyser violent pourrait tuer le personnel foreur et détruire le derrick

Pour empêcher cette éruption, en protection supplémentaire, des vannes de sécurité sont placées au-dessus du puits. Elles comportent de robustes obturateurs qui ferment automatiquement le puits s'il y a un risque d'éruption par suite d'une pression trop forte du pétrole.

Le tubage d'acier glissé dans le puits est maintenu par du ciment; celui-ci est injecté par le milieu et refoulé depuis le fond entre le tubage et les parois; un contrôle par les ondes sonores vérifie s'il a bien durci. [6]

b. Le forage directionnel

Le forage dévié est utilisé dans les cas suivants :

- quand la zone de forage est inaccessible ou urbanisée
- pour contourner un obstacle tel qu'un dôme de sel
- après un accident de forage
- et surtout en mer afin d'économiser un déplacement de la plate-forme.

L'inclinaison du puits par rapport à la verticale arrive jusqu'à 80°. Si un angle 90° est atteint (l'horizontale absolue), le forage peut être orienté vers le haut. Dans ce cas, l'angle après 90° est continué en 95° ; plutôt que de le rapporter comme inclinaison par rapport à la verticale de 85°. De la même façon, le forage peut être orienté vers le bas ou vers le haut (Figure 4).

Certaines configurations géologiques exigent ces types de forage :

Forage vers le haut ----- profil incliné vers le haut : upward.

Forage vers le bas ----- profil incliné vers le bas : downward.

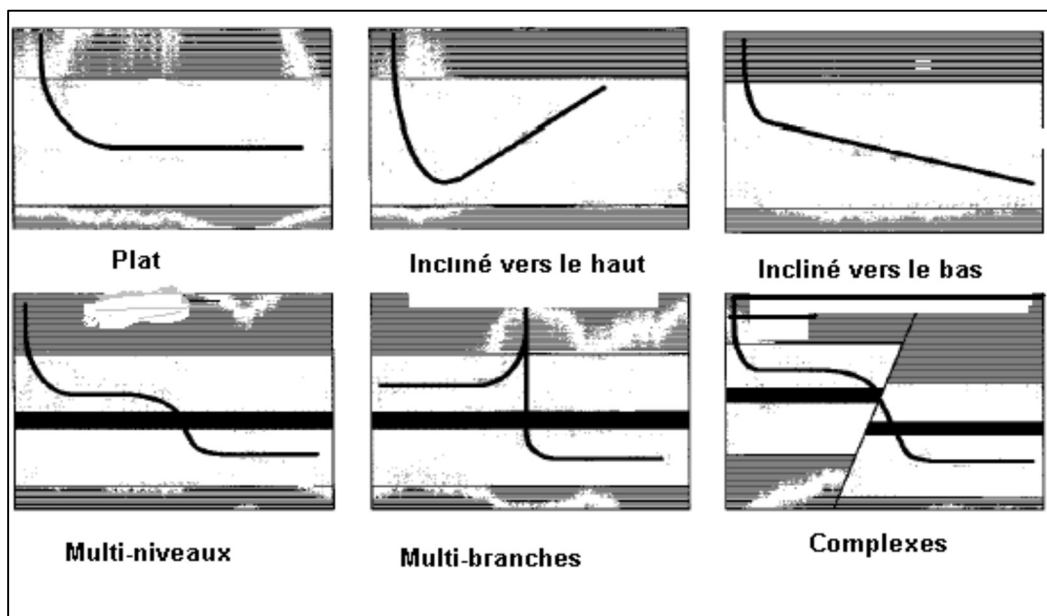


Figure I.4 : Les différents profils de forages horizontaux (Y.Kichou, 1996) [6]

En off-shore, l'utilisation des tracés horizontaux permet de forer plusieurs puits successivement sans déplacer la plate-forme. Quatre puits horizontaux peu profonds ont été forés en off-shore dans la plate-forme « C » dans le Dos Cadras en Californie, initialement ces réserves étaient considérées comme inaccessibles. [7]

Les forages horizontaux sont également exploités dans les zones où il faut tenir compte de la température et de la pression. Trois puits horizontaux à basse pression ont été forés dans le champ « The Midway Sunset, Kern County, California ». Les études de la simulation indiquent que les puits horizontaux dans les projets thermiques peuvent augmenter l'efficacité de la récupération du pétrole dû à un meilleur balayage de la région, ce qui engendre une accélération de la productivité, un raccourcissement dans la durée du projet, et une meilleure rentabilité du projet. [8]

c. Les forages à circulation inverse

Une autre technique utilisée est celle dite « à circulation inverse ». Les foreuses qui la mettent en œuvre sont dotées d'un broyeur et d'un ensemble de tubes creux dans lesquels est envoyé un fluide sous pression qui permet de faire remonter la roche broyée. Cette dernière est alors récupérée afin de reconstituer les carottes. [6]

d. Le forage sonique à angle oblique

Le forage sonique à angle oblique (SASD) est une méthode d'accès rapide à la surface pour l'installation d'un forage incliné. Cette méthode est basée sur la résonance, l'appareil est constitué par un oscillateur hydraulique puissant qui utilise l'inertie pour effectuer à haute fréquence, des mouvements harmonique et sinusoïdal de la tête foreuse.

Cette foreuse qui tourne en vibrant crée ainsi une action coupante physique dans toute la formation géologique. Les taux de la pénétration de l'outil dépendent de la géologie des formations et de la méthode du forage. [7]

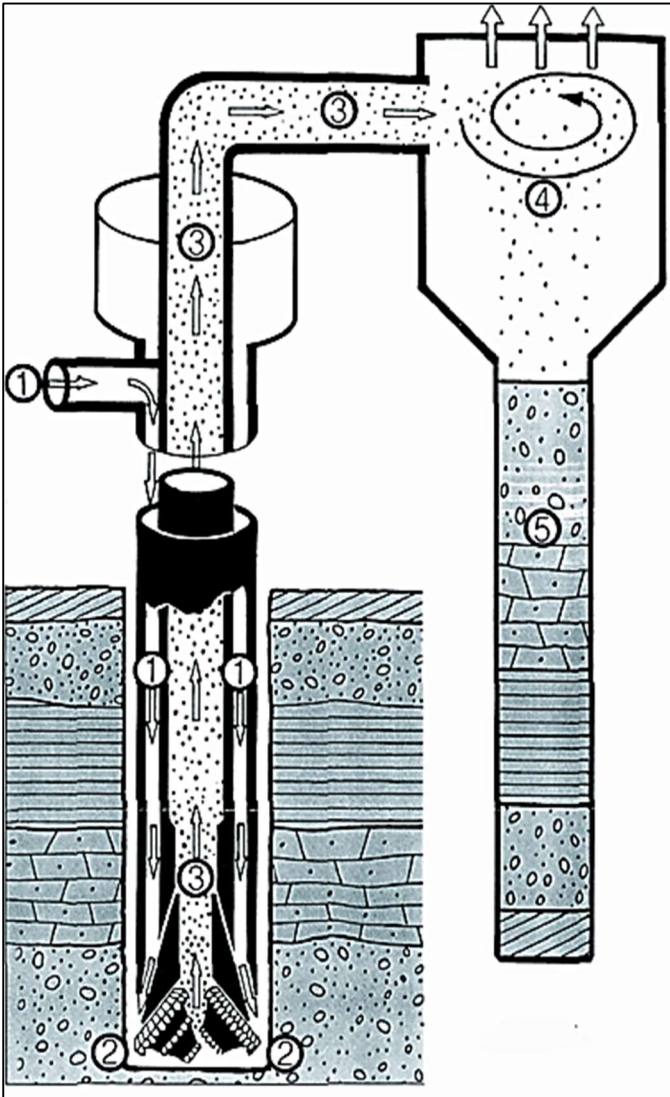


Figure I.5: Le Forage avec circulation inverse [6]

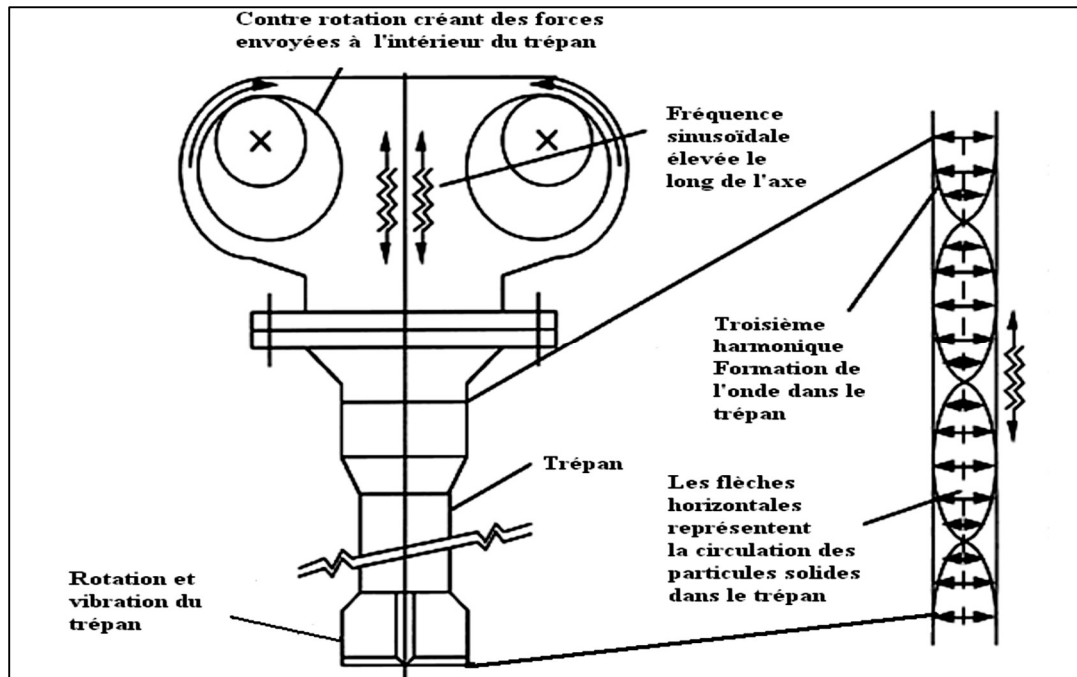


Figure I.6: Foreuse sonore [7]

I.5. Description d'une unité de forage

1. Eléments génériques

Une unité ou appareil de forage est un ensemble d'équipements permettant d'assurer les fonctions de levage, de rotation, de pompage, de traitement des fluides de forage, de sécurité et de puissance nécessaires au forage.

Il existe de nombreux types d'appareils et leur conception est différente à terre et en mer. Néanmoins, on retrouve dans tous les cas les éléments communs suivants :

• Les éléments constitutifs de la garniture de forage, principalement :

- * Le trépan (*drill bit*) ;
- * Le moteur de fond (*mud Motors*),
- * Les stabilisateurs (*stabilisers*) ;
- * Les instruments de mesures à l'avancement (*measurement while drilling, MWD*) et de diagraphies à l'avancement (*logging while drilling, LWD*) ;
- * Les masses-tiges (*drill collars*) ;
- * Les tiges de forage (La suite d'éléments situés sous les tiges de forage (du trépan aux masses-tiges) est appelée la BHA (*borehole assembly*) [9].

- *La tige carrée (*Kelly*), dans le cas d'un entraînement de la garniture par une table de rotation.
- Une structure métallique permettant de soutenir le poids de la garniture et de manœuvrer celle-ci :
 - *Une tour (*derrick*) ou un mât (*mast*) de forage est une structure qui doit être montée verticalement, ce qui nécessite des opérations longues et délicates, tandis que le mât est une structure articulée à sa base, ce qui lui permet d'être montée horizontalement puis relevée en position verticale. Le derrick est adapté aux unités flottantes tandis que le mât est mieux adapté aux forages à terre;
 - *un ensemble de poulies fixes (*crown block*) et un ensemble de poulies mobiles (*traveling block*) pour les moulines du câble ;
 - *un câble de forage (*rotary drilling line*);
 - *un crochet (*hook*) ;
 - *un treuil (*drawworks*).
- Un plancher de forage (*drill floor*) et un poste de commande (*dog house*) ;
- Un équipement pour l'entraînement en rotation. Il peut s'agir :
 - *d'une table de rotation (*rotary table*) ;
 - *d'une tête d'injection motorisée (*top drive*) ;
 - *d'un moteur de fond (voir plus haut).
- Des équipements de circulation, de traitement et de stockage de la boue et de récupération des déblais :
 - *des pompes à boue haute pression (*mud pumps*) ;
 - *des pompes centrifuge basse pression ;
 - *une colonne montante ;
 - *une tête d'injection (*swivel*) ;
 - *des tamis vibrants (*shakers*) ;
 - *des hydrocyclones (*desanders, desilters*)
 - *une centrifugeuse ;
 - *des bacs à boue (*mud tanks*) ;
 - *des bourbiers ou bacs de récupération des déblais.
- Une unité de puissance, constituée de moteurs diesels ou diesel-électrique. Elle apporte notamment l'énergie nécessaire au fonctionnement :
 - *du treuil ;
 - *du moteur d'entraînement rotatif (sauf dans le cas d'un moteur de fond) ;

* des pompes à boue.

*des équipements de sécurité :

*un bloc d'obturation du puits ou BOP (*Blowout preventer stack*) et ses conduites annexes (*choke line, kill line*), qui permettent d'obturer le puits et de contrôler une éventuelle venue d'effluents dans le puits ;

*un manifold de dusses (*choke manifold*) pour permettre de contrôler la pression en tête de l'annulaire, notamment lors de l'application d'une procédure de contrôle de venues ou dans le cas d'un forage en pression contrôlée ;

*un *diverter* (équipement de dérivation) ;

*des dégazeurs (*mud gas separator, poor boy degasser*);

*une torchère.

•Des ateliers et stockages divers :

*des zones de stockage pour les tubulaires (tiges de forage, cuvelages) ;

*des magasins de stockage de produits consommables divers ;

* des ateliers de mécanique et soudure.

2. A terre

A terre, au-delà des équipements décrits ci-dessus, un chantier de forage comprend également:

•Une réserve d'eau pour les besoins divers en eau : fluide de forage, nettoyage, lutte contre les incendies ;

•Des bassins de rétention des eaux (eau de nettoyage, eaux pluviales) ;

•Des cuves de carburants ;

•Des cabines de chantier pour le personnel et les sociétés de services ;

• Des voies d'accès et de circulation.

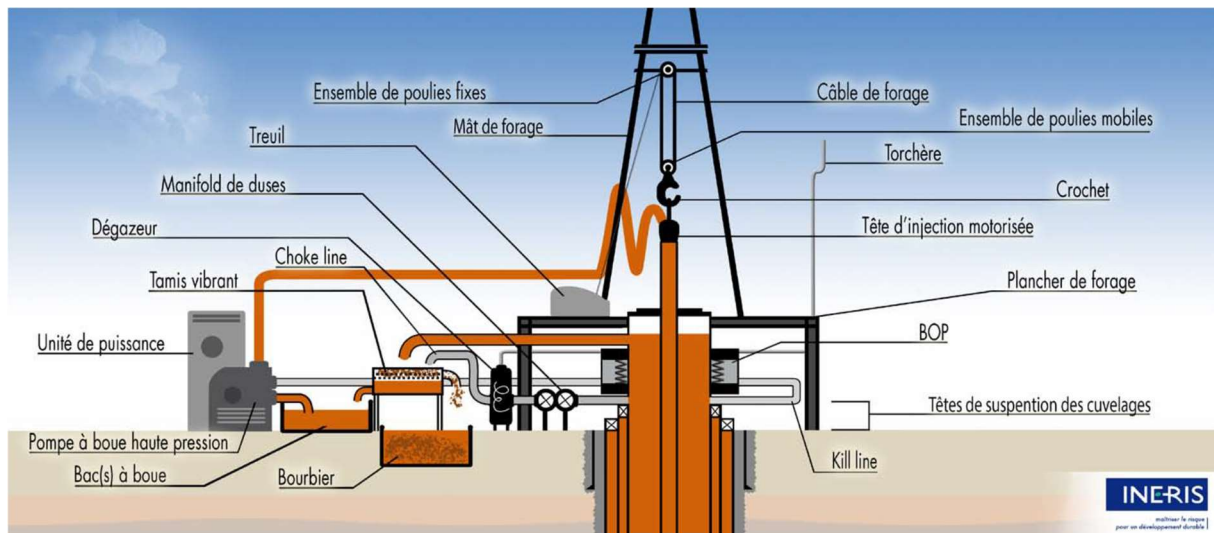


Figure I.7 : Description schématique d'un appareil de forage à terre

I.6. Les paramètres de forage

Ce sont les paramètres mécaniques et hydrauliques pouvant agir sur la vitesse de progression du forage, traduite dans le métier par le ROP (Rate of Pénétration) ainsi que sur le comportement directionnel du système de forage. L'optimisation du ROP est l'un des aspects les plus importants dans l'économie du forage car environ la moitié du coût total du puits est directement proportionnelle au temps de forage. Augmenter le ROP, donc augmenter l'efficacité du processus de forage, permet de réduire de manière significative le coût de réalisation du puits.

I.6.1. Les paramètres hydrauliques du forage :

- La nature du fluide de forage et sa densité :

La boue joue le rôle d'un lubrifiant, son choix influe directement sur le coefficient de frottement garniture-paroi du puits. La force de poussée d'Archimède que subit la garniture est directement proportionnelle à sa densité. De plus, du point de vue chimique, la boue de forage représente aussi un environnement agressif dans lequel la garniture se trouve durant l'opération de forage. En effet, les boues de forage, associées à la présence d'hydroxyde de soufre H_2S , tendent à réduire la résistance à la fatigue des trains de tiges par oxydation.

- Le débit et la pression d'injection :

Ces deux paramètres doivent permettre d'une part d'assurer un écoulement suffisant sur l'outil pour refroidir les éléments de coupe pendant le processus de fragmentation de la roche et d'autre part un régime de circulation de la boue permettant un nettoyage efficace du puits

afin d'éviter que les débris s'accumulent par gravité sur la partie basse du trou notamment dans le cas de forage dévié.

I.6.2. Les principaux paramètres mécaniques :

- **Poids à l'outil (Weight On Bit, WOB) :** Ce paramètre désigne la force appliquée par la garniture de forage sur l'outil suivant son axe de révolution pour qu'il puisse pénétrer la roche. Cette force dépend du poids déjaugé de la garniture, du poids au crochet (tension en surface), et des frottements entre la garniture de forage et les parois du puits, notamment pour les puits à trajectoires déviées.
- **Vitesse de rotation (Révolutions Per Minute, RPM) :** C'est la vitesse de rotation de l'outil autour de son axe de révolution. Cette vitesse est appliquée à la garniture en surface et son choix dépend de celui du WOB. A cause de la grande élasticité du système, la vitesse de rotation de l'outil au fond du puits peut être différente de la vitesse en surface.
- **Couple à l'outil (Torque On Bit, TOB) :** Ce paramètre correspond au couple de rotation effectif transmis par la garniture à l'outil suivant son axe de révolution. Compte tenu des frottements du train de tiges contre la paroi du puits, ce couple est nettement inférieur à celui mesuré en surface[6].

I.7. La structure de Forage

Le procédé essentiel de l'exploration et de l'exploitation des gisements pétrolifères reste le forage rotary qui permet d'atteindre de grandes profondeurs dans de bonnes conditions techniques et de sécurité. Le procédé essentiel de l'exploration et de l'exploitation des gisements pétrolifères reste le forage rotary qui permet d'atteindre de grandes profondeurs dans de bonnes conditions techniques et de sécurité. Les tiges permettent aussi d'acheminer sous pression du fluide de forage. Celle-ci refroidit l'outil et assure l'évacuation des débris de roche. Pour assurer la solidité à long terme du puits et le préserver contre les venues d'eau, des tubages sont descendus et cimentés à la paroi du puits. [3]

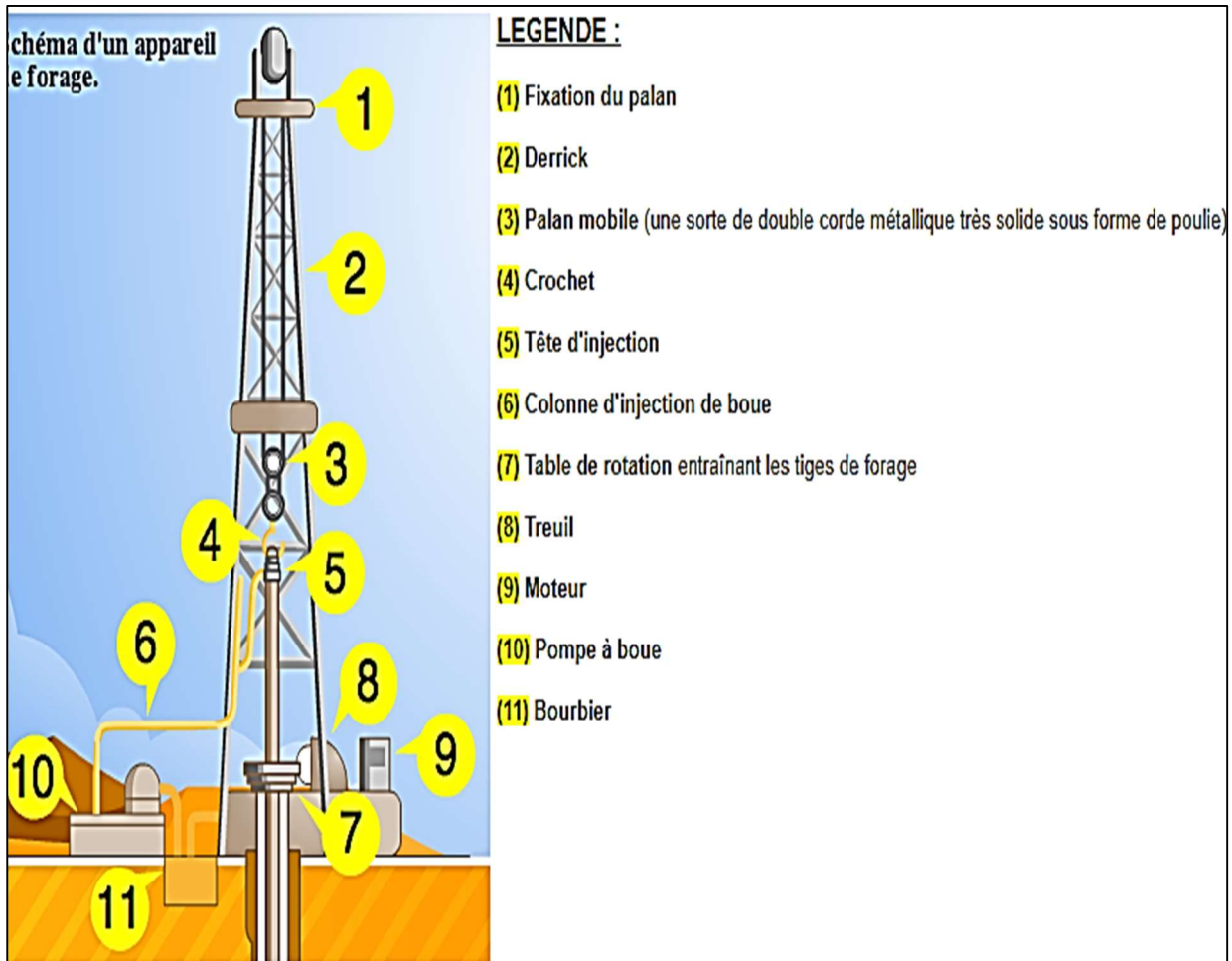


Figure I.8. : Structure d'un Forage [3]

La profondeur des forages est généralement comprise entre 2000 m et 4000 m. Dans certains cas extrêmes, la profondeur forée peut atteindre 10000 m. Le diamètre du trou foré est compris entre 10 et 50 cm. Sur toute sa longueur, la garniture de forage est constituée par des tiges d'acier de 9 m de long chacune raccordées entre-elles par des joints filetés. La partie inférieure de la garniture constitue la BHA dont les éléments sont :

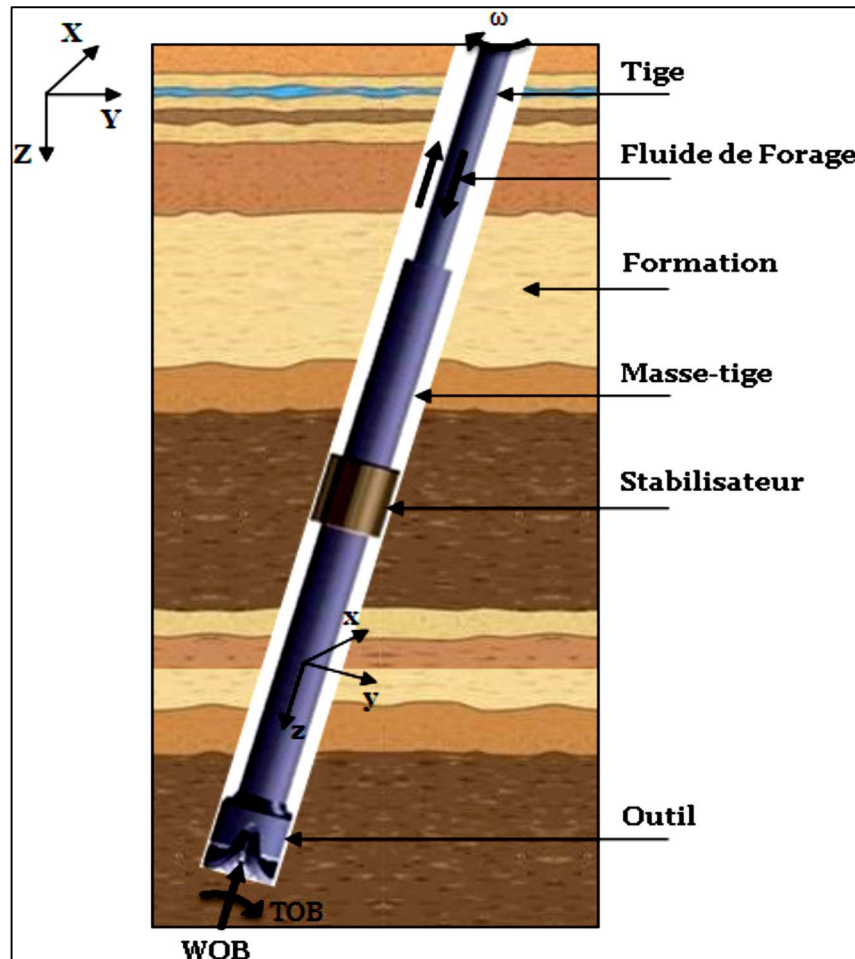


Figure I.9 : Garniture de Forage dans un Forage Incliné [3]

a. Masse-tiges

Ce sont des tiges lourdes et de plus grand diamètre qui assurent non seulement la transmission du poids sur l'outil mais aussi l'encaissement des chocs. [3]

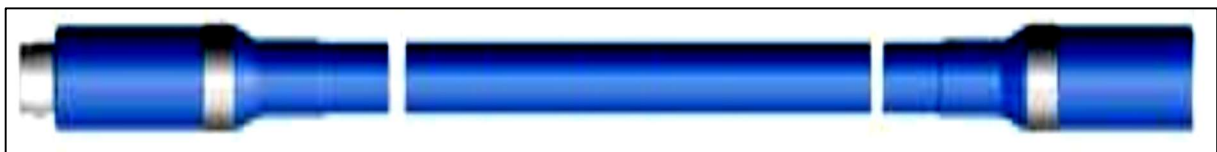


Figure I.10 : Tige de Forage [3]

b. Stabilisateurs

Ils servent à centrer la tige dans le trou et permettent également de contrôler le comportement directionnel de la garniture suivant leurs nombre et position. Les stabilisateurs continuent à jouer ce rôle malgré l'utilisation croissante des nouveaux systèmes de plus en plus sophistiqués de contrôle de la direction du forage. [3]

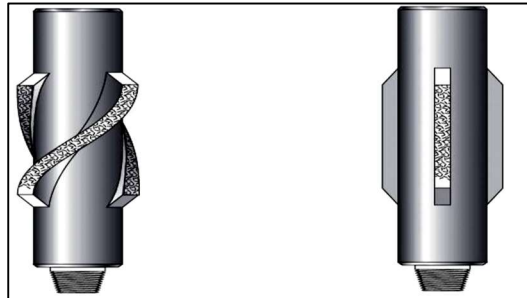


Figure I.11: Stabilisateurs (gauche: lames spirales, droite: lames droites) [3]

4. Equipements de mesure (MWD)

Ils sont placés au fond (à quelques mètres au-dessus de l'outil de forage) ou bien en surface. Ces équipements contiennent des instruments sophistiqués pour la mesure des différents paramètres, en particulier les paramètres de la direction du forage (inclinaison, azimuth du puits au point de mesure). Les données mesurées au fond sont transmises à la surface sous forme de pulse de pression. [3]

5. Moteur fond de trou

C'est un moteur de type moineau qui utilise la puissance hydraulique de la boue de forage pour fournir à l'outil de forage plus de couple en rotation. C'est un élément indispensable du forage directionnel mais il peut entraîner des vibrations latérales à l'outil. [3]

I.8. Fluides de forage

I.8.1. Historique sur les fluides de forages

Le fluide de forage était déjà présenté en 1933 lors du premier Congrès Mondial du Pétrole, où il a fait l'objet de cinq communications. Le premier traité sur les fluides de forage a été publié en 1936 par Evans et Reid. En 1979, l'American Petroleum Institute (API) définit le fluide de forage comme un fluide en circulation continue durant toute la durée du forage, aussi bien dans le sondage qu'en surface. Le fluide est préparé dans des bacs à boues, il est injecté à l'intérieur des tiges jusqu'à l'outil d'où il remonte dans l'annulaire, chargé des déblais formés au front de taille. A la sortie du puits, il subit différents traitements, tamisage,

dilution, ajout de produits, de façon à éliminer les déblais transportés et à réajuster ses caractéristiques physico-chimiques à leurs valeurs initiales. Il est ensuite réutilisé. [2]

Le fluide de forage, appelé aussi boue de forage, est un système composé de différents constituants liquides (eau, huile) et/ou gazeux (air ou gaz naturel) contenant en suspension d'autres additifs minéraux et organiques (argiles, polymères, tensioactifs, déblais, ...) [2]. L'origine de l'usage de la boue est sans aucun doute les forages pétroliers. Il permet, du fait de ses propriétés rhéologiques, de faire face aux nombreuses exigences du forage, telles que la stabilité de l'ouvrage (par imprégnation du terrain et par fabrication d'un cake pour limiter la filtration vers la paroi) et l'évacuation des déblais. [13] Même aux grandes profondeurs, le forage n'est pas perturbé par les terrains peu stables ou plastiques, sous réserve de l'utilisation d'un fluide de forage adapté. Le processus de forage comprend deux phases. Le forage commence d'abord dans des roches ne contenant pas de pétrole. Le but est de se déplacer le plus rapidement possible et de parvenir à la roche contenant du pétrole, appelée réservoir. La priorité consiste à assurer la stabilité de la formation rocheuse mise à nu dans le puits tout en évitant de perdre le fluide de forage. La deuxième phase consiste à forer la roche réservoir avec précaution pour ne pas l'endommager. Le succès technique et économique d'une opération de forage d'un puits pétrolier dépend pour une large part de la qualité du fluide de forage utilisé. Il faut savoir que le coût du fluide proprement dit est relativement faible par rapport au coût global des opérations mais l'optimisation de la composition du fluide en fonction des caractéristiques de la formation à forer peut réduire efficacement le coût global des opérations de forage. Le cavage est causé par des éboulements, par la dissolution du sel, par la dispersion des argiles, par une érosion due à la circulation de la boue au droit des formations fragiles, etc. Les resserrements ont souvent pour cause une insuffisance de la pression hydrostatique de la colonne de boue qui ne peut équilibrer la pression des roches. Le colmatage possible des formations aquifères est amené par utilisation de certaines boues (bentonite); C'est possible que le fluide de forage soit perdu dans une zone de haute perméabilité. La plupart du temps, la perte de circulation inclut l'écoulement à l'intérieur des fractures naturelles qui intercalent les abords ou à l'intérieur des fractures induites par l'excès de pression de fluide de forage. On utilise pour les aquifères supérieurs, des boues à l'eau au carbonate de calcium ou avec des polymères biodégradables et non toxiques. Les boues à l'huile ou au fioul sont aujourd'hui réservées aux couches géologiques pétrolifères.

La vie d'une boue de forage passe par plusieurs étapes; (1) formulation, (2) injection dans le puits, (3) modification de la formulation en fonction de la nature du terrain. En effet, en remontant les déblais, elle renseigne en temps réel sur la nature des formations traversée par le Trépan et sur la proximité de la roche réservoir. Après l'analyse des déblais, la présence de trace d'hydrocarbure prouve que la roche productive a été atteinte.

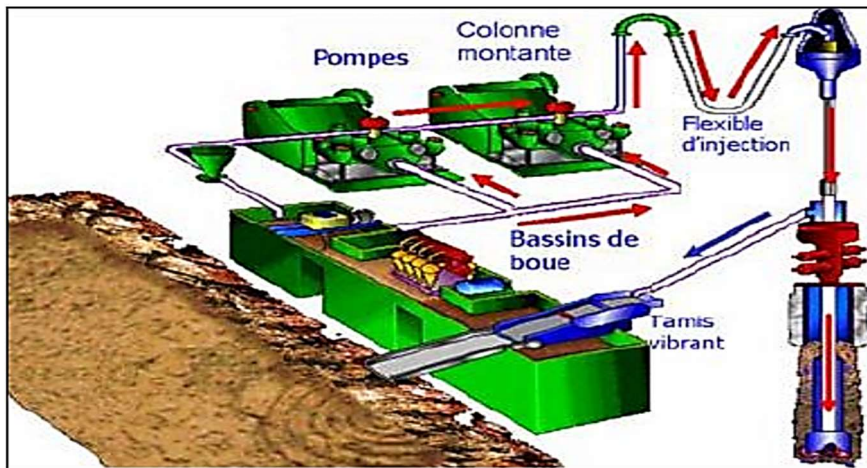


Figure I.12 : Le cycle d'une boue de forage [6]

I.8.2. Fonctions des boues de forage

Elles ont notamment les fonctions suivantes :

I.8.2.1. Lubrification / Refroidissement :

La boue de forage (ou un autre fluide) vise à faciliter le forage de la roche, en lubrifiant le trépan (la tige de forage, la tête de forage et l'aléreur) puis en le refroidissant Christian Le Gali, Axel Mat 2018.

I.8.2.2. Remontée des déblais de forage :

Les déblais de forage sont des micros ou macro débris, parfois très abrasifs, qui peuvent provoquer des bouchons. La boue aide à les remonter en surface au fur et à mesure de leur production et de la manière la plus fluide possible, y compris dans le cas de plus en plus fréquents de tubes non verticaux voire horizontaux dans le cas des forages dirigés ; La vitesse de la boue doit être adaptée à la nature de la roche forée et des déchets à remonter en surface. Ces facteurs influent sur les capacités de transport de la boue (comme la vitesse d'une rivière influe sur la capacité à transporter des cailloux, du gravier, du sable ou du sédiment fin). La viscosité de la boue est également une propriété importante ; si elle est trop faible, les

fragments de roche tendront à se déposer au fond du puits, et si elle est trop élevée, la boue circulera mal.

Des liquides *rhéofluidifiants* et à viscosités élevées sont les plus efficaces pour le nettoyage du trou foré dans la roche.

Lors de la remontée, une Vitesse supérieure annulaire (dans le tube) améliore le transport des résidus de forage ; la vitesse de remontée devrait être au moins 50 % plus rapide. L'utilisation d'un liquide rendu plus dense par des additifs lourds permet de nettoyer le trou de façon adéquate, même à des vitesses annulaires inférieures (par augmentation de la flottabilité agissant sur les fragments de roche). Mais ce type de boues lourdes peut avoir un impact négatif, si son poids dépasse le seuil d'équilibre de pression avec la roche environnante (pression de la formation). Ceci explique que le poids de la boue n'est généralement pas augmenté à des fins de nettoyage des trous, mais plutôt au contraire pour colmater un puits.

Une mauvaise circulation ou remontée des déblais de forage peut causer l'apparition d'étranglements et de variation dans la densité du fluide de puits, pouvant eux-mêmes conduire à d'une perte de circulation.

- la masse de matériaux sédimentant anormalement dans le puits ou un tube est dite *sag* (mot signifiant *affaissement* pour les anglophones), Ces bouchons, qui se produisent plus souvent dans les forages non horizontaux ou comportant des coudes et/ou atteignant une profondeur impliquant une température élevée (après avoir épuisé les ressources les moins difficiles à atteindre, depuis les années 1990-2000, les forages pétroliers et gaziers dépassent de plus en plus souvent 5 000 m de profondeur là où les pressions sont très élevées et où la température peut dépasser 200 °C). Des entartrages peuvent aussi se produire.
- Si la boue contient un taux trop élevé de solides issus du forage, cela est préjudiciable pour :
 - l'efficacité du forage (le poids et la viscosité de la boue augmentent en entraînant des coûts de maintenance et de la dilution accrus)
 - le taux de pénétration (ou « *ROP* » pour « *Rate of Pénétration* ») ; la puissance des moteurs des pompes de circulation doit alors être augmentée (et donc leur émissions polluantes et leur consommation d'énergie) ;
 - les propriétés de la boue, qui risque de perdre sa capacité à équilibrer le forage.

- Pour un contrôle efficace des solides issus du forage, ceux-ci doivent être retirés dans le circuit de circulation de la boue, au sortir du puits. S'ils sont redistribués, ils seront brisés en petits morceaux plus difficiles à retirer.
- Un test de comparaison de la teneur en sable de la boue à la sortie du puits (ligne d'écoulement) avec sa teneur à l'entrée de la fosse d'aspiration permet de vérifier que les solides issus du puits ont correctement été retirés de la boue.

I.8.2.3. Rôle d'équilibrage des pressions sur les parois du forage :

Les propriétés physiques et chimiques d'une boue de forage doit maintenir dans l'intégrité des parois du puits, en entretenant une pression hydrostatique sur les formations traversées, en respectant leurs limites d'élasticité ; la pression devant donc être ni trop faible ni excessive ;

- Une pression trop faible entrainerait un risque d'effondrement des parois du puits (par exemple dans le sable ou certains schistes secs et très fortement fracturés).
- Une pression excessive ferait que la boue risque de percoler trop profondément dans le substrat, voire d'obturer les micro fracturations et pores permettant l'exploration puis l'exploitation de la roche réservoir) Henry C. H Darley, George Robert Gray 1994.

Un tel colmatage peut néanmoins parfois être recherché pour colmater une roche contenant par exemple un fluide qu'on ne veut pas voir s'infiltrer dans le puits (on sait maintenant transformer certains fluides de forage en « *ciment synthétique à prise rapide* » par adjonction d'un catalyseur qui peut être ou non une irradiation, par du cobalt 60 en général Novak 2012, mais une obturation des pores de la roche doit être évitée dans le réservoir que l'entreprise veut exploiter. Des moyens physiques et chimiques de « décolmatage » existent, très utilisés dans les forages de gaz de schiste, mais efficaces dans une certaine mesure seulement ou présentant certains risques environnementaux ou de corrosion ou d'entartrage des installations.

Enfin la plupart des boues de forage sont conçues pour être « *thixotropique* » (c'est-à-dire se stabiliser et se transformer en gel en cas d'arrêt de circulation de la boue, durant les opérations d'entretien ou de changement de matériel pendant le forage).

I.8.2.4. Soutien du terrain de tiges et du matériel à descendre dans le puits :

Le fluide de forage - si sa densité est suffisante - soutiendra également le train de tiges dans lequel il est mis en suspension (Cf. notion de *flottabilité*). La charge au crochet du derrick est ainsi fortement réduite, de même que l'usure d'une partie du matériel. Le risque

de vibration et de phénomène de résonance du train de tiges sont également réduits (la résonance peut être la cause de fatigues importantes du matériel). [2]

Il est ainsi possible de descendre un « train de tige » et des tubages dont le poids excéderait grandement les capacités du derrick en l'absence de boue, y compris sur une plate-forme de forage offshore.

I.8.2.5. Transmission de l'énergie hydraulique de la surface vers les outils profonds :

Le puits est un système hydraulique, où c'est la puissance du « moteur à boue (**en**) », qui – *via* la boue elle-même – transmet l'énergie hydraulique nécessaire :

- à la rotation du trépan ;
- au fonctionnement mécanique de certains outils d'acquisition de mesures en cours de forage (**en**) dits MWD (measurement while drilling) ;
- au fonctionnement des outils de diagraphie en cours de forage (**en**) dits *LWD* (logging while drilling) ;
- Différents types de buses permettent d'optimiser le travail du trépan et l'impact du jet de boue au fond du puits ;
- ... avec certaines limites qui sont :
 - la Puissance de la pompe ;
 - une perte de pression à l'intérieur du train de tiges, plus élevées quand la densité et viscosité de la boue sont importantes (cf. forces de cohérence et de friction augmentées, modification de l'effet de cisaillement...) ;
 - la pression maximale admissible en surface et pour le puits ;
 - un débit optimal qui varie selon le substrat, la profondeur...

I.8.2.6. Transmission au foreur en surface d'informations :

Dans une installation de forage, l'information acquise par les outils de mesure en profondeur peut être véhiculée vers la surface par la boue, *via* des « impulsions de pression » ou MPT (pour mud-pulse telemetry). Les signaux bruts doivent être corrigés ou interprétés en fonction des propriétés chimiques et physiques de la boue et des conditions de puits de forage. Avec l'ingénieur en boue, l'évaluateur (« mud logger ») étudie la diagraphie en s'appuyant sur ses compétences en lithologie et sur un examen visuel (composition minérale,

traces d'hydrocarbures rendues visibles par fluorescence) ainsi que sur divers enregistrements ou donnés préalables disponibles ; Des outils complémentaires sont à sa disposition ;

- détecteur de gaz ;
- outils d'analyse de certains paramètres d'intérêt géologique ;
- mesure de diagraphie utilisant le câble électrique, la transmission acoustique, ou la résonance magnétique nucléaire;
- outils de tests, etc.

I.8.2.7. Contrôle de la corrosion (à niveau acceptable) :

Le contact permanent du fluide de forage (chimiquement et/ou physiquement agressif) avec le tubage et la « garniture de forage » (« Drill-string », qui désigne l'« ensemble des éléments tubulaires composant le train de sonde ; train de tiges) » peut causer diverses formes de corrosion ;

Les acides et gaz dissous dans le fluide (oxygène, dioxyde de carbone, sulfure d'hydrogène) contribuent aussi à provoquer des problèmes de corrosion parfois grave ; Un pH faible (acide) et les saumures aggravent et accélèrent la corrosion ; Le forage en milieu riche en H₂S exacerbe le risque de corrosion. L'aération de la boue, la formation de mousse, ou toute autre condition y favorisant l'intégration et le piégeage d'un oxydant est source de corrosion, dans un délai bref.

Cette corrosion peut être rapide et causer des défaillances catastrophiques. Les accidents peuvent être mortels pour les humains, même avec des matériels et matériaux relativement récents ;

Pour limiter et anticiper ces risques, on utilise des échantillons-test pour observer le type de corrosion mis en jeu et les moyens de la freiner par un ou plusieurs inhibiteurs chimiques utilisés au dosage approprié.

I.9. La composition des différents types

Historiquement, les fluides de forage ont évolué d'un simple mélange d'eau et d'argile appelé "boue " vers des systèmes de plus en plus complexes composés d'eau ou huile avec une multitude d'additifs répondant aux caractéristiques requises et aux problèmes rencontrés. Les fluides de forage sont des fluides complexes classés en fonction de la nature de leurs constituants de base. Traditionnellement, les fluides de forage ont été classés en trois catégories selon le fluide de base utilisé dans leur préparation :

- L'eau.
- L'huile.

I.9.1. Les fluides à base d'huile

L'origine de l'utilisation de l'huile dans les fluides de forage remonte aux premiers forages effectués à Oklahoma City (1934-1937) au cours desquels on a constaté une amélioration des performances de forage après ajout de l'huile brute. [12]

Les fluides à base d'huile sont des fluides dont la phase continue est une huile minérale (pétrole brut, fuel, gazole, ...) et la phase dispersée est de l'eau.

Par définition les fluides de forage à base d'huile contenant plus de 5% d'eau sont appelés boues de forage en émulsion inverse ; avec moins de 5% d'eau, on a les boues à l'huile. Ces fluides sont souvent désignés par "Oil-Based Muds" ou OBM.

La phase continue la plus utilisée jusqu'à ces dernières années était le gazole, mais actuellement la législation relative à la protection de l'environnement impose l'utilisation d'huiles minérales ou "synthétiques", ne contenant plus de composés aromatiques. Des agents émulsifiants et mouillants sont alors utilisés pour favoriser la stabilité de l'émulsion.

Les propriétés rhéologiques (thixotropie) de cette émulsion sont ajustées par l'addition d'agents viscosifiants, généralement des argiles organophiles. Les formulations peuvent contenir également des agents réducteurs de filtrat (composés asphalténiques et polymères) et d'autres additifs spéciaux. Il faut signaler qu'aujourd'hui la plupart des travaux de recherche portent sur l'amélioration des boues inverses synthétiques, vu leurs avantages économiques et environnementaux, comparativement aux fluides classiques à base de gazole.

I.9.2. Les fluides à base d'eau

Ces fluides sont souvent désignés par "Water-Based Muds" ou WBM. Ils sont dans la plupart des cas constitués par des suspensions de bentonite dans l'eau dont les caractéristiques rhéologiques et de filtration sont souvent ajustées par des polymères. La nature des électrolytes et leur concentration dans les formulations de boues à l'eau sont choisies en prenant en compte les caractéristiques de la formation (activité de l'eau des formations argileuses, dissolution des formations salines). [2]

Tableau. I.1: Quelques formulations utilisées dans les boues à base d'eau [13]

Type de boue	Composition (kg)	Caractéristiques	Stabilité aux contaminants	Domaines d'utilisation
Boue bentonitique simple	Ben. 40 à 60 CMC 0 à 5 Soude (NaOH)	d = 1.03 à 1.05 PH= 8.5 à 9	faible	Boue de démarrage
Boue bentonitique aux extraits tannants	Ben. 40 à 60 CMC 0 à 5 Soude 0.5 1 Tanin 2 à 4	Filtrat 2 à 4 cm ³ pH < 11	Moyenne Ca ²⁺ < 300 mg/l Cl < 20 g/l	Zones à faible contamination < 3000 m : gypse, anhydrite, argile
Boue bentonitique Au FCL / LC	Ben 40 à 60 FCL 20 à 40 Soude 2 à 4 CMC 0.5 LC 10 à 20	pH > 9 Résistance à la température (200°C)	Bonne Cl ⁻ 50 à 70 g/l	Zones à forte contamination 5000 à 6000 m : gypse, anhydrite, argile
Boue au gypse	Ben 50 à 70 FCL 12 à 15 Soude 3 à 4 CMC 5 à 10 Gypse LC 10 à 20	pH > 9 Résistance à la température (200°C)	Bonne Cl ⁻ 60 à 70 g/l	Horizon gypse ou anhydrite Horizon argileux Horizon faiblement salifié
Boue salée saturée	Argile 50 Amidon 30 à 40 Chaux 0 à 10 Sel 300	d > 1.2 Corrosive résistance a la température 130 à 140°C	Bonne : gypse anhydrite Moyenne : argile	Horizon salifère zone argileuse peu ou moyennement dispersante

Parmi les additifs on peut trouver

Les colloïdes argileux

- ✓ Les bentonites
- ✓ Les attapulgites

Les colloïdes organiques

- ✓ Amidons
- ✓ CMC (Carboxyle Méthyle Cellulose)

Les fluidifiants ou les défloculants

- ✓ Les poly phosphatent
- ✓ Les tanins
- ✓ Les lignosulfonates
- ✓ Les bgnines chromées

Les additifs minéraux

- ✓ Soude caustique(NaOH)
- ✓ Carbonate de soude ($\text{Na}_2 \text{CO}_3$)
- ✓ Le gypse (CaSO_4)
- ✓ Chaux éteinte ($\text{Ca} (\text{OH})_2$)
- ✓ Bicarbonate de sodium (NaHCO_3)

Les produits organiques spéciaux

- ✓ Les anti- ferments
- ✓ Les anti-mousses
- ✓ Les anti-coincements
- ✓ Les anti-corrosions
- ✓ Les anti-bourrant

Les alourdissant

- ✓ Barytine ou sulfate de baryum (BaSO_4)
- ✓ Le carbonate de calcium (CaCO_3)
- ✓ La galène (PbS)
- ✓ Hématite (Fe_2O_3)

Les colmatant

- ✓ Colmatant organiques
- ✓ Colmatant fibreux
- ✓ Colmatant lamellaires
- ✓ Colmatant gonflants
- ✓ Colmatant à prise (liants hydrauliques). [14]

Les composants indésirables

Les composants indésirables les plus présents dans les fluides de forage sont les hydrocarbures, les métaux lourds, et les sels. Une brève description est donnée ci-dessous:

- **Les hydrocarbures** Quand une formation traversée contient des hydrocarbures, le fluide de forage se trouve contaminé par l'huile de la formation. L'huile de certaines formations est un composant indésirable car il contamine les déblais.
- **Les métaux lourds** Les métaux lourds peuvent se mélanger avec les fluides de forage selon deux cas :
 - Les formations forées contiennent l'arsenic, le baryum, le cadmium, le chrome, le plomb et le mercure.
 - Les additifs des fluides de forage contiennent du baryum qui vient des agents alourdisant de la baryte et du chrome qui vient des défloculants chrome lignosulfonate. baryte minéral, utilisée pour le contrôle de la densité, peut avoir de grandes quantités naturelles de cadmium et de mercure.
- **Les sels**

La concentration des sels, comme le chlorure de sodium ou de potassium dans les fluides de forage peut aussi considérablement augmenter, spécialement quand les puits forés traversent des dômes de sel ou des formations ayant de l'eau très salée.

I.10. L'eau de fabrication

L'eau est l'élément le plus essentiel dans les boues de forage. L'eau de fabrication peut être douce, dure ou salée.

- une eau est dite **douce** si elle contient peu ou pas de sodium, calcium, magnésium et autres.
- une eau est dite dure si elle contient beaucoup de calcium et de magnésium.

Une eau dure diminue le rendement des argiles et des produits chimiques; pour l'adoucir, il faut ajouter un à deux kilogrammes de soude caustique ou de carbonate de soude par mètre cube.

Si l'eau est salée, sa salinité est diminuée en ajoutant de l'eau douce, mais le prix de revient sera plus élevé. Néanmoins, l'eau de fabrication peut être plus ou moins salée : 7 à 35 g/l. [5]

I.11. Les argiles

I.11.1.Généralité :

De manière générale, le mot argile(s) sert à désigner l'ensemble des particules dont la taille est inférieure à 2 μm . En termes de taille de grain, le mot argile a deux sens. Il désigne d'abord les particules faites des minéraux argileux dont les cristaux excèdent parfois 2 μm . Les minéraux argileux proviennent essentiellement de l'altération chimique de certains minéraux composant la roche. Cette altération chimique agit de façon que certains minéraux silicates, comme les micas ou les feldspaths sont transformés en d'autres espèces minérales (kaolinite, illite, Montmorillonite), souvent de granulométrie plus fine. Les minéraux argileux sont surtout de la famille de silicates, formés à base de silice (Si) et d'oxygène (O), tels que le quartz et les feldspaths. Le mot minéral argileux comprend les minéraux qui font partie du groupe des phyllosilicates, appelés aussi silicates de structure lamellaires.

Le terme argile désigne ensuite les débris les plus fins de la désagrégation-altération physique des roches appelés la farine de roche ($d < 2 \mu\text{m}$). Cette farine peut contenir une proportion de minéraux argileux plus ou moins importante.

I.11.2.La bentonite

Elle désigne généralement une poudre minérale constituée essentiellement de l'argile de montmorillonite (famille des smectites). Dans leur état naturel, la plupart des gisements de bentonite sont hétérogènes ; ils sont constitués de smectites mélangées ou inter stratifiées avec l'illite et/ou la kaolinite et d'autres impuretés. [15]

La bentonite est largement utilisée dans de nombreux secteurs industriels (pharmacie, cosmétique, chimie, génie civil, agroalimentaire ...).

Elle est utilisée sous forme pâteuse ou à l'état de poudre pour la réalisation de barrières étanches pour les déchets industriels et ménagers (géo membranes bentonitiques) et les déchets radioactifs (barrières ouvragées ; poudre compactées). A l'état liquide, la boue de bentonite se définit comme une suspension eau-argile. L'origine de l'usage de la boue est sans aucun doute les forages pétroliers [25]. Elle permet, du fait de ses propriétés rhéologiques, de faire face aux nombreuses exigences du forage, telles que la stabilité de l'ouvrage (par imprégnation du terrain et par fabrication d'un cake pour limiter la filtration vers la paroi) et l'évacuation des déblais. [17], [25], [12]

Dans la pratique, on utilise surtout la bentonite sodique, colloïde argileux du type montmorillonite. Mais avec des ions sodiques incorporés, cette dispersion a des propriétés thixotropiques très élevées et son pouvoir rétenteur d'eau est énorme, atteignant dix à trente fois le volume de la bentonite proprement dite

La bentonite est utilisée pour les boues à l'eau douce; pour les boues à l'eau salée, on utilise l'attapulgite

- La bentonite est une argile sodique du type montmorillonite qui présente la propriété de gonfler dans l'eau douce en absorbant de grandes quantités d'eau.
- L'attapulgite est une argile du type sépiolite qui présente la propriété de se disperser et de rester en suspension en milieu salé, d'où son utilisation pour les boues salées. [5]

I.11.2. Les matériaux argileux

Les phyllo silicates sont des silicates dans lesquels les tétraèdres de SiO_4 forment des feuillets infinis bidimensionnels. Ces feuillets tétraédriques sont condensés avec des octaèdres d'oxydes métalliques dans un rapport 2:1 ou 1:1. Les phyllo silicates sont également appelés plus simplement silicates lamellaires [24]. Les différents groupes de minéraux argileux se différencient par l'arrangement de leurs couches tétraédriques et octaédriques représentés sur la (figure 10) L'organisation structurale des phyllo silicates est basée sur une charpente d'ions O^{2-} et OH^- [23]. Ces anions occupent les sommets d'assemblages octaédriques (O^{2-} et OH^-) et tétraédriques O^{2-} . Dans les cavités de ces unités structurales élémentaires viennent se loger des cations de tailles variables (Si^{4+} , Al^{3+} , Fe^{3+} , Fe^{2+} , Mg^{2+}) en position tétraédrique ou octaédrique.

Ces éléments s'organisent suivant un plan pour constituer des couches octaédriques et tétraédriques dont le nombre détermine l'épaisseur du feuillet. L'espace entre deux feuillets parallèles s'appelle espace inter foliaire. Lorsque deux cavités sur trois de la couche

octaédrique sont occupées par Al^{3+} (ou un autre ion métallique trivalent), la structure est dénommée di octaédrique. Quand la totalité des cavités octaédriques est occupée par des ions métalliques bivalents, la structure s'appelle tri octaédrique

Par ailleurs, il peut exister des substitutions iso morphiques dans les couches tétraédriques ($Si^{4+} \Rightarrow Al^{3+}, Fe^{3+}$) et /ou octaédrique ($Al^{3+} \Rightarrow Mg^{2+}, Fe^{2+}$, ou $Mg^{2+} \Rightarrow Li^{+}$). Ces substitutions entraînent un déficit de charge qui est compensé, à l'extérieur du feuillet, par des cations compensateurs. [12]

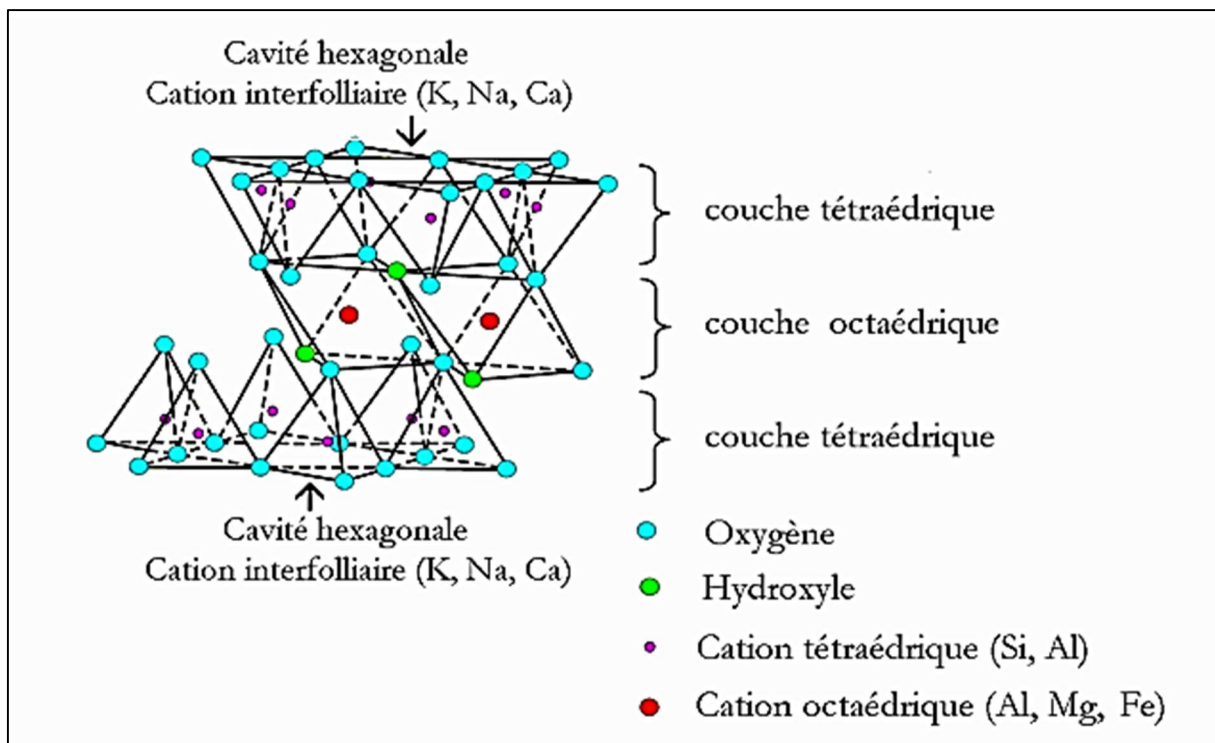


Figure I.13 : Représentation schématique d'un feuillet de phyllo silicate [16]

I.11.3. La classification des argiles

On différencie les argiles par leur type de combinaison d'empilement des feuillets tétraédriques et octaédriques, le cation de la couche octaédrique, la charge de l'argile et le type de matériel inter foliaire [23] [24](Alain Meunier 2005) (Rossman F. Giese et Carel J. 2002).

Il existe différentes classifications des argiles. La plus classique est basée sur l'épaisseur et la structure du feuillet. On distingue ainsi quatre groupes. [17]

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

Par ailleurs, on trouve dans la littérature des modèles différents pour la classification des phyllo silicates. La première classification, établie par le comité international de Classification et de Nomenclature des Minéraux argileux en 1966, est basée uniquement sur la charge du feuillet et sur le nombre d'atomes métalliques en couche octaédrique. La deuxième, établie par Mering et Pedro (1969), prend en compte la localisation des substitutions, leur distribution et le type de cations compensateurs. Cette classification ne prend pas en compte les silicates synthétiques, parfois utilisés dans l'élaboration de nano composites, que sont la fluorohectorite, le fluoromica ou la laponite. Présente une classification déduite des travaux de Brindley (1966) et Mc Kenzie (1975) qui donne la valeur de la charge permanente du feuillet qui a servi comme critère pour établir une classification des phyllosilicates 2:1 (famille qui nous intéresse dans la présente étude).

Parmi l'ensemble des argiles les trois familles les plus importantes sont les kaolinites, les illites et les smectites :

i) Kaolinite : Dans le cas de la kaolinite, le feuillet est toujours neutre, di octaédrique et alumineux, de composition $(Si_2)(Al_2)O_5(OH)_4$ par demi-maille. [22]

Morphologiquement, la kaolinite se présente sous forme de particules hexagonales constituées par des empilements de feuillets. [17]

ii) Smectites : La structure de la couche octaédrique des smectites, ainsi que la localisation des substitutions, ont conduit à une classification de ces minéraux. Ainsi, il existe deux grandes catégories de smectites. Les premières sont dites di octaédriques du fait de l'occupation de seulement deux sites octaédriques sur trois. Parmi elles, certaines présentent majoritairement des substitutions dans la couche octaédrique (montmorillonite), alors que d'autres sont principalement substituées dans les couches tétraédriques (beidellite). Typiquement, l'ion en site octaédrique est alors l'aluminium, qui est remplacé par du

magnésium ou du fer, alors que le silicium tétraédrique est remplacé par de l'aluminium. Il existe un troisième type de smectite di octaédrique, possédant essentiellement du fer au degré d'oxydation III dans sa couche octaédrique, remplacé par de l'aluminium ou du magnésium (nontronite). Les autres smectites sont tri octaédriques, car, dans ce cas, tous les sites octaédriques sont occupés. L'ion en site octaédrique est en général le magnésium. Parmi elles, certaines sont caractérisées par des substitutions du magnésium par le lithium dans la couche octaédrique (hectorite), alors que pour d'autres, les substitutions ont principalement lieu dans la couche tétraédrique, où le silicium est remplacé par de l'aluminium (saponite). La localisation des substitutions est un facteur déterminant dans les propriétés d'adsorption des smectites, d'où l'importance de la classification décrite ici. Cependant, la montmorillonite et l'hectorite, dans lesquelles les substitutions ont principalement lieu dans la couche octaédrique, sont les plus répandues dans la nature, et donc les plus souvent étudiées. [21]

iii) Illite : Comme les smectites, cette famille est aussi 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. [17], [20], [12]

I.12.L'utilisation de boue dans le programme de forage

Le programme de forage horizontal comprend 5 phases :

a) Phase 26

But : Forage vertical depuis la surface jusqu'à 30 à 40m dans le Sénonien anhydritique, soit à une profondeur de 494 m. Le tubage 18 5/8" J55 87.5# est posé la cote 492m.

Paramètres de forage

Tableau I.2 : Paramètre de phase 26 [11]

Poids (t)	Rotation (t/min)	Débit (l/min)
1 – 25	60 – 130	2000 – 4000

La boue

Pour cette phase on utilise une boue benthonique qui conviendrait aux formations fragiles et peu consolidées parce qu'elle offre :

- Filtrat élevé pour formation d'un cake épais et colmatage des sables.
- Une grande viscosité pour un meilleur transport du sable de moy-pliocène.

Caractéristiques de la boue

- ✓ Densité de la boue : $d_b = 1.05$
- ✓ Yield point : $Y_p > 40 \text{ lb}/100 \text{ ft}^2$
- ✓ Viscosité plastique : $V_p = 8-10 \text{ c}_p$

b) Phase 16

L'objectif de cette phase intermédiaire est de tuber en 13''3/8 les formations du Crétacé et une partie du Jurassique (l'Argileux et le Lagunaire).

Paramètres de la phase :

Forage sous le sabot 18" 5/8 avec des paramètres réduits, tant que les stabilisateurs sont dans le tubage.

Tableau I.3 : Paramètre phase 16 [11]

Poids (t)	Rotation (t/min)	Débit (l/min)
5 - 20	50 – 150	2800 – 3000

Boue

Pour cette phase on utilise une boue émulsionnée inverse qui a pour but d'éviter le contact eau argile, donc limiter la dispersion des argiles du Malm et Dogger.

Caractéristique de la boue

- ✓ Densité de la boue $d_b = 1.25$
- ✓ Yield point $Y_p = 18-24 \text{ lb}/100 \text{ ft}^2$
- ✓ Viscosité plastique $V_p = 16-22 \text{ c}_p$

c) Phase 12"1/4**But :**

Le but de cette phase est de tuber en 9"5/8 les formations du Jurassique (Malm et Dogger) formations qui ne supporteraient pas la densité requise à la traversée du Lias. C'est une phase intermédiaire sans intérêt pétrolier qui doit être réalisée rapidement.

La côte d'arrêt se situe à environ 450 mètres sous le toit du LD3, soit aux environs de 3185m.

Paramètres de forage**Tableau I.4** : Paramètre phase 12"1/4 [11]

Poids (t)	Rotation (t/min)	Débit (l/min)
8 - 18	100 – 200	2700

- Forage de la section verticale :
- Forage de la formation en déviation:

Tableau I.5 : Paramètre phase 12"1/4 [11]

Poids (t)	Rotation (t/min)	Débit (l/min)
1 – 12	140 – 200	2000 – 2400

Boue

Pour cette phase on utilise une boue lourde à émulsion inverse pour éviter le cavage de la formation au niveau du Trias et du Lias à cause de la présence des couches salifères d'un côté, et d'autre côté pour éviter la contamination de la boue de forage par les eaux chlorurées calciques

Caractéristique de la boue

- ✓ Densité de la boue : $d_b = 2.04$
- ✓ Yield point : $Y_p = 10-14 \text{ lb}/100 \text{ ft}^2$
- ✓ Viscosité plastique : $V_p = 38-48 \text{ c}_p$

d) Phase 8"3/8

But : L'objectif de cette phase est de poser le liner 7" dans le réservoir en traversant le TAG, Trias Argileux Gréseux avec une boue de densité 1.4 Cette phase est très importante sinon la plus importante en terme de forage dirigé. La phase 8"3/8 prolonge la partie déviée qui va conduire le puits vers sa cible finale en rentrant dans le Cambrien avec une forte inclinaison environ 85°.

Paramètres de forage**Tableau I.6:** Paramètre phase 8"3/8 [11]

Poids (t)	Rotation (t/min)	Débit (l/min)
3 – 12	140 – 190	1500 - 1800

Boue : Pour cette phase on utilise une boue à émulsion inverse

Caractéristique de la boue

- ✓ Densité de la boue : $d_b = 1.40$
- ✓ Yield point : $Y_p = 10-12 \text{ lb}/100 \text{ ft}$
- ✓ Viscosité plastique : $V_p = 14 -16 \text{ c}_p$

e) PHASE 6**But de la phase**

Forer un drain dans le réservoir de profil de cette phase selon la fiche du puits:

build up éventuel, puis partie stabilisée ou drop off

Paramètres de forage**Tableau I.7 :** Paramètre phase 6[11]

Poids (t)	Rotation (t/min)	Débit (l/min)
1 – 8	150 – 200	750 - 900

Boue

Boue à émulsion inverse, avec phase eau saturée au Na Cl. Alourdie si nécessaire au CaCO_3 (pas de baryte qui pourrait endommager le réservoir).

Caractéristiques requises pour la boue

- ✓ Densité de la boue : $d_b = 0.87$
- ✓ Yield point : $Y_p = 12 \text{ lb}/100 \text{ ft}$
- ✓ Viscosité plastique : $V_p = 8-14 \text{ c}_p[11]$

I.6.Conclusion :

Le fluide de forage est très souvent de la bentonite, une argile naturelle utilisée essentiellement pour ces propriétés rhéologiques intéressantes. Au fur et à mesure de la réalisation de la cavité, le fluide bentonique injecté sous pression favorise la stabilité de la cavité grâce à la constitution d'un cake ou d'une membrane étanche sur les parois. La pression du fluide est alors suffisante durant le temps du creusement pour supporter les parois et réduire le risque de rupture jusqu'à la pose finale de la canalisation, dimensionnée pour résister à la poussée des terres et de l'eau interstitielle. Dans certains cas, la bentonite est soit adjuvantes avec des polymères, donnant un fluide mixte, soit remplacée par des polymères biodégradables.

La réussite d'un forage dépend notamment du fluide de forage utilisé, qui est souvent composé de bentonite et de polymères. Or la nature de ce fluide peut varier fortement d'un site à l'autre en fonction des terrains traversés. En fin de chantier, la boue devient un déchet, qu'il faut éliminer et traiter éventuellement. Les entreprises sont juridiquement responsables, comme productrices et détentrices, des boues de forage considérées comme un déchet.

Les bentonites, du fait de leurs propriétés cristalochimiques, présentent des propriétés colloïdales importantes. En présence d'eau, elles s'hydratent en augmentant de volume et constituent des suspensions présentant des structures de gels, de la viscosité et de la thixotropie. Ces propriétés sont largement employées dans le cadre des travaux souterrains pour réaliser les forages et les galeries.

Les bentonites sont souvent exploitées dans des carrières à ciel avec une teneur en eau moyenne naturelle de 30 %. Le matériau de la carrière est ensuite concassé à différentes granulométries, des cailloux aux poudres fines, suivant les applications recherchées. Dans le cas de bentonites calciques, elles peuvent être activées avec du carbonate de calcium pour donner une bentonite sodique artificielle, qui offre des possibilités de gonflement bien meilleures.

En conséquence, les propriétés rhéologiques sont également améliorées, du fait du pouvoir gonflant et de dispersion des bentonites sodiques. Ensuite, les bentonites concassées ou en poudre sont conditionnées en containers ou en sacs après avoir été éventuellement séchées pour avoir une teneur en eau moyenne de 15 %.

CHAPITRE II

Rhéologie Des Argiles Et Des Polymères

II.1. Généralité sur la rhéologie

La création du mot Rhéologie est attribuée à BINGHAM en 1922 qui définit la Rhéologie comme la science des déformations et des écoulements de la matière. A l'origine la Rhéologie se définit donc comme une science pratiquement identique à la Mécanique des Milieux Continus dont l'objet est d'observer, décrire et modéliser les déformations de la matière sous l'action de différentes forces. De nos jours la Rhéologie se distingue de la Mécanique des Milieux Continus par son caractère essentiellement pluridisciplinaire, par le fait qu'elle s'intéresse plus particulièrement aux comportements non linéaires des matériaux à l'état solide, à l'état fluide et lors des transitions entre ces deux états et qu'elle s'efforce de relier les propriétés macroscopiques des matériaux étudiés à leurs propriétés à l'échelle microscopique, voire nano-sceptique (composition, interactions entre constituants, structuration, ...). Les matériaux étudiés par les rhéologues sont extrêmement divers : suspensions (peintures, boues de forage, bétons et plâtres à l'état frais, magmas et laves, sang, minerais, ...), émulsions (sauces alimentaires, cosmétiques, médicaments, ...) fluides complexes (polymères, adhésifs, fluides biologiques, adjuvants, ...), mousses, matériaux granulaires, poudres, etc.

On trouve donc la Rhéologie dans pratiquement tous les domaines d'activité humaine et ses applications vont de la mise en forme des matériaux aux comportements de la matière vivante, en passant par la tenue des pneumatiques, la qualité des produits cosmétiques, le génie pétrolier, l'industrie alimentaire, l'industrie papetière, l'industrie textile, le traitement des eaux ou l'industrie des matériaux de construction. Son impact économique est donc considérable. La Rhéologie n'est cependant pas uniquement une science aux visées applicatives puisque de nombreuses équipes de recherche développent des travaux de nature plus fondamentale sur le comportement des fluides complexes. (Rhéologie Xavier Château)

II.2. Les grandeurs étudiées en rhéologie

On utilise dans la rhéologie le mouvement de cisaillement. Il correspond à un mouvement d'un échantillon entre deux surfaces planes, l'une immobile, l'autre animé d'un déplacement parallèle à la première. Deux grandeurs servent à caractériser quantitativement le cisaillement: la vitesse de cisaillement et la contrainte de cisaillement. Le mouvement de cisaillement est le type de mouvement mis en œuvre en rhéologie. [13]

II.2.1. La Contrainte de cisaillement

La contrainte de cisaillement (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 tangentielllement à la surface de la couche, elles sont appelées force de cisaillement Figure II.1. [26]

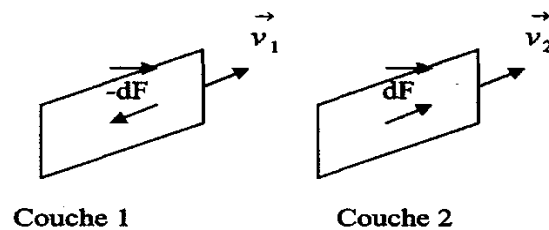


Figure II.1 : Les forces agissant sur deux éléments de couches voisines [26]

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.

$$\tau = \frac{dF}{ds} \quad (\text{II. 1})$$

- τ représente une force par unité de surface, elle s'exprime en newton par m^2 (N/m) 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.2.2. La déformation de cisaillement

La déformation et vitesse de cisaillement 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. [19] La déformation correspond au vecteur déplacement u de la particule fluide d'une couche sous l'effet du mouvement de cisaillement pendant une durée t .

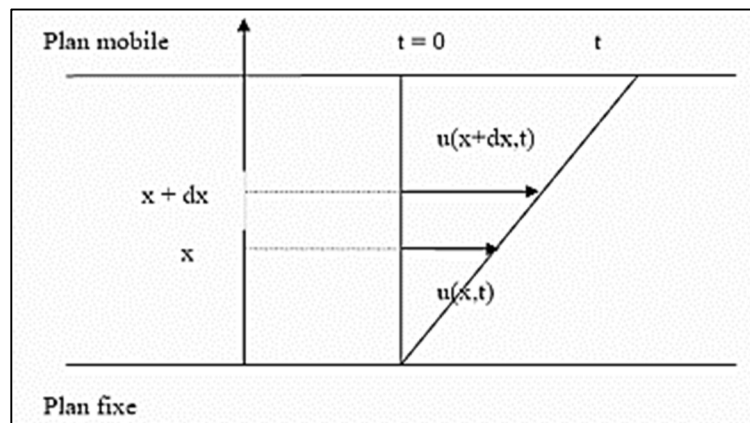


Figure II.2 : Mouvement laminaire de cisaillement entre deux plans parallèles [19]

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 γ est définie par Équation II.2

$$\gamma = -\frac{du(y,t)}{dy} \text{ (II. 2)}$$

II.2.3. Le gradient de vitesse

Le gradient de vitesse est une mesure de la vitesse à laquelle les différentes couches se déplacent les unes par rapport aux autres ; ce rapport représente le cisaillement auquel le liquide est soumis. On le désigne sous le nom de taux de cisaillement. L'expression de la vitesse de cisaillement ($\dot{\gamma}$) est donnée par Équation II. 3, il s'agit de la dérivée par rapport au temps de la déformation de cisaillement :

$$\dot{\gamma} = \frac{dy}{dt} \quad (\text{II.3})$$

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

II.2.4. L'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 ($\tau = f(\dot{\gamma})$). 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 II.1 donne des valeurs de viscosité de substances usuelles à température ambiante.[46]

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

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

II.3. Les différents comportements rhéologiques

Le comportement rhéologique des solutions et suspensions dépend largement de leur concentration et de la nature de la matière qui les constitue. Il peut varier d'un comportement Newtonien à un comportement plus complexe.

Une solution ou une suspension est dite diluée si les particules sont suffisamment éloignées les unes des autres pour qu'on puisse négliger les interactions entre elles. Ces particules suivent un mouvement indépendant décrit expérimentalement par Perrin et théoriquement par Einstein. [29]

II.3.1. Le comportement Newtonien

Un fluide est dit Newtonien si sa viscosité dynamique « μ » est indépendante de la contrainte appliquée et de la durée de cisaillement.

- La viscosité de cisaillement

La viscosité est la grandeur la plus couramment utilisée pour décrire le comportement d'un fluide. C'est une propriété intrinsèque du matériau [5]. Le fluide est placé entre deux plans parallèles d'aire S . Une force « F » est exercée sur le plan supérieur.

La contrainte tangentielle de cisaillement est : $\tau = \frac{F}{S}$

Le gradient de vitesse $\dot{\gamma}$ est donné par $\dot{\gamma} = V / e$

- τ Et $\dot{\gamma}$ sont reliés par $\tau = \eta \times \dot{\gamma}$, où η (Pa.s) est la viscosité de cisaillement (loi de Newton).

Il existe un grand nombre de fluides très couramment utilisés qui ont un comportement sous écoulement plus complexe. Dans le cas des suspensions d'argile, lorsque la concentration en particules augmente, l'interaction particule – particule augmente. Les particules s'organisent en agrégats, susceptibles de se déformer ou de s'orienter sous l'effet des forces hydrodynamiques. La rhéologie permet de caractériser ces fluides et d'en déduire des hypothèses de structuration.

II.3.2. Le comportement non Newtonien

Les fluides non-newtoniens sont l'ensemble des fluides qui ne suivent pas la relation de proportionnalité entre la contrainte de cisaillement et le taux de cisaillement, le modèle non newtonien décrit l'écoulement des fluides comportant des molécules de tailles importantes,

on peut citer à titre d'exemple de fluides non newtoniens : les solutions de polymères, les polymères fondus, les suspensions, les pâtes, les émulsions et les fluides biologiques.

La viscosité des fluides non-newtoniens dépend du taux de cisaillement. [29]

II.3.2.1. Les Comportements rhéofluidifiants et rhéoépaississants

- Les comportements rhéofluidifiant

Très souvent, dans les solutions de polymère ou les suspensions. Le fluide rhéofluidifiant est caractérisé par une diminution de la viscosité apparente lorsque le gradient de vitesse augmente. Figure II.3 Montre l'évolution de la contrainte de cisaillement et de la viscosité apparente en fonction de la vitesse de cisaillement... Ce phénomène peut être dû, dans le cas des suspensions à l'orientation des entités en suspension dans le sens de l'écoulement ou leur réorganisation sous l'effet du cisaillement. Dans le cas des solutions, cela peut être dû à un alignement de molécules anisotropes dans le sens de l'écoulement ou à une destruction de structures moléculaires. [29]

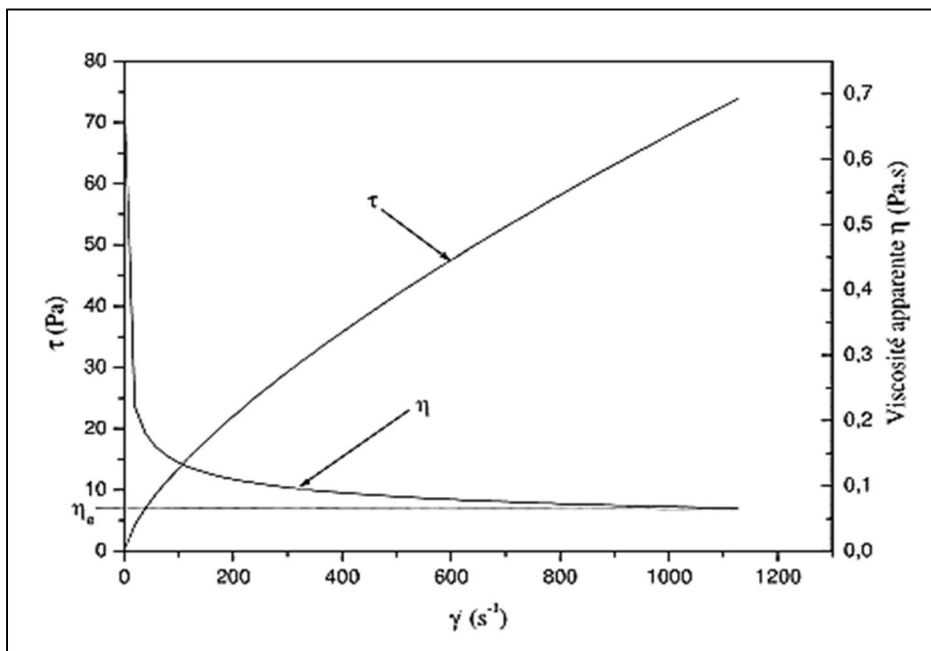


Figure II.3 : Variation de la contrainte de cisaillement et de la viscosité apparente en fonction de la vitesse de cisaillement pour un fluide rhéofluidifiant [29]

- **Le comportement rhéoépaississement**

Le rhéoépaississement est le comportement opposé à la rhéofluidification. Les fluides rhéoépaississant sont des fluides dont la viscosité apparente augmente en fonction de la vitesse de cisaillement Figure II.4. Dans la plupart des cas connus, le comportement rhéoépaississant n'est observé que sur une gamme limitée de taux de cisaillement. Le fluide possède également un comportement rhéofluidifiant à des taux de cisaillement plus faibles. [29]

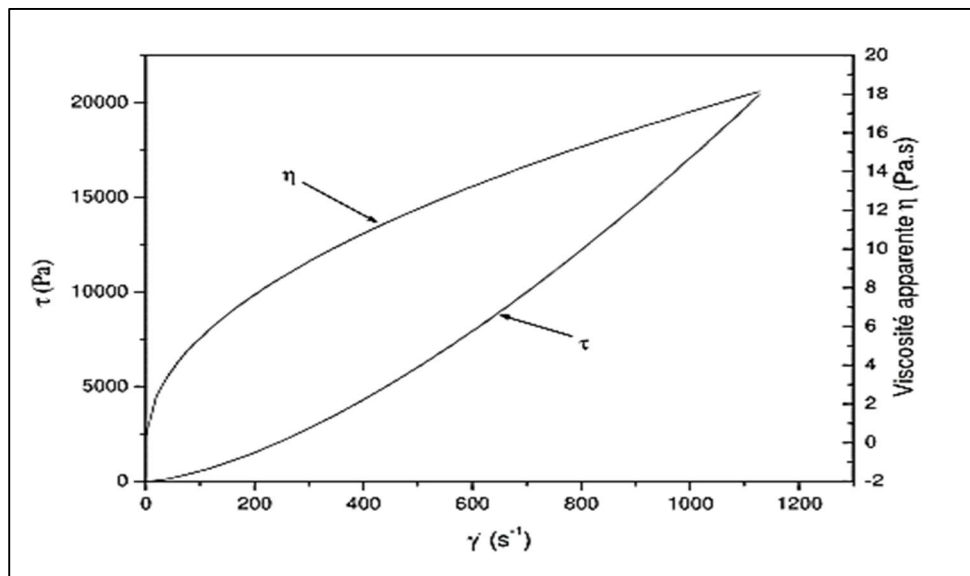


Figure II.4 : Variation de la contrainte de cisaillement et de la viscosité apparente en fonction de la vitesse de cisaillement pour un fluide rhéoépaississant [29]

II.3.2.2. Le seuil d'écoulement

La contrainte appliquée doit dépasser une valeur critique τ , appelée contrainte seuil τ_0 pour que l'écoulement commence à se produire. De nombreux auteurs ont précisé cette notion de contrainte seuil.[30]

II.3.2.3. Les modèles rhéologiques

Le comportement rhéologique des fluides peut être décrit par plusieurs modèles. Ces modèles décrivent les comportements des fluides complexes à l'aide des fonctions

$\tau(\dot{\gamma})$ Ou $\dot{\gamma}(\tau)$ permettant de définir la viscosité non Newtonienne sous la forme:

$$\eta(\dot{\gamma}) = \tau(\dot{\gamma}) / \dot{\gamma} \quad (\text{II.4})$$

$$\eta(\dot{\gamma}) = \tau / \dot{\gamma}(\tau) \quad (\text{II.5})$$

II.4. Les modèles les plus couramment utilisés

II.4.1. Les modèles sans contrainte seuil

- *Oswald-de-Waele (1925)*

C'est une loi de puissance, décrite par les relations :

$$\tau = k \cdot \dot{\gamma}^n \quad (\text{II.6})$$

Où **k** représente la consistance du fluide et « **n** » l'indice de fluidification.

Cette loi décrit le cas des fluides à comportement indépendant du temps, qui peuvent présenter un comportement rhéofluidifiant ou rhéoépaississant.

- $n < 1$ (rhéofluidifiant).
- $n > 1$ (rhéoépaississement).
- $n = 1$ (fluide Newtonien).

- *Modèle de Cross (1965)*

Ce modèle, comme celui de Carreau-Yassuda [12], tient compte des limites du comportement rhéologique [10] [16]. Aux faibles contraintes de cisaillement, on observe généralement un comportement Newtonien, avec un plateau de viscosité appelée viscosité à cisaillement nul et désignée par « η_0 » (Pa.s). Aux cisaillements élevés, un deuxième plateau apparaît et la viscosité est appelée viscosité à cisaillement infini désignée par : « η_∞ » (Pa.s).

Le modèle de Cross s'écrit :

$$\frac{\eta - \eta_\infty}{\eta_0 - \eta_\infty} = \frac{1}{1 + (\lambda \dot{\gamma})^n} \quad (\text{II.7})$$

Où λ et n sont des constantes; λ est un temps caractéristique de relaxation. η_0 et η_∞ sont les viscosités respectives à cisaillement nul et infini.

II.4.2. Les modèles avec contrainte seuil

Certains produits comme les boues de forage, les encres d'imprimerie, le dentifrice, etc... Ont expérimentalement un comportement de fluide visqueux en écoulement de cisaillement mais ont une fonction de cisaillement taux en fonction du gamma point non nulle à l'origine: il y a donc une discontinuité de la fonction de cisaillement à l'origine. On dit qu'ils

présentent un seuil de contrainte: il faut exercer une contrainte de cisaillement minimale avant de démarrer l'écoulement Figure II.5. Ces matériaux ne sont donc pas des fluides simples mais des matériaux plus complexes. Ce sont en général des suspensions concentrées de particules solides dans un solvant.

Ces particules s'organisent, au repos, en une micro-structure qui confère à la suspension un comportement de solide, puis, quand la micro-structure est suffisamment désorganisée, la suspension à un comportement fluide.

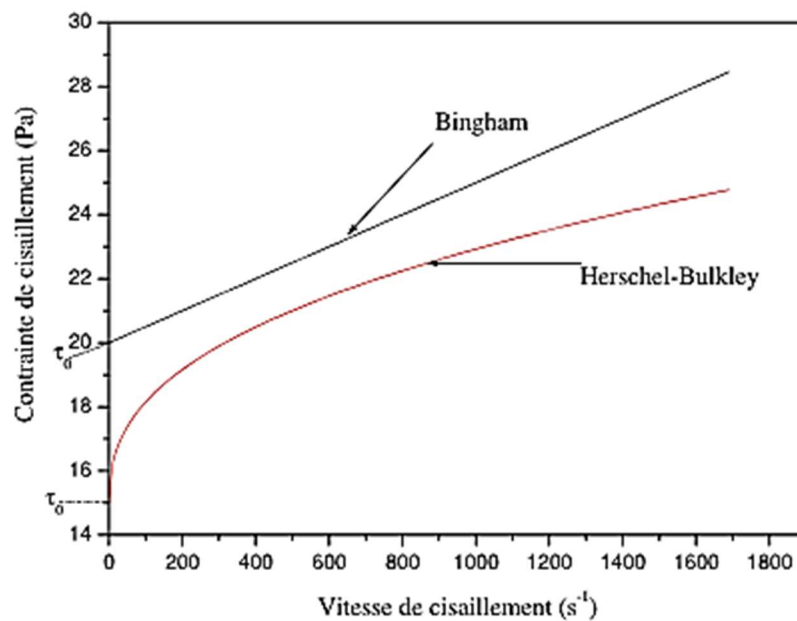


Figure II.5: Courbe d'écoulement d'un fluide à seuil

- **Modèle de Herschel-Bulkley (1926)**

Il est décrit par la loi:

$$\tau = \tau_0 + K\dot{\gamma}^n \quad (\text{II.8})$$

Où k est la consistance du fluide et n l'indice d'écoulement.

- $n < 1$ le fluide est rhéofluidifiant.
- $n > 1$ le fluide est rhéoépaississant

- **Modèle de Bingham (1922)**

La représentation la plus simple d'un fluide à seuil est le « modèle de Bingham »

$$\tau = \tau_0 + \eta_{pl}\dot{\gamma}^n \quad (\text{II.9})$$

Où η_{pl} est la viscosité plastique.

La Figure II.6 représente les rhéogrammes pour les différents comportements usuels décrits ci-dessus.

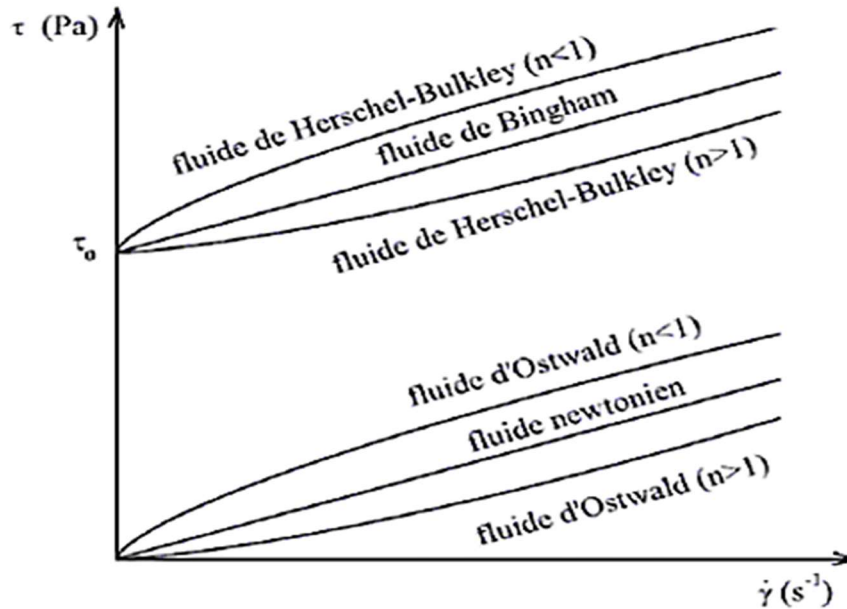


Figure II.6 : Lois de comportement rhéologique usuelles [29]

Tableau II.2 : Les principales lois rhéologiques d'écoulement utilisé pour décrire le comportement de tels fluides à contrainte de seuil

Modèle	Loi rhéologique	paramètres
Bingham	$\tau = \tau_0 + \eta_B \dot{\gamma}$	τ_0 : Contrainte seuil (Pa) η_B : Viscosité plastique (Bingham) (Pa.s)
Herschel-Bulkley	$\tau = \tau_0 + K \dot{\gamma}^n$	τ_0 : Contrainte seuil (Pa) K : Indice de consistance (Pa.s ⁿ) n : Indice d'écoulement (-)
Casson générale	$\tau^n = \tau_0^n + (\eta_C \dot{\gamma})^n$	τ_0 : Contrainte seuil (Pa) η_C : Viscosité plastique (Pa.s) n : Indice d'écoulement (-)
Casson	$\tau^{1/2} = \tau_0^{1/2} + (\eta_C \dot{\gamma})^{1/2}$	τ_0 : Contrainte seuil (Pa) η_C : Viscosité plastique (Pa.s) n : Indice d'écoulement (-)

- Méthodes de détermination de la contrainte de seuil

La méthode classique est la plus simple pour la détermination du seuil de contrainte cette méthode consiste à extrapoler le courbe taux en fonction de gamma point en régime permanent vers les faibles gradients. Dans ce cas la valeur du seuil de contrainte dépend des niveaux de gradients de vitesse les plus faibles pour lesquels ont peut-être obtenues. La valeur du seuil de contrainte peut être déterminée mesures en oscillations. Cette méthode est basée sur l'application d'un balayage en contrainte à une fréquence constante. On étudie la réponse du matériau en observant l'évolution du module élastique en fonction de la contrainte appliquée, puis on trace la variation du module élastique (G') en fonction de la contrainte appliquée en échelle logarithmique. Le seuil de contrainte est correspond à l'abscisse du point d'intersection entre la tangente au palataux et la tangente au point d'inflexion de la courbe $G'=f(\tau)$ (Figure II.7).

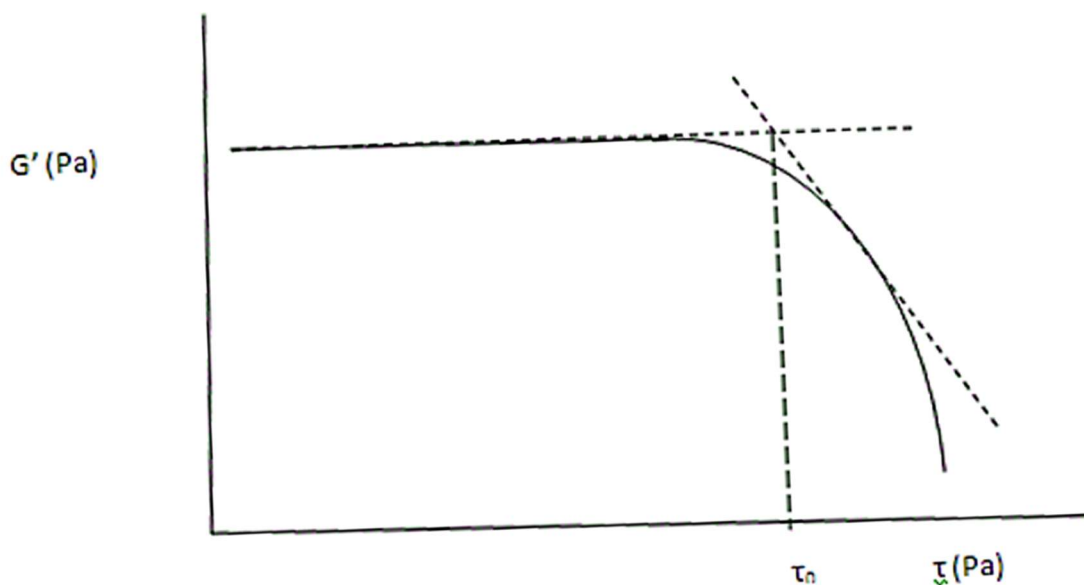


Figure II.7 : Détermination du seuil d'écoulement par les mesures en oscillations.

Une autre méthode consiste à tracer la déformation en fonction de la contrainte en échelle logarithmiques, le seuil de contrainte est correspond à l'abscisse du point d'intersection entre la tangente linéaire et la tangente au point d'inflexion de la courbe $\gamma = f(\tau)$

II.5. La Viscoélasticité

Le caractère viscoélastique est un comportement non-Newtonien très important et très fréquent dans les solutions de polymères. La réponse du fluide à une déformation présente à la fois un aspect élastique (contrainte proportionnelle à la déformation) et un aspect visqueux (contrainte proportionnelle à la vitesse de déformation).

Dans le premier cas, le temps caractéristique de la sollicitation est inférieur à un temps caractéristique du matériau ; les composants élémentaires n'ont pas le temps de se déformer de manière importante et on observe une réponse élastique. Lorsque le temps de sollicitation est plus grand que le temps caractéristique du matériau, la réponse est de type visqueux. Dans ce paragraphe, les propriétés du fluide de Maxwell et du solide de Kelvin-Voigt seront étudiées, puis nous expliciterons le modèle de comportement viscoélastique par la caractérisation à l'aide de deux types d'essais : les essais en oscillation et les essais de fluage.

II.5.1. Cisaillement oscillatoire

Dans un écoulement de cisaillement oscillatoire, on applique une déformation (ou une contrainte) sinusoïdale de pulsation ω . On mesure une contrainte (ou une déformation) elle-même sinusoïdale de pulsation ω dans la mesure où l'amplitude de la sollicitation est faible.

- **Modèle de Maxwell :**

Le modèle de Maxwell représente un fluide viscoélastique et il est schématisé par un ressort idéal de raideur G_m et un amortisseur idéal de constante η_m montés en série pour simuler le comportement élastique et la viscosité Figure II.9. L'amortisseur obéit à la loi de Newton et le ressort à celle de Hooke Équation II.10. C'est-à-dire que la contrainte est reliée à la déformation par l'équation :

$$\tau = G_m \gamma \quad \text{II.10}$$

Les déformations et les vitesses s'ajoutent et les contraintes se conservent.

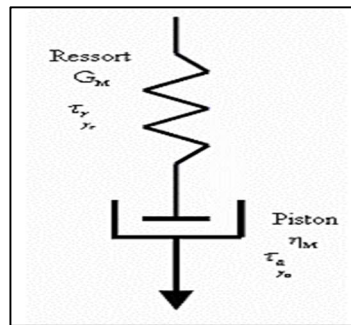


Figure II.8:Modèle de Maxwell [12]

Les modules G' et G'' , sont donnés par :

$$\left(\begin{array}{l} \frac{G'}{G_M} = \frac{\omega^2 t_r^2}{1 + \omega^2 t_r^2} \\ \frac{G''}{G_M} = \frac{\omega t_r}{1 + \omega^2 t_r^2} \end{array} \right)$$

Où t_r , le temps de relaxation est défini par : $t_r = \frac{\eta^*}{G_M}$

La figure II.9 représente G' et G'' en fonction de ω

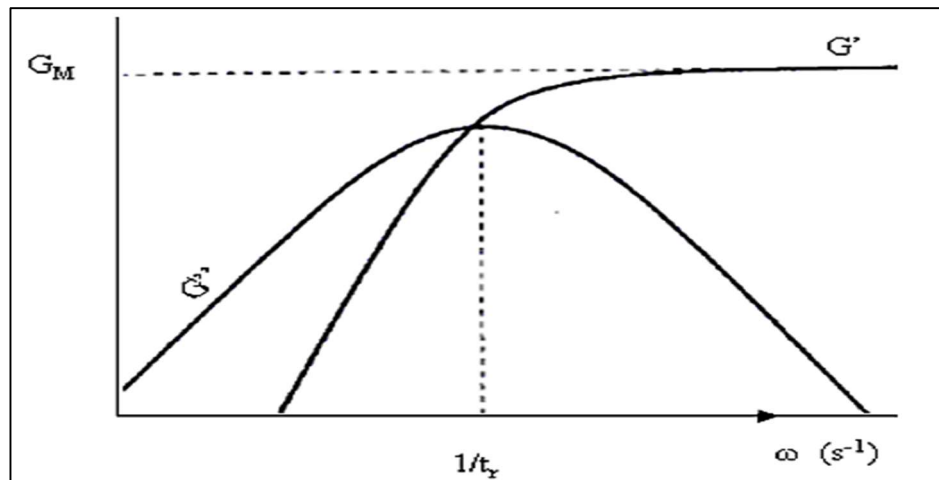


Figure II.9 : Représente G' et G'' en fonction de ω [12]

- **Modèle de Kelvin-Voigt :**

Le modèle le plus simple pour caractériser un solide viscoélastique consiste à additionner les contraintes d'origine élastique et les contraintes d'origine visqueuse:

$$\tau = \tau_{elast} + \tau_{visq} = G\gamma + \eta\dot{\gamma} \tag{II.11}$$

Où G est un module de cisaillement, γ est la déformation et η la viscosité.

Le modèle de Kelvin-Voigt est constitué d'un ressort de raideur G_k et d'un amortisseur de constante η_k montés en parallèle. Les déformations sont celles des éléments eux-mêmes
Figure II.10

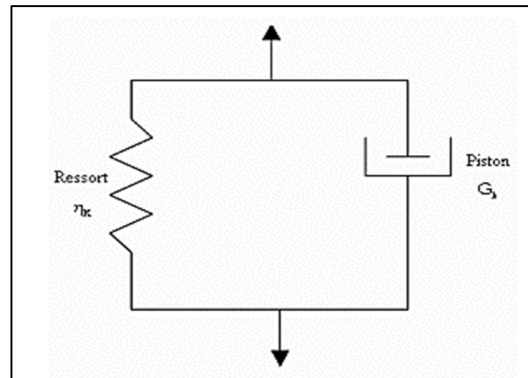


Figure II.10:Modèle de solide viscoélastique de Kelvin-Voigt [12]

II.5.2. Le Fluage

L'essai de fluage consiste à appliquer un échelon de contrainte d'amplitude τ_0 au matériau. La déformation qui en résulte, fonction du temps $\gamma(t)$, est reliée à la contrainte par la complaisance de fluage, notée $J(t)$ par la relation suivante :

$$J(t) = \frac{\gamma(t)}{\tau_0} \quad (\text{II.12})$$

La déformation du matériau qui s'opère après la suppression de la contrainte correspond à la recouvrance.

La complaisance a la dimension inverse de celle de la contrainte (Pa^{-1}).

Pour le solide de Kelvin-Voigt, la fonction fluage s'exprime de la manière suivante :

$$J = \frac{1}{G_k} \times \left[1 - \exp\left(-\frac{t G_k}{\eta_k}\right) \right] = J \left[1 - \exp\left(-\frac{t}{t_r}\right) \right]$$

$J = \frac{1}{G_k}$: est la complaisance élastique et t_r est le temps de retard.

Pour le liquide de Maxwell, la fonction de fluage est :

$$J(t) = \frac{1}{G_M} + \frac{t}{\eta_M} = J_0 + \frac{t}{\eta_M}$$

A des temps longs, le comportement est celui d'un fluide purement visqueux (Newtonien) qui s'écoule. Lorsqu'une contrainte constante est appliquée à ce fluide, la déformation croît linéairement avec le temps : le liquide s'écoule indéfiniment (Figure II.11.b). Si la contrainte est ramenée à 0, la déformation demeure constante et égale à la valeur qu'elle possédait à l'instant. La déformation est donc irré récupérable.

Dans le cas d'un solide parfaitement élastique, la déformation est proportionnelle à la contrainte. Si celle-ci est supprimée, la déformation redevient instantanément nulle. On dit que la déformation élastique est instantanée et récupérable (Figure II.11.a).

Un matériau macromoléculaire présente des propriétés mécaniques situées entre ces deux cas idéaux. [31] La figure 18.c présente un cas type de comportement viscoélastique. La modélisation de la viscoélasticité est basée sur l'association des deux modèles précédents.

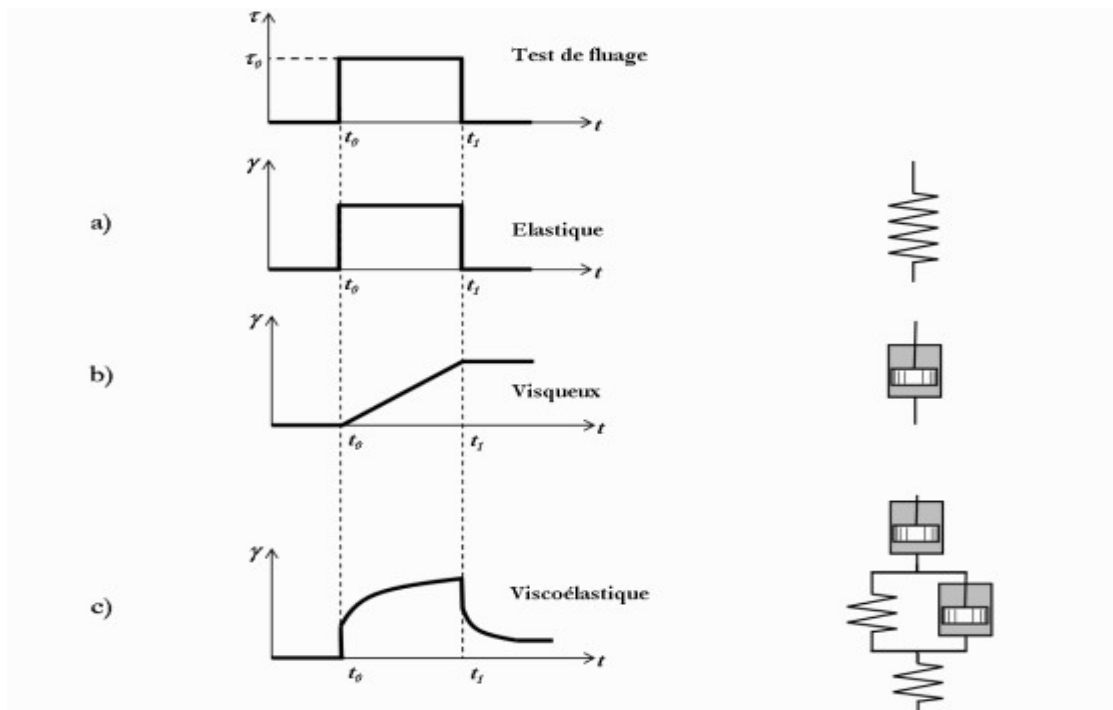


Figure II.11: Comportement en fluage et recouvrance des matériaux [12]

- déformation instantanée: cette grandeur est difficile à obtenir expérimentalement, puisque la mesure peut être influencée par des glissements ou par fracturation de l'échantillon
- déformation retardée
- écoulement

De même, la courbe de recouvrance ($\tau = 0$) peut être subdivisée en deux phases:

La recouvrance instantanée : elle est théoriquement égale à la complaisance instantanée.

La recouvrance retardée : elle est théoriquement égale à la complaisance retardée, si l'on reste dans le domaine de l'élasticité linéaire.

Dans la littérature, on utilise souvent le modèle de Kelvin-Voigt généralisé. Il est constitué de l'association en série d'un liquide de Maxwell et d'un certain nombre de solides de Kelvin-Voigt. La fonction de fluage de cette association en série est égale à la somme des fonctions de fluage des divers éléments, elle s'écrit sous la forme:

$$J(t) = J + \frac{t}{\eta_M} + \sum_{i=1}^n J_i \left(1 - \exp\left(-\frac{t}{t_{ri}}\right)\right)$$

Avec " $t_{ri} = \eta_i / J_i$ ", est le temps de retard de l' $i^{\text{ème}}$ solide de Kelvin-Voigt et n est le nombre des solides de Kelvin-Voigt [32].

II.6. Les solutions de polymères

Un polymère peut être défini comme, une macromolécule organique ou inorganique, naturelle ou synthétique, constituée de l'enchaînement répété d'un ou de plusieurs types de motifs élémentaires, appelé monomère, dont la masse et la longueur sont bien déterminées.

Le comportement hydrodynamique d'une solution de polymère dépend des interactions polymère – solvant, et des interactions polymère – polymère à partir d'une certaine concentration critique. [12]

II.6.1. Historique

Le terme de polymère est très ancien puisque, des 1866, Berthelot mentionnait que « le styrolène (aujourd'hui appelé styrène), chauffé à 200°C pendant quelques heures, se

transforme en un polymère résineux ». N'était-ce pas le premier polymère synthétique reconnu ? C'est probable.

Il n'en demeure pas moins que la notion de polymère, dans le sens que nous lui donnons Aujourd'hui, a du attendre les années 1920, avec les travaux de H. Staudinger (prix Nobel 1953), pour être acceptée et ce n'est qu'au cours de la décennie suivante que la théorie « macromoléculaire » a définitivement triomphé de la théorie « micellaire » à laquelle elle était opposée.

Entre-temps, et alors que les polymères naturels avaient depuis toujours été utilisés par l'Homme, les polymères artificiels et synthétiques avaient conquis leur droit de cité ; ils étaient employés comme succédanés de substances rares ou coûteuses (celluloïd pour le remplacement de l'ivoire, soie artificielle...) ou comme matériaux présentant des propriétés nouvelles susceptibles d'engendrer de nouvelles applications (ébonite, bakélite...). [37]

La variété des polymères synthétiques découverts par H. Staudinger est impressionnante et nombre de matériaux polymères couramment utilisés de nos jours ont été préparés pour la première fois par ce chercheur génial. Ses travaux n'ont pas tardé à retenir l'attention des chercheurs et industriels de la chimie et, dès 1933, la firme ICI, au Royaume-Uni, a pu obtenir un polyéthylène (dit « basse densité ») dont la production mondiale annuelle est encore de plusieurs dizaines de millions de tonnes.[38] A peu de temps de là (1938), des chercheurs de la firme Du Pont de Nemours conduits par W. Carothers, après quelques désillusions dans le domaine des polyesters aliphatiques, découvraient les polyamides (baptisés du nom de nylons) et démontraient que les chimistes polyméristes étaient capables d'inventer des matériaux de caractéristiques mécaniques supérieures à celles des matériaux naturels.

A la fin de la Seconde Guerre mondiale, les polymères avaient montré leur capacité à se substituer à de nombreux matériaux traditionnels mais n'avaient cependant pas réussi à se débarrasser d'une réputation de médiocre qualité des objets qu'ils servaient à fabriquer. Des investigations, menées tant dans les laboratoires académiques que dans les centres de recherche industriels, ont abouti à des améliorations surprenantes de nombreuses propriétés et les polymères ont maintenant pénétré les différents aspects des technologies les plus avancées. Quelques noms de chercheurs, retenus par les jurés du prix Nobel, sont restés célèbres :

Outre Staudinger, on peut citer Ziegler et Natta, Flory ainsi que McDiarmid, Shirakawa, Heeger et enfin, très récemment, Chauvin, Grubbs et Schrock. Les Français ne peuvent pas ignorer le patronyme du physicien Pierre-Gilles de Gennes, dont les polymères n'ont pas été

le seul centre d'intérêt mais dont une partie de la notoriété est due aux travaux qu'il a réalisés dans ce domaine. Très nombreux sont les chercheurs dont le nom n'est connu que des seuls spécialistes mais qui ont apporté leur pierre à l'édifice de la science des polymères. Celle-ci est fortement soutenue par l'industrie car l'importance économique de ces matériaux est telle qu'elle surpasse celle de tous les autres secteurs de l'industrie chimique. Les polymères sont partout ; ils sont utilisés dans tous les aspects de la vie quotidienne et il n'est plus question de les ignorer.

Avec l'amélioration de leurs propriétés, ils ont perdu leur mauvaise réputation et, plus que jamais, on peut dire : « Il n'y a pas de mauvais polymères, on n'en connaît que de mauvaises applications ».

II.6.2 Quelques définitions

Qu'appelle-t-on polymère ? Plusieurs réponses peuvent être fournies mais, pour l'instant, seule l'une d'elles est donnée. La définition la plus généralement acceptée est celle d'un système formé par un ensemble de macromolécules, c'est-à-dire d'entités moléculaires de grande taille, issues de l'assemblage covalent d'un grand nombre d'unités répétitives plus communément appelées unités (ou motifs) monomères. Les édifices macromoléculaires ainsi définis ont des dimensions moléculaires (caractérisées par leur masse molaire) très supérieures à celles des molécules simples ; il en résulte, pour le polymère résultant, des propriétés nouvelles utilisables, en particulier, dans le domaine des matériaux structuraux.[40]

Il n'est pas possible de définir avec précision le passage de l'état simple à l'état macromoléculaire ; en effet, selon la propriété considérée, l'état macromoléculaire exerce son effet pour une masse molaire plus ou moins élevée. Pour fixer les idées, l'ordre de grandeur des masses molaires de la plupart des polymères linéaires produits industriellement est de $\sim 10^5 \text{ g.mol}^{-1}$. [40]

Remarques

a) Les termes « polymère » et « macromolécule » sont souvent confondus. Certains spécialistes réservent préférentiellement le terme « macromolécule » aux composés d'origine biologique souvent plus complexes, dans leur structure moléculaire, que les polymères synthétiques. Pour notre part, nous utiliserons indifféremment les deux termes.

b) Les termes « monomère » et « polymère » sont, à la fois, adjectifs et substantifs.

Le nombre d'unités monomères constitutives d'une chaîne polymère est appelé le degré dépolymérisation (DP) ; il est directement proportionnel à la masse molaire du polymère.

L'assemblage, au sein d'une chaîne macromoléculaire, d'un petit nombre d'unités monomères, est appelé séquence et les premiers termes de la série des séquences sont désignés par diade, triade, tétrade, pentade, etc. Les chaînes constituées d'un petit nombre d'unités monomères sont appelées oligomères ; typiquement, les degrés de polymérisation des oligomères varient de 2 à quelques dizaines.

Remarque

Le symbole recommandé par l'IUPAC pour désigner le nombre moyen d'unités monomères est \bar{X}_n , DP étant l'abréviation de degré de polymérisation.

Les polymères synthétiques sont issus de réactions dites de polymérisation, qui transforment des molécules simples appelées molécules monomères (ou monomères) en un assemblage covalent d'unités monomères ou polymères. Lorsqu'un polymère est issu de la polymérisation de plusieurs monomères (désignés dans ce cas par comonomères) de structure moléculaire différente, on le désigne par le terme copolymère. [41]

L'assemblage covalent des unités monomères peut faire intervenir un nombre variable de liaisons ; ce nombre est appelé valence, terme préférable à celui de fonctionnalité dont l'utilisation peut prêter à confusion. Les unités monomères peuvent donc être mono-, di-, tri- ou tétravalentes et les molécules monomères dont elles sont issues sont elles aussi qualifiées de mono-, di-, tri- ou tétravalentes. La valence moyenne des unités monomères d'un système macromoléculaire détermine sa dimensionnalité. [42]

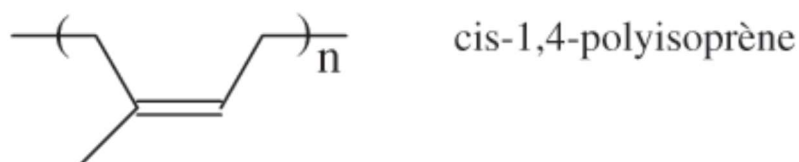
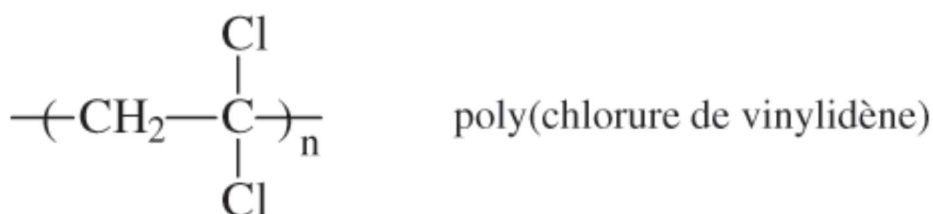
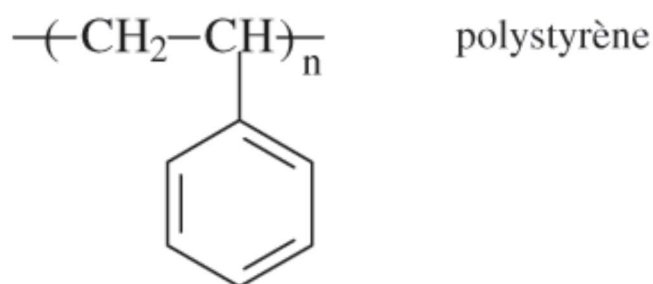
Remarque :

Le terme valence, appliqué aux molécules monomères ou bien aux unités monomères, est proposé par analogie avec la valence des atomes qui correspond au nombre d'orbitales mises en jeu dans les liaisons. La valence d'une unité monomère correspond ainsi au nombre de liaisons covalentes qu'elle établit avec les unités monomères voisines.[43]

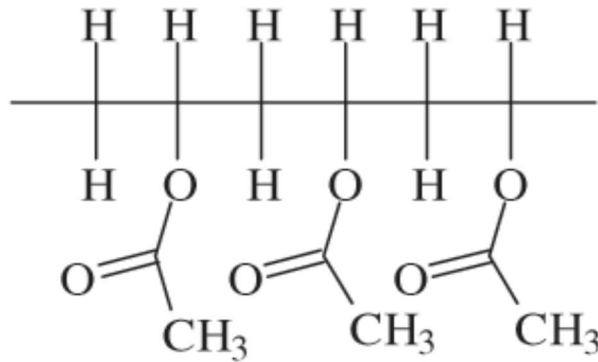
II.6.3 Représentation des polymères

Quel que soit le niveau de structure auquel on s'adresse, on peut avoir à sa disposition une représentation adaptée. Pour figurer le simple état macromoléculaire, une ligne continue, telle celle dessinée sur la figure I.12 pour représenter un polymère linéaire, est suffisante ; pour des architectures plus complexes, on peut aussi utiliser ce mode de représentation.

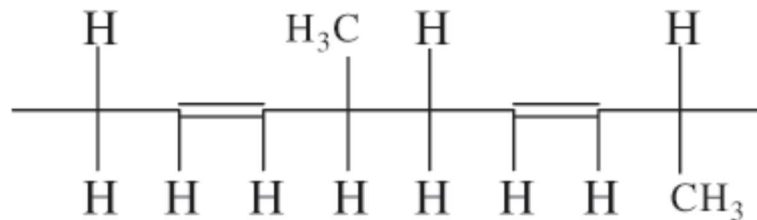
Lorsque la structure chimique du composé macromoléculaire est concernée, la chaîne est figurée par l'unité monomère mise entre parenthèses et affectée de l'indice n , lequel correspond au degré de polymérisation ; cette représentation revient à négliger les extrémités des chaînes, obligatoirement différentes, ainsi que les éventuelles imperfections de la structure moléculaire des enchainements. Les trois exemples suivants utilisent les conventions habituelles de la chimie organique :



Pour mettre en évidence une propriété structurale configurationnelle, on fait appel aux conventions de Fischer, classiquement utilisées en chimie organique, avec rotation de $\pi/2$ de la droite figurant la chaîne principale. Cependant, avec les polymères, ce sont les configurations relatives des unités monomères qui sont généralement considérées, ce qui implique que plusieurs de ces unités soient représentées. Les deux exemples ci-après prennent en compte ces conventions :

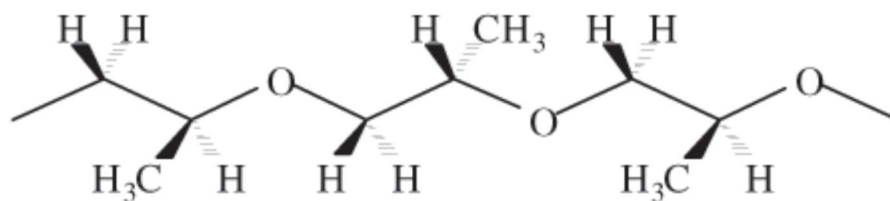


Séquence de trois unités successives (triade) de poly(acétate de vinyle) présentant la même configuration.



Séquence de deux unités successives (diade) de cis-1,4-polybutadiène, présentant des chiralités opposées et des configurations géométriques identiques.

La méthode de représentation ci-dessus est d'une utilisation plus aisée que celle mettant en œuvre les principes établis par Cram, dont un exemple est cependant donné ci-après :



Triade [S][S][S] de poly(oxyde de propylène).

II.6.4 Classification des polymères organiques

II.6.4.1 Selon leur origine

On peut les classer en trois catégories :

- les polymères naturels sont issus des règnes végétal ou animal. Leur importance est considérable mais ils ne seront que succinctement décrits dans la première partie de cet ouvrage. On peut cependant mentionner, dans cette catégorie, la famille des polysaccharides (cellulose, amidon...), celle des protéines (laine, soie...), le caoutchouc naturel, etc.

- les polymères artificiels sont obtenus par modification chimique de polymères naturels, de façon à transformer certaines de leurs propriétés ; les esters cellulosiques (nitrocellulose, acétate de cellulose...) ont toujours connu une certaine importance économique ; [44]

- les polymères synthétiques, totalement issus du génie de l'Homme, sont obtenus par polymérisation de molécules monomères. Leur variété est extrême et ce sont eux qui seront le plus souvent considérés dans la suite de cet ouvrage.[45]

II.6.4.2 Selon leur domaine d'application

Il est difficile de proposer une classification exhaustive tant la variété des propriétés multiplie les applications des polymères, comme matériaux en particulier. Il est cependant possible de regrouper les polymères en trois grandes catégories :

- les polymères de grande diffusion (encore appelés polymères de commodité), dont la production annuelle s'évalue en millions de tonnes, sont devenus d'un emploi quotidien. Le polyéthylène, le polystyrène, le poly (chlorure de vinyle) et quelques autres sont à classer dans cette catégorie ; ils présentent une importance économique considérable ;[46]

- les polymères techniques ont des caractéristiques mécaniques qui leur permettent de se substituer, de plus en plus, aux matériaux traditionnels (métaux, céramiques...) dans de nombreuses applications ; les polyamides, les poly acétals... font partie de cette famille ;

- les polymères spéciaux (ou polymères de fonction) présentent généralement une propriété spécifique qui induit leur utilisation pour une application particulière. C'est dans cette catégorie que se trouvent les polymères conducteurs, photoactifs, thermostables, adhésifs, etc.

Tous les spécialistes ne donnent pas la même définition à chacune de ces catégories même s'ils s'accordent sur les termes ; un choix a été fait dans le cadre de cet ouvrage, qui veut être une proposition.

II.6.4.3 Selon leur structure (dimensionnalité) :

Les polymères peuvent encore être classés en trois catégories :

- celle des polymères linéaires (ou monodimensionnels), pour lesquels chaque chaîne macromoléculaire est constituée d'un nombre (éventuellement) élevé mais fini d'unités monomères ; de tels systèmes correspondent à la polymérisation de monomères bivalents et une macromolécule linéaire peut être très schématiquement représentée par un trait continu divisé en intervalles figurant chacun une unité monomère (figure II.12) ; un ensemble de chaînes polymères est constitué d'entités de longueur variable, propriété désignée par le terme *dispersité* (Terme récemment proposé par la commission de nomenclature de l'IUPAC) ;[47]

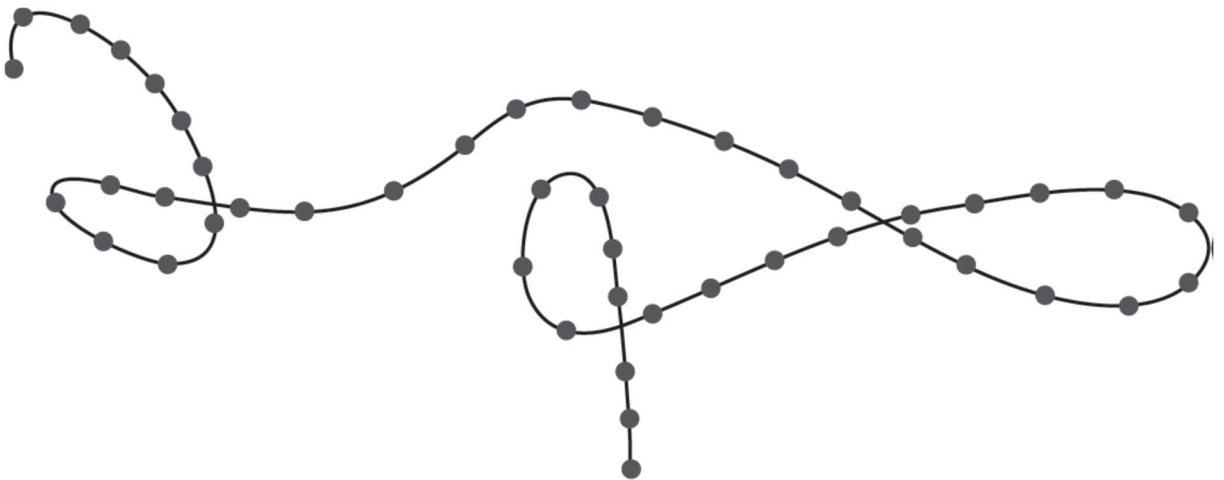


Figure II.12 – Représentation de la chaîne d'un polymère linéaire.

- celle des polymères bidimensionnels, dont certains peuvent être produits par la nature (carbone graphite, kératine...) ; dans le domaine des polymères synthétiques ce sont encore des curiosités de laboratoire. Ils se présentent sous la forme de feuillets bidimensionnels, d'épaisseur comparable à celle des molécules simples (figure II.13) ;

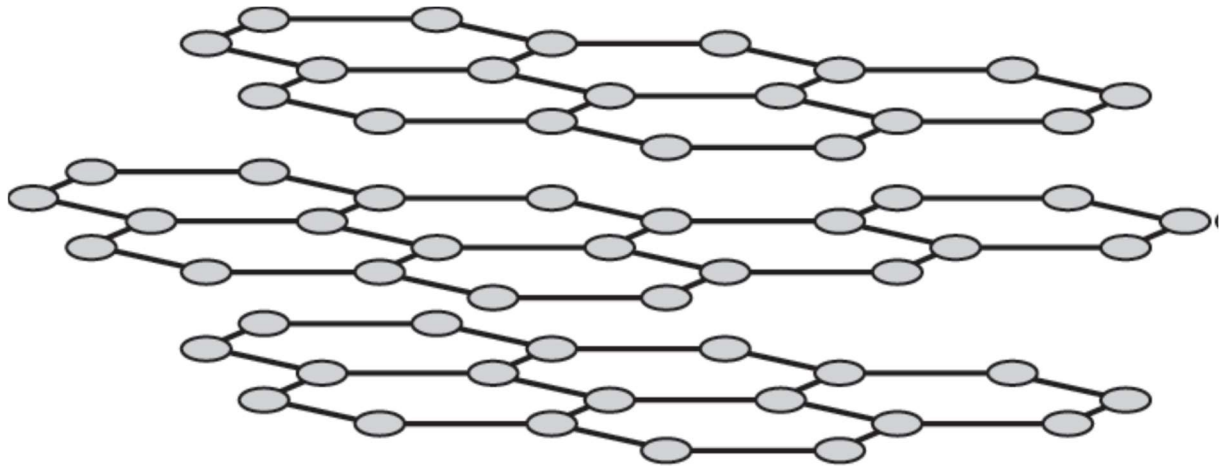


Figure II.13 : Représentation schématique d'un polymère bidimensionnel, ici le carbone graphite.

- celle des polymères tridimensionnels naturels (lignine...) ou bien résultant de la polymérisation de monomères dont la valence moyenne est supérieure à deux ; ils peuvent aussi être obtenus par la réticulation (formation d'un réseau tridimensionnel), par voie physique ou chimique, de polymères linéaires.[48] 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 et un élément de volume d'un tel système est représenté comme sur la figure II.14.

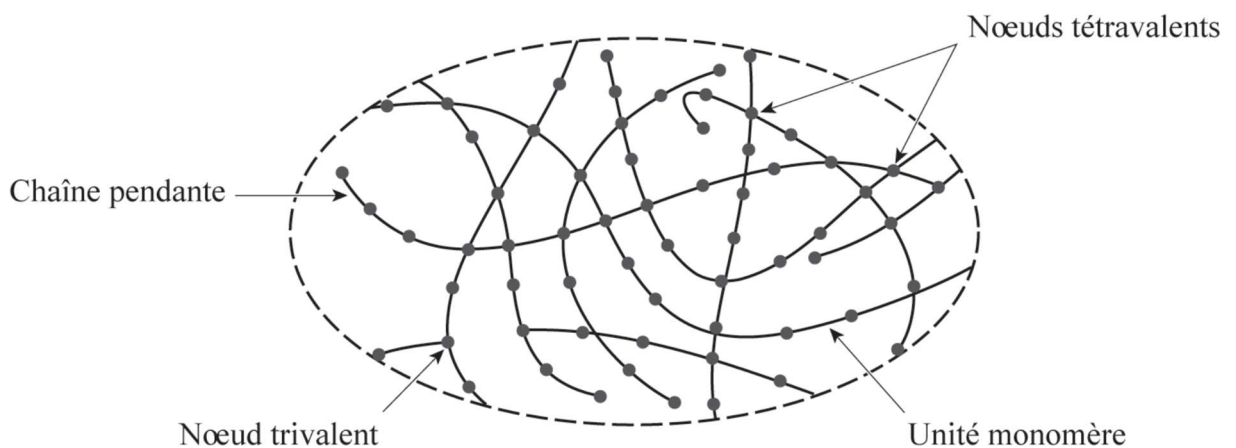


Figure II.14 : Représentation schématique d'un polymère tridimensionnel.

Cette dernière classification est extrêmement importante puisque toutes les propriétés des systèmes macromoléculaires, les propriétés mécaniques en particulier, sont très fortement

influencées par leur dimensionnalité. Pour bien le souligner, les monographies des familles des polymères synthétiques correspondants, seront présentées dans deux chapitres différents.

Remarque

Indépendamment de leur dimensionnalité ou de leur topologie, les polymères synthétiques peuvent être séparés, selon leur structure moléculaire, en homopolymères et en copolymères.

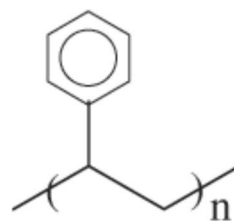
II.6.5 Désignation des polymères

Il existe trois façons de procéder, toutes trois couramment utilisées. Certaines revues scientifiques imposent l'emploi de la nomenclature officielle alors que les milieux industriels préfèrent utiliser les sigles, plus simples mais plus ambigus dans leur mise en œuvre. [49]

II.6.5.1 Nomenclature officielle

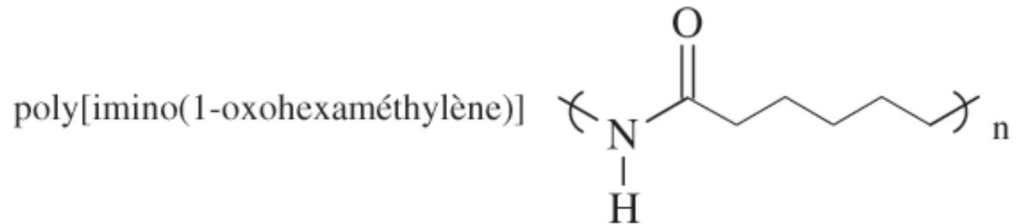
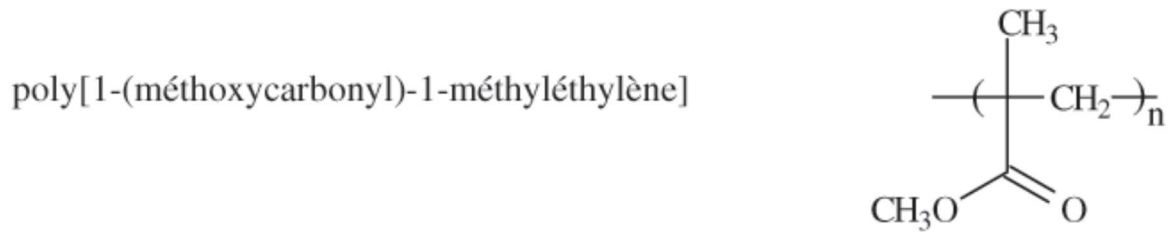
Elle suit les recommandations de l'Union internationale de chimie pure et appliquée (IUPAC) et consiste à désigner l'unité monomère selon les règles en vigueur pour la chimie organique et, après mise entre parenthèses, à faire précéder ce nom du préfixe « poly ». Par exemple :

poly(1-phényléthylène)



poly(méthylène)

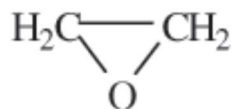




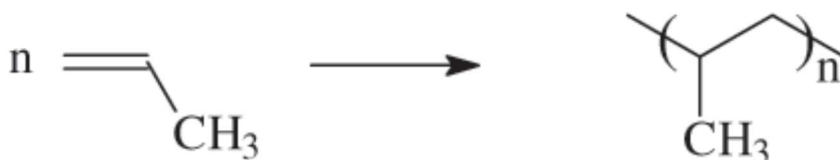
Cette méthode est fondée sur la structure du polymère, quelle que soit la voie suivie pour l'obtenir. [49]

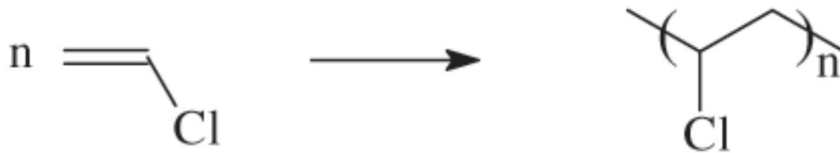
II.6.5.2 Désignation selon le type de polymérisation

Elle est la plus fréquemment utilisée et se réfère à la méthode mise en œuvre pour obtenir le polymère ; elle est donc le reflet du processus de polymérisation. Ainsi, le poly(oxyde d'éthylène), $\text{-(CH}_2\text{-CH}_2\text{-O)}_n$, est issu de la polymérisation de l'oxyde d'éthylène :



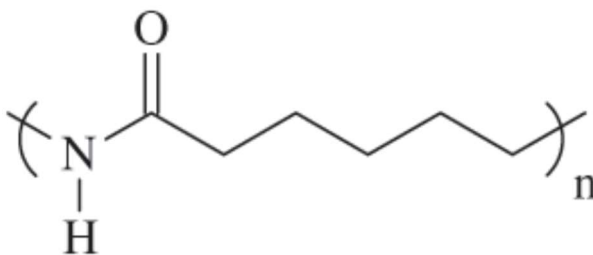
Le polyéthylène $\text{-(CH}_2\text{-CH}_2\text{)}_n$ est obtenu par polymérisation de l'éthylène $\text{H}_2\text{C=CH}_2$ (qui devrait être appelé *ethene*). Le polypropylène et le poly(chlorure de vinyle) résultent respectivement de la polymérisation du propylène (*propène*) et du chlorure de vinyle : [50]



*Remarques*

a) Lorsque le nom du monomère est formé de plusieurs mots, il est mis entre parenthèses et précède de « poly ».

b) Un même polymère peut avoir plusieurs noms s'il existe plusieurs méthodes pour le synthétiser. Ainsi, le polyamide ci-dessous,



dont le sigle est PA-6, peut s'appeler poly caprolactame ou poly(ϵ -capramide) selon qu'il est obtenu par polymérisation en chaîne du caprolactame ou par polycondensation sur lui-même de l'acide- ϵ -aminocaproïque. [52]

c) Les polymères naturels possèdent chacun un nom qui leur est propre : cellulose, keratine, lignine...

II.6.5.3 Désignation par sigles

Pour les polymères les plus courants, une troisième méthode, utilisant des sigles, est fréquemment utilisée ; ceux-ci pourront désigner :

- soit un polymère bien particulier :

PVC pour le poly (chlorure de vinyle),

PS pour le polystyrène, etc. ;

- soit une famille de polymères :

PUR pour les polyuréthanes,

UP pour les polyesters insaturés, etc.

Les sigles peuvent aussi servir à faire ressortir une particularité structurale ; ainsi, UHMWPE désigne un polyéthylène de masse molaire ultra-élevée, alors que le polyéthylène « générique » est simplement désigné par PE. PPI désigne le polypropylène isotactique. [51]

D'autres exemples de ces différentes désignations seront donnés ultérieurement, en particulier dans le chapitre 3 qui traite de la structure moléculaire des polymères, mais le tableau 1.2 regroupe, d'ores et déjà, les trois types d'appellation pour quelques polymères importants et/ou significatifs.

Remarques

a) Les sigles NR et BR, qui désignent respectivement le poly isoprène naturel et le polybutadiène, correspondent respectivement à l'abréviation de naturel rubber (caoutchouc naturel) et à celle de butadiène rubber (caoutchouc de butadiène).

b) En général, les chaînes des poly diènes synthétiques contiennent des proportions variables de motifs de type 1,2 et 1,4 et 3,4.

c) Les désignations des polymères autres que les homopolymères linéaires font l'objet de règles particulières. Certaines d'entre elles seront données au moment de la présentation de la structure correspondante.

II.6.6. Cohésion des polymères :

La plupart des propriétés des polymères, qui sont exploitées dans une très grande variété d'applications, sont étroitement liées à leur cohésion. Celle-ci dépend essentiellement de l'intensité des interactions moléculaires qui se développent entre groupements moléculaires.

Considérées individuellement, ces interactions ne sont pas plus énergétiques que celles qui se développent dans les systèmes moléculaires simples ; mais, dans les systèmes polymères, la multiplicité des groupements interactifs et les forces qu'ils engendrent par leur répétition le long d'une même chaîne correspondent à des énergies cohésives considérables, responsables des propriétés mécaniques particulières des matériaux qui en sont issus. [53]

II.6.6.1 Interactions moléculaires (Rappels)

Trois types d'interactions peuvent servir pour donner de la cohésion aux polymères.

II.6.6.1.1 Interactions de van der Waals

Ce sont des forces d'attraction entre dipôles qui peuvent avoir différentes origines. Les forces de Keesom correspondent à l'attraction mutuelle de deux dipôles permanents. L'énergie de l'interaction (ϵ_K) est donnée par la relation [54][55]

$$\epsilon_K = - (2\mu\mu^4/3RT) r^{-6}$$

Dans laquelle μ est le moment dipolaire du groupement moléculaire polarisé, r la distance inter dipolaire, R la constante des gaz parfaits et T la température absolue.

On rencontre ces interactions dans les polymères qui possèdent des groupements polaires tels les poly(acrylates d'alkyle), les esters cellulosiques, etc. L'énergie de cohésion correspondante varie de $\sim 0,5$ à 3 kJ.mol^{-1} . La figure II.15 schématisé une telle interaction dans un polyester : [57]

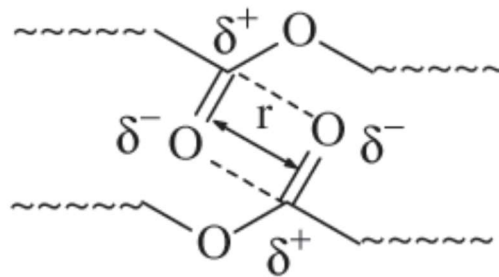


Figure II.15 : Interaction de Keesom dans un polyester linéaire.

Les forces de Debye (ou forces d'induction) correspondent à l'attraction mutuelle d'un dipôle permanent avec le dipôle qu'il induit sur un groupement moléculaire polarisable voisin :

$$\epsilon D = -2\alpha\mu^2 r^{-6}$$

α étant la polarisabilité du groupement moléculaire polarisable. L'énergie de cohésion correspondante varie de $0,02$ à $0,5 \text{ kJ mol}^{-1}$. La figure II.16 donne un exemple d'une telle interaction. [56]

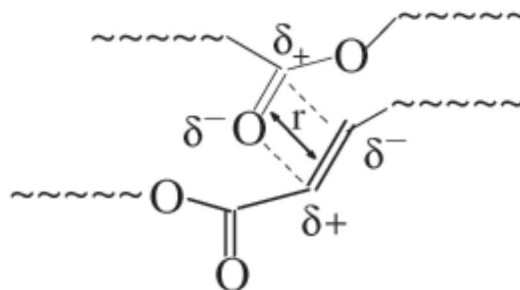


Figure II.16 : Interaction de Debye dans un polyester insaturé.

Les forces de London (ou forces de dispersion) résultent de la dissymétrie de la configuration électronique instantanée des atomes. L'énergie développée entre deux dipôles instantanés est donnée par

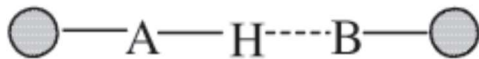
$$\epsilon_L = -3/2[\alpha_1\alpha_2 I_1 I_2 / (I_1 + I_2)] r^{-6}$$

Relation dans laquelle α_1 et α_2 représentent les polarisabilités des groupements interactifs, I_1 et I_2 les énergies d'ionisation correspondantes. Ces forces sont plus énergétiques que les précédentes (0,5 à 30 kJ.mol⁻¹) et interviennent dans tous les composés, en particulier ceux qui ne possèdent pas de groupements polaires (polyéthylène, polybutadiène...).

Quel qu'en soit le type, on remarque que l'énergie des interactions de van der Waals est toujours proportionnelle à r^{-6} , ce qui permet d'expliquer l'influence majeure des arrangements intra- et inter macromoléculaires sur la cohésion des systèmes polymères. [58]

II.6.6.1.2 Liaisons hydrogène

Les liaisons hydrogène se différencient des interactions de van der Waals par leur intensité. On peut leur attribuer une origine électrostatique ou ionique et même, dans certains cas, covalente. Elles se développent entre un atome d'hydrogène porté par un atome d'un élément fortement électronégatif (F, O ou N) et un autre groupement moléculaire contenant un atome fortement électronégatif (O, N, F... et parfois Cl).



(A et B sont des éléments fortement électronégatifs)

Quelle qu'en soit l'origine, ces liaisons H représentent une énergie qui peut varier de 5 à 40 kJ.mol⁻¹, valeur élevée trouvant sa cause dans la forte polarité des liaisons mises en jeu et la petite taille de l'atome d'hydrogène qui permet son rapprochement des groupes interactifs. Les liaisons H induisent des cohésions particulièrement élevées dans les matériaux polymères qui les contiennent. De telles interactions se développent dans les protéines et le chimiste a copié la nature lorsqu'il a synthétisé les polyamides (figure II.17). L'existence de ces liaisons H permet aussi d'expliquer la grande ténacité des fibres à base de cellulose ainsi que leur hydrophilie élevée malgré leur insolubilité dans l'eau. [60]

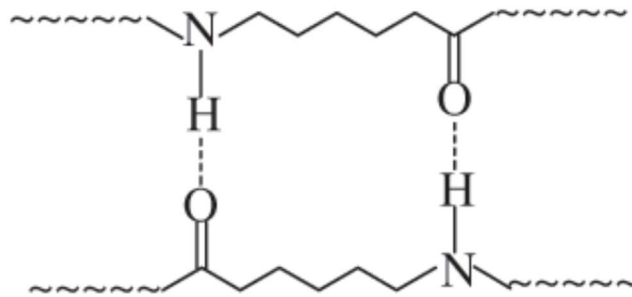


Figure II.17 : Liaisons hydrogène dans le poly caprolactame (PA-6).

II.6.6.1.3 Liaisons ioniques

Les liaisons de ce type sont parfois créées pour accroître la cohésion des polymères. Ceux-ci sont alors appelés ionomères. Lorsque les anions (carboxylates, sulfonates...) sont associés à des cations monovalents, ils génèrent des paires d'ions qui s'assemblent en agrégats, conduisant ainsi à une réticulation physique des systèmes macromoléculaires. Lorsque ces anions sont associés à des cations bivalents (Ca^{++} , Zn^{++} ...), ces derniers forment, en plus des agrégats, des ponts entre les chaînes. Par exemple, l'acide acrylique peut être copolymères avec un ester (méth) acrylique pour donner, après traitement par un sel de zinc, un pontage ionique entre les chaînes (figure II.18). [61]

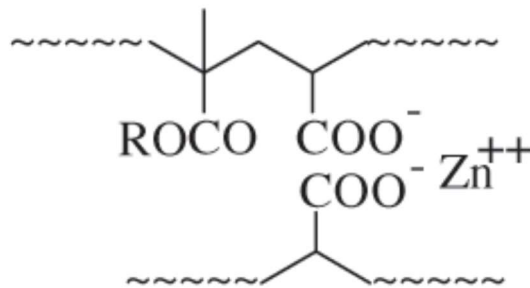


Figure II.18 : Liaisons ioniques dans un copolymère (méth) acrylique portant des Groupements carboxylate de zinc.

II.6.6.2 Énergie de cohésion des polymères

De nombreuses propriétés physiques et mécaniques de la matière à l'état condensé sont déterminées par l'intensité des interactions moléculaires qu'elle développe en son sein. Pour connaître quantitativement leur influence, on a été conduit à définir la notion d'énergie cohésive. [62]

Pour un liquide, l'énergie cohésive *molaire* (E_{co}) peut être définie comme l'énergie molaire nécessaire à la rupture de toutes les interactions moléculaires et il est possible de la relier à la chaleur d'évaporation ΔH_{vap} par

$$E_{co} = \Delta H_{vap} - RT$$

RT correspondant au travail des forces de pression.

La qualité des interactions moléculaires est évaluée au moyen de la cohésion spécifique ou densité d'énergie cohésive. [65][66]

$$e = E_{co}/V$$

(V = volume molaire en $\text{cm}^3 \cdot \text{mole}^{-1}$)

Ou bien encore par le paramètre de solubilité δ (théorie de Hildebrand) :

$$\delta = (E_{co}/V)^{1/2} = e^{1/2}$$

Pour les composés simples, E_{co} peut être calculée soit à partir de la chaleur d'évaporation soit au moyen de la variation de tension de vapeur avec la température. Pour les composés macromoléculaires, la volatilité est négligeable et le passage à l'état gazeux par élévation de la température ne pourrait résulter que d'une dégradation par rupture des liaisons covalentes et formation de petites molécules. La mesure d' E_{co} nécessite donc l'utilisation de méthodes indirectes: comparaison des gonflements ou bien dissolution dans des liquides de paramètre de solubilité connu. Si on admet que l'énergie de cohésion est une grandeur additive, E_{co} est égale à la somme des contributions des différents groupements constitutifs du motif monomère. Connaissant l'énergie de cohésion due à chaque groupement, il devrait ainsi être possible de calculer E_{co} . En réalité, on a pu montrer que ce ne sont pas les énergies de cohésion molaires qui sont additives, mais la valeur. [63][64]

$$F = (E_{co}V)^{1/2} (298^\circ\text{K})$$

que l'on appelle *constante d'attraction molaire*. Par exemple,

$$F_{\text{CH}_2} = 263 \text{ J}^{1/2} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{3/2}$$

$$F_{\text{C=O}} = 526 \text{ J}^{1/2} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{3/2}$$

$$F_{\text{C=N}} = 708 \text{ J}^{1/2} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{3/2}, \text{ etc.}$$

II.7. Les comportements de polymères

Nous nous limiterons ici au cas le plus simple concernant les polymères linéaires flexibles, formés par la répétition d'un même motif. Les polymères en solution aqueuse sont très variables. Ils ont été classés sous différentes catégories selon plusieurs paramètres, tel que leurs structures et leurs natures. Les polymères peuvent ainsi être d'origine naturelle

(bactérienne, animale ou végétale) ou synthétique, neutres ou chargés, flexibles ou rigides. Certains en solution aqueuse, portent des charges positives ou négatives. [12] Une fois dissout dans un solvant polaire comme l'eau, le polymère se dissocie, et on voit alors apparaître des charges sur son squelette et des contre ions en solution. La charge est dépendante des groupements chimiques présents et du pH de la solution. Ces ions agissent en solution les uns avec les autres par les forces électrostatiques. [29]

II.8. Le système bentonite-eau

Les particules de la bentonite présentent une grande affinité pour l'eau qui s'exprime d'une part par la quantité d'eau qu'est susceptible de retenir l'argile et d'autre part par l'énergie avec laquelle cette eau est retenue. Ce phénomène d'ordre capillaire résultant de la granulométrie fine des particules ainsi que de la présence de charges à la surface des feuillets vont contribuer à accentuer les interactions bentonite-eau. Pour comprendre cela, on s'intéresse à l'échelle des particules où 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 [19]. Les particules sont plus ou moins épaisses, selon la nature du cation compensateur et les propriétés physico-chimiques de la bentonite. [12]

Les particules sont séparées les unes des autres par une quantité d'eau, relativement importante, 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 entre feuillets que l'on détaillera par la suite [Luckham et Rossi (1999)]. Comme cela a été expliqué plus haut, les particules ainsi connectées forment des agrégats ou des super-agrégats suivant la densité des suspensions. Cette organisation est caractéristique de ce qu'on appelle "milieu granulaire".

Lorsque l'hydratation se poursuit par le gonflement des particules, on désigne l'état de la bentonite hydratée sous le terme de "gel". Ces types de 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). L'ensemble forme un réseau très souple, aux propriétés importantes de viscosité et de thixotropie. [17,18]

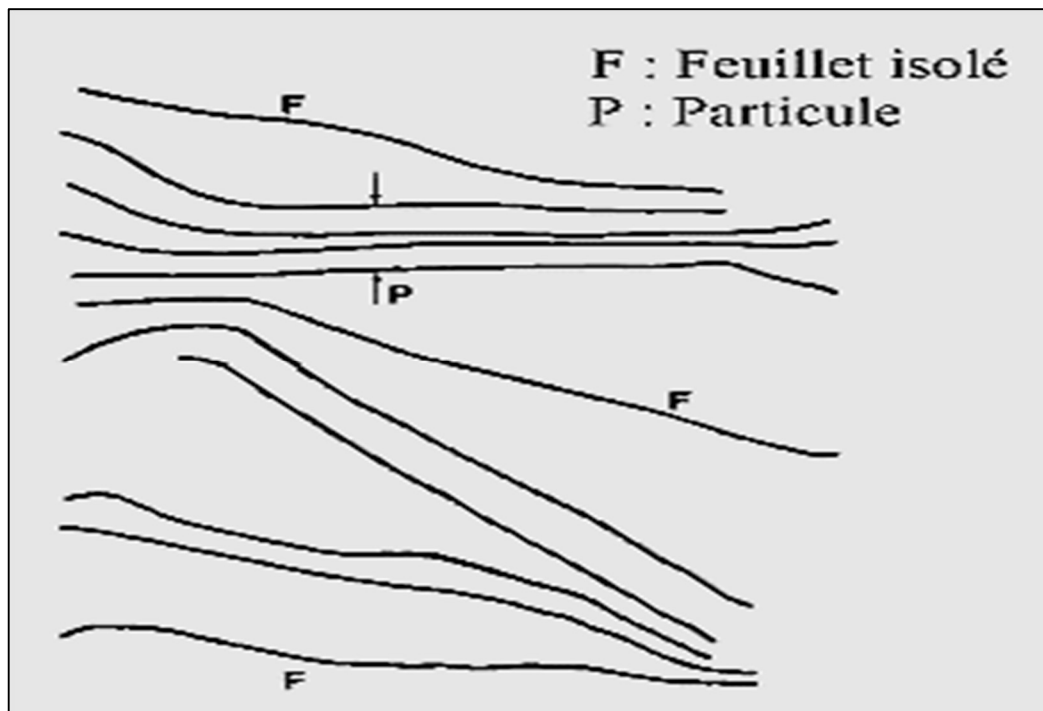


Figure.19 : Représentation schématique de l'état gel [17]

II.8.1. Mécanismes de l'endommagement de formations

- **Gonflement des argiles**
- Le problème posé par le gonflement des argiles lors du forage dans les formations argileuses semble étroitement lié aux phénomènes d'interactions argile -fluide de forage. L'instabilité des formations argileuses varie selon la nature (eau, autre solvant) et l'état physique de ces fluides, Lors du contact argile-eau. Malgré de nombreuses études fondamentales sur l'hydratation des argiles, il reste encore beaucoup à comprendre sur les mécanismes qui en sont à l'origine. Van Oort (2003) a proposé de classer les problèmes liés aux argiles selon la teneur en eau, la pression de gonflement et la pression de pore en considérant une quantification du phénomène de transport sur le changement chimique et sur la stabilité mécanique de la roche.
- Un fluide de forage idéal donnant une bonne stabilité est obtenu
 - en évitant l'augmentation de la pression de pore due à l'altération du fluide,
 - en réduisant l'effet osmotique causé par l'ajout de sel au fluide et iii) en utilisant des fluides émulsionnés inverses (Muniz et al. 2004).

- Les phénomènes physico-chimio-mécaniques liés à la stabilité des argiles ont été longuement débattus dans la littérature pétrolière, particulièrement sur la capacité des systèmes de type polymère/électrolyte à inhiber l'hydratation et le gonflement des argiles.

Presque tous les grès contiennent des argiles, qui peuvent être endommagées par le filtrat de la boue à base d'eau d'où la réduction de la perméabilité de la formation. Les argiles détritiques ont été ancrées dans la matrice au cours de la phase de sédimentation. Ces argiles normalement font partie intégrante de la matrice rocheuse et, par conséquent, ne sont pas mobiles. Les argiles dia génétiques ont été transportées dans les canaux de pores après la phase de sédimentation par les eaux souterraines en circulation. Ce dernier type d'argile peut rester en tant que particules libres dans les pores ou les canaux peuvent couvrir leurs surfaces.

La nature et le contenu des électrolytes dans le filtrat influencent les mécanismes d'hydratation de l'argile. Les argiles détritiques peuvent se gonfler et réduire les canaux des pores. Les argiles peuvent être libérées des pores de la surface et transportées par le filtrat plus loin dans la formation. Elles peuvent s'introduire dans des capillaires des autres zones de la formation et induire un blocage.

Les argiles minérales sont plus petites avec une structure plate, ont leur surface plus grande et, par conséquent, ont tendance à réagir avec les fluides d'injection. Les argiles les plus couramment associées à la formation sont : smectite, illite, kaolinite, chlorite. Ces argiles minérales sont sensibles à la composition, le pH et la force ionique de l'eau environnante. La smectite est considérée comme la plus endommageant. Cette argile s'hydrate et se gonflent 20 fois par rapport à sa taille normale et de réduire le rayon de l'écoulement dans un pore où se trouvent également les installations et la migration des particules. Mais le gonflement des argiles affaiblit la structure de matrice, et abaisse leur vitesse critique. L'Illite et la kaolinite, toutes considérées comme non- gonflantes, sont hydratables et peuvent contribuer à la migration des fines dans la formation.

II.8.2. L'influence des électrolytes et du cisaillement

Le traitement des fluides de forage avec des électrolytes entraîne une diminution de différence de concentration en ions et donc à une dégradation des couches hydratées d'argiles et des polymères et par conséquent la quantité de l'eau libre dans le fluide de forage augmente. Le cisaillement de la boue provoque l'étirement des molécules du polymère, fractionnement de dipôles de l'eau des couches d'hydratation de polymère et de l'argile et

enfin la scission de filaments de polymères par le passage de son point critique de cisaillement dans des conditions extrêmement élevées de cisaillement.

Tel que discuté ci-dessus, des températures plus élevées, le traitement des électrolytes et le cisaillement élevé de la boue peuvent provoquer la dégradation des couches hydratées de polymères et d'argiles. Du à la formation d'un filtre cake poreux et perméable, une grande quantité de filtrat se dissipe dans la formation et déplace le contenu de pores qui cause plus l'endommagement (phénomène de changement de la saturation)

II.9. Techniques de mesures rhéologiques

Par l'intermédiaire de rhéomètres ou viscosimètres, on réalise des écoulements qui permettent, à partir de considérations géométriques et d'hypothèses sur l'écoulement, de relier les paramètres macroscopiques (couple, vitesse de rotation, débit, différence de pression...) aux paramètres régissant les lois de comportement que sont en général la contrainte de cisaillement τ et le gradient de vitesse $\dot{\gamma}$. La technique qu'on utilise souvent est : *i) Rhéomètres rotatifs* dans lesquels le fluide est cisailé entre deux cylindres coaxiaux, entre deux plans ou entre un plan et un cône. Ces rhéomètres permettent de déterminer le comportement d'écoulement [$\tau = f(\dot{\gamma})$] et $\dot{\gamma}$ viscoélastique des matériaux. Dans de tels tests, on soumet l'échantillon à une sollicitation (contrainte ou cisaillement appliqués suivant le type de rhéomètre), constante ou oscillatoire, et l'on étudie sa réponse dans les instants qui suivent [Ferguson et Kemblowski (1991) ; Couarraze et Grossiord (2000)]. [12]

On note que le rhéomètre rotatif n'est pas les seuls utilisés. On cite par exemple Capillaires le rhéomètre par IRM (imagerie par résonance magnétique) qu'on rencontre souvent dans la littérature récente. Cette technique est en pleine expansion. En effet, elle permet d'obtenir des informations locales sans perturbations de l'écoulement et aucun marqueur n'est nécessaire. Miller (1998) fait une revue, non exhaustive, des différentes techniques utilisées ainsi que des applications possibles, notamment en rhéologie des fluides et des matériaux granulaires. En ce qui concerne les techniques propres à la résonance magnétique nucléaire, des ouvrages spécialisés donnent des informations plus complètes comme celui de Callaghan (1991). On note que cette technique a permis d'obtenir des renseignements dans des géométries très complexes. [12]

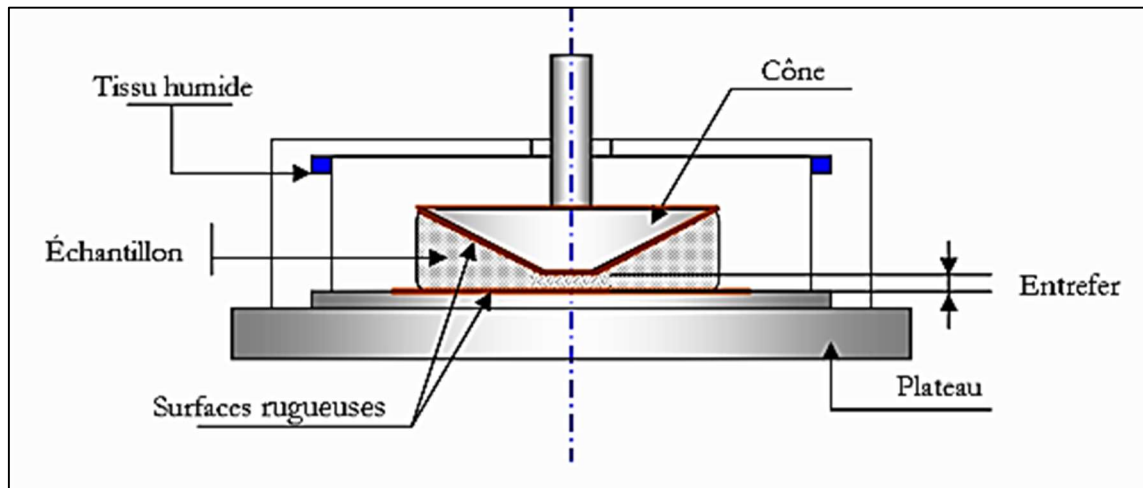


Figure II.20: Géométrie de mesure [12]

La géométrie cône-plan Figure II.13 a été choisie pour équiper les deux rhéomètres. Le principe de mesure pour cette géométrie est simple. En fait, la mise en rotation de l'échantillon nécessite la conversion de la vitesse de rotation et du couple de torsion en vitesse et en contrainte de cisaillement, selon les deux relations suivantes :

$$\tau = \frac{3}{2 \cdot \pi \cdot R^3} \cdot M$$

Où : δ est l'angle du cône, ω la vitesse de rotation du cône ou du plateau, M le couple imposé sur le cône et R le rayon du cône

Le choix entre les différents modèles de cône doit répondre à deux impératifs contradictoires :

D'une part, nous voulons obtenir les cisaillements les plus élevés possible (cisaillement à $1000s^{-1}$), donc utiliser un angle de cône le plus faible possible et, d'autre part, avoir un rapport entre la dimension moyenne de l'entrefer et le diamètre des particules le plus élevé possible, ce qui conduirait à utiliser l'angle le plus élevé. Il n'existe, malheureusement, pas de règles précises pour s'assurer que cette hypothèse est valide. La pratique veut que l'entrefer doive être supérieur à, au moins, dix fois la taille des plus grosses particules en suspension.

Néanmoins, cette condition n'est pas forcément suffisante et dépend du matériau à étudier. C'est pourquoi, le choix de la géométrie de mesure doit être fait en fonction du

matériau à tester. Pour cela, il faut déterminer laquelle est la mieux adaptée, tant du point de vue de la forme que de la taille, tout en conservant une marge de sécurité. Dans le cas de nos suspensions de bentonite ainsi que les mélanges eau-bentonite-polymère-électrolytes la taille moyenne des particules ne dépasse pas 10 μ m. Le compromis choisi est celui d'un cône de 2° d'angle et de 4 à 6 cm de diamètre. Les détails de chaque test seront donnés dans la partie expérimentale de ce rapport. [12] [29]

II.9.1.Problème d'évaporation

Il intervient surtout dans les suspensions lors d'essais comportant une surface libre. Ce phénomène conduit à une diminution du volume étudié. Ceci pourrait se traduire par une diminution de la viscosité apparente mesurée. D'un autre côté, une augmentation de la concentration massique apparaît, qui se traduit par une augmentation de la viscosité apparente. Les techniques pratiques, utilisées pour minimiser les perturbations, consistent à travailler sous atmosphère saturée par le fluide interstitiel ou à placer un film liquide sur les surfaces libres. [29] [12]

II.9.2.Glisement aux parois

C'est le phénomène le plus couramment rencontré lors de l'étude rhéologique des fluides. Il peut se produire dans toutes les géométries d'écoulement et résulte du cisaillement préférentiel d'une fine couche du fluide testé près des parois. Ce phénomène conduit à des erreurs sur les mesures, en particulier pour les mesures de contraintes seuil avec un rhéomètre à contrainte imposée. Dans le cas des suspensions, le glissement peut être favorisé par la migration des particules des régions pariétales (décroissance de la concentration solide près de la paroi lisse), effet connu sous la dénomination d'effet sigma. Cet effet a été abordé par beaucoup d'auteurs, comme Quemada, par exemple, qui a signalé l'existence de ce phénomène dans les conduites cylindriques. Des travaux sur la rhéométrie des suspensions argileuses ont montré également l'existence de ce phénomène aux parois. Ces auteurs ont élaboré un modèle mathématique s'inspirant de celui de Mooney (1931). La méthode de Yoshimura et Prud'homme (1988) consiste à effectuer deux séries de mesures sur des géométries de même type mais avec une seule caractéristique différente. [29]

II.9.3.Inertie de l'outil rotatif

Il a été montré que l'utilisation de rhéomètre à contrainte imposée pouvait conduire à des erreurs de mesure. Ces erreurs sont dues à un retard dans la réponse de l'outil aux sollicitations lors de la montée ou de la descente en contrainte. [12]

II .10.Conclusion

La bentonite naturelle, comme tout matériau géologique a une composition initiale tributaire des conditions de gisement et des conditions d'altération. L'étude minéralogique permet de déterminer les principales phases minérales en présence : les smectites et les minéraux secondaires. Les smectites ont des propriétés spécifiques à l'origine de leur organisation structurale en suspension : charge, capacité d'échange surface spécifique et la nature du cation inter foliaire.

La bentonite industrielle résulte des techniques de valorisation, qui font appel à des transformations (broyage, chauffage, extrusion ...) et à des ajouts de sels inorganiques et ou de polymères. La connaissance des modifications apportées et les conséquences qui en résultent doivent être précisées notamment au niveau des échanges. Dans ce contexte, on dépasse la simple détermination minéralogique. La nature des polymères et l'interaction avec les argiles sont à examiner. Par ailleurs, pour mieux appréhender le rôle de la boue bentonitique au cours du creusement, il y a lieu également d'estimer les interactions entre le fluide et le terrain encaissant, ainsi que les effets des opérations de recyclage, qui provoquent des modifications des propriétés du fluide. Finalement, la rhéométrie est un bon indicateur de l'état macroscopique des suspensions, elle traduit bien les modifications apportées en terme de concentration et en terme de pollution. La rhéométrie s'est avéré une technique satisfaisante de l'observation et de l'évolution des structures à l'échelle macroscopique. Elle est sensible, car elle a mis en évidence les deux familles de comportement, les effets de la concentration et des pollutions. Un programme systématique devrait être établi dans ce sens pour identifier tous les échanges et déterminer les couplages entre les constituants de base et leurs effets sur l'élaboration des structures des suspensions.

CHAPITRE III

*Caractérisation rhéologique
de suspension de bentonite*

Introduction

Le présent chapitre consiste à étudier expérimentalement la rhéologie des suspensions de bentonite à différentes concentrations (4 à 10%). Le but est de comprendre le comportement rhéologique de ces suspensions argileuses

III.1. Matériels et méthodes

III.1.1. Préparation des échantillons

L'argile utilisée est une bentonite de Maghnia (ouest d'Algérie) commercialisée par la Société Bental le tableau III.1 donne la composition chimique de la bentonite utilisée. Puisque le protocole de préparation a un grand effet sur l'état final de la suspension et par conséquent, sur son comportement rhéologique, nous avons adopté le protocole de préparation suivant :

La préparation consiste à mélanger la poudre de bentonite, à la concentration voulue, dans l'eau distillée. Ce mélange est par la suite agité pendant 24 heures sous agitation magnétique afin d'obtenir l'homogénéisation de la suspension.

Tableau III.1: Compositions chimique de la bentonite utilisée

Composants	SiO_2	TiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	MnO	MgO	CaO	Na_2O	K_2O	P_2O_5	SO_3
%	59.89	0.28	17.37	3.32	0.07	3.37	1.06	1.32	1.30	0.05	0.68

III.1.2. Effet du pH sur le comportement rhéologique de bentonite

La préparation consiste à mélanger la poudre de bentonite à 6% dans l'eau distillée. Ce mélange est par la suite agité pendant 24 heures sous agitation magnétique afin d'obtenir l'homogénéisation de la suspension dont le pH compris entre 0.5 à 10. On ajuste le pH à l'aide de la soude (NaOH) ou du chlorure de sodium (NaCl) ou d'un mélange des deux, selon la valeur du pH que l'on veut obtenir.

Moyens expérimentaux

Les caractéristiques rhéologiques ont été effectuées au sein du « Laboratoire de Rhéologie, Transport et Traitement des Fluides Complexes » (LRTTFC) au département d'Hydraulique de l'USTO-MB. Dans cette étude, le rhéomètre à couple de rotation imposé (Discovery HR2 de la société TA Instruments) a été utilisé (figure III.1), équipé d'une géométrie cône-plane (figure III.2) (un plan sur lequel se dépose l'échantillon et un cône pour cisailer le produit) avec un plateau de 60 mm de diamètre, un entrefer de 54 μm et un angle du cône de 2 degrés. La température a été contrôlée par l'effet Peltier de -40 à 150 °C.



Figure III.1 : Rhéomètre à couple de rotation imposé Discovery HR2



Figure III.2 : Géométrie cône-plane

III.2. Résultats et discussion

III.2.1. Effet de la concentration massique sur l'écoulement de la bentonite

Pour tester l'effet de la concentration massique sur l'écoulement de la bentonite, cinq concentrations massiques ont été préparé (4%, 5%, 6%, 8% et 10%). Une rampe en vitesse croissante de $0,5\text{s}^{-1}$ à 500s^{-1} est appliquée sur l'échantillon pendant 600 s.

La figure III.1 présent l'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement pour différentes concentrations de la bentonite de Maghina. Le modèle de Herschel-Bulkley reproduit correctement le comportement rhéologique des suspensions de bentonite.

$$\tau = \tau_0 + K\dot{\gamma}^n$$

Avec: τ_0 seuil d'écoulement en Pa, K indice de consistance en $\text{Pa}\cdot\text{s}^n$ et n indice d'écoulement (-)

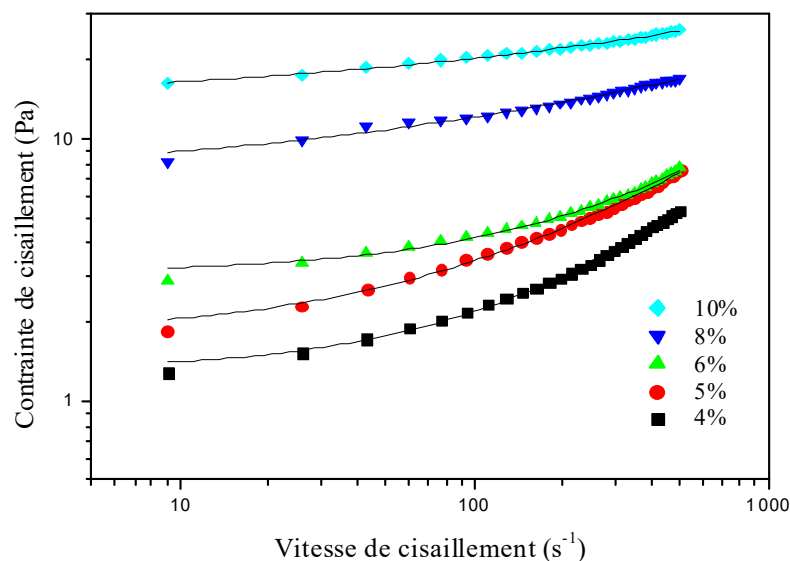


Figure III.3: Courbe d'écoulement de la bentonite de Maghnia pour différents concentrations massique.

III.2.1.1. Influence de la concentration sur les paramètres rhéologique de bentonite

III.2.1.1.1. Sur seuil d'écoulement

Le seuil d'écoulement est la contrainte minimale à atteindre pour que le fluide s'écoule. Il correspond à l'énergie minimale qu'on doit apporter pour briser le potentiel

d'interaction physico-chimique des particules. La figure III.3 montre l'évolution du seuil d'écoulement en fonction de la concentration massique en bentonite. Nous constatons que le seuil d'écoulement augmente très rapidement avec la concentration. La variation du seuil d'écoulement en fonction de la concentration massique en bentonite a été décrite d'une manière satisfaisante par une loi de puissance de type :

$$\tau_0 = a \cdot C^b$$

Avec : **a**, **b** sont des constantes et **C** la concentration massique de la bentonite. Pour notre cas $a=0,017$ et $b=2,92$ avec $R=0,99$

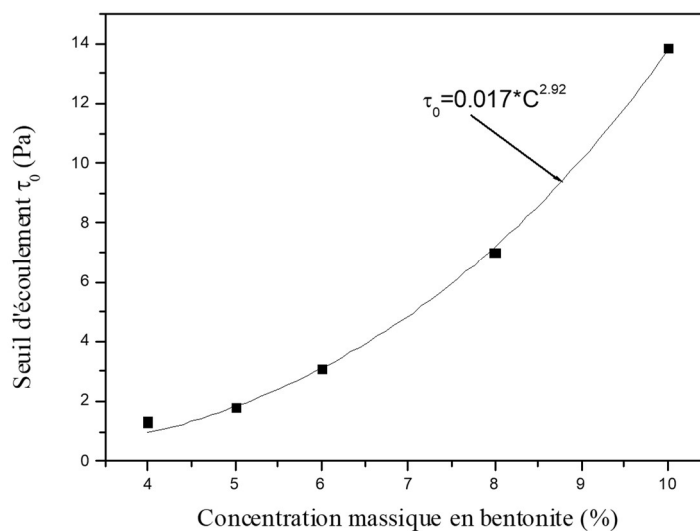


Figure III.4: Evolution du seuil d'écoulement en fonction de la concentration massique en bentonite.

III.2.1.1.2. Sur l'indice de consistance et d'écoulement

La figure III.5 Montre l'évolution de l'indice d'écoulement et de consistance avec la concentration massique en bentonite. Sur la figure on remarque une augmentation d'indice de consistance et une diminution de l'indice d'écoulement avec la concentration massique en bentonite.

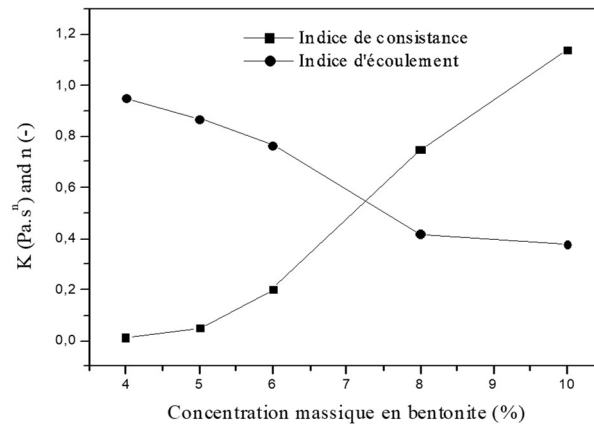


Figure III.5: Evolution de l'indice de consistance et d'écoulement en fonction de la concentration massique.

III.2.1.1.3 Essais dynamique

Afin de mieux comprendre la structure interne de bentonite, des mesures rhéologiques en régime dynamique ont été effectuées. Les essais dynamiques sont réalisés pour une amplitude de contrainte de 1 à 60 Pa et une fréquence constante de 1 Hz. La figure III.6 montre l'évolution du module élastique G' et visqueux G'' en fonction de la contrainte pour différentes concentrations en bentonite.

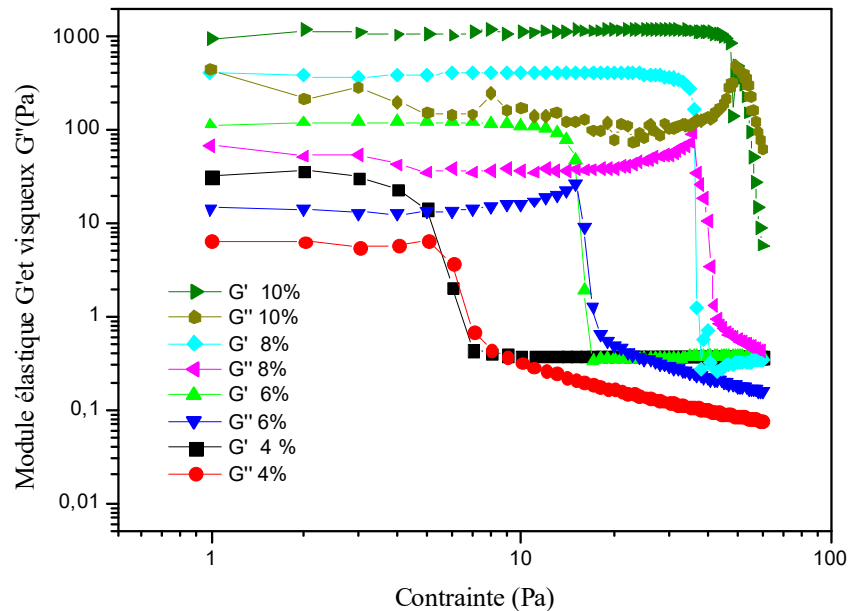


Figure III.6: Module élastique et visqueux en fonction de la contrainte et fréquence 1 Hz (concentration 4, 6, 8, et 10% de bentonite).

On observe sur la figure III.6 pour des contraintes inférieure à une contrainte critique le module élastique G' reste constant (domaine viscoélastique linière) puis le module élastique G' est fortement dépendant de la contrainte. Ceci signifie que la suspension de bentonite est en état déstructurée. Dans ce cas, pour des contraintes inférieures à une contrainte critique qui dépendante de la concentration massique en bentonite le module élastique G' est supérieur au module visqueux G'' , lorsque la contrainte critique est dépassée le module visqueux G'' devient supérieur au module élastique G' et la suspension de bentonite se présent dans un état visqueux.

Le tableau III.2 donne des compressions entre le seuil calcule en écoulement et le seuil dynamique. On observe sur le tableau une bonne concordance entre le seuil calculé parles essais dynamique et en écoulement. Nous observent aussi que la contrainte critique augmente très rapidement avec la concentration.

Tableau III.2: Valeurs du seuil calculé en écoulement et par les essais dynamique.

Concentration	τ_0 (Pa)	τ_{0dyn}
4	2,558	2,976
6	7,895	7,885
8	19,297	16,172
10	38,658	39,562

L'énergie de cohésion E_c dans la structure floculée est donne par la relation (III.1). Cette énergie peut être utilisée de manière quantitative en tant que mesure de l'interaction de la structure floculée et avec celui-ci peut aussi être considérée comme une mesure du degré de floculation de la bentonite [32].

$$E_c = \frac{1}{2} \tau_{0dyn} \gamma_c^2 \quad (III .1)$$

Avec : τ_{0dyn} le seuil d'écoulement dynamique en (Pa) et γ_c la déformation critique correspondant au seuil d'écoulement dynamique en (%). Le tableau III.3 montre l'évolution de l'énergie cohésion et de la déformation critique en fonction de la concentration massique en bentonite. On observe sur le tableau une forte augmentation de l'énergie cohésion en fonction de la concentration massique en bentonite cette augmentation de l'énergie cohésion provoque une augmentation de l'interaction de floculation de la bentonite.

Tableau III.3: Evolution de l'énergie cohésion et de la déformation critique en fonction de la concentration massique en bentonite.

Concentration (%)	E_c (J/m ³)	γ_c (%)
4	0,156	0,1048
6	0,413	0,1047
8	0,847	0,1047
10	2,071	0,1047

III.3. Effet de la température sur les caractéristiques rhéologiques de la bentonite

L'effet de la température sur les propriétés d'écoulement de la bentonite a été étudié dans la plage de la température de 15°C à 45°C, pour la concentration massique de 6% en bentonite. Nous avons adopté le protocole le suivant :

- Repos sous la géométrie de mesure pendant 600 s pour atteindre l'équilibre thermique;
- Rampe croissante de vitesse de cisaillement de 0.5 s⁻¹ à 500 s⁻¹ pendant 600 s.

La figure III.5 montre l'évolution de la courbe d'écoulement de la bentonite en fonction de la température qui a été analysé avec le modèle de Herschel-Bukley.

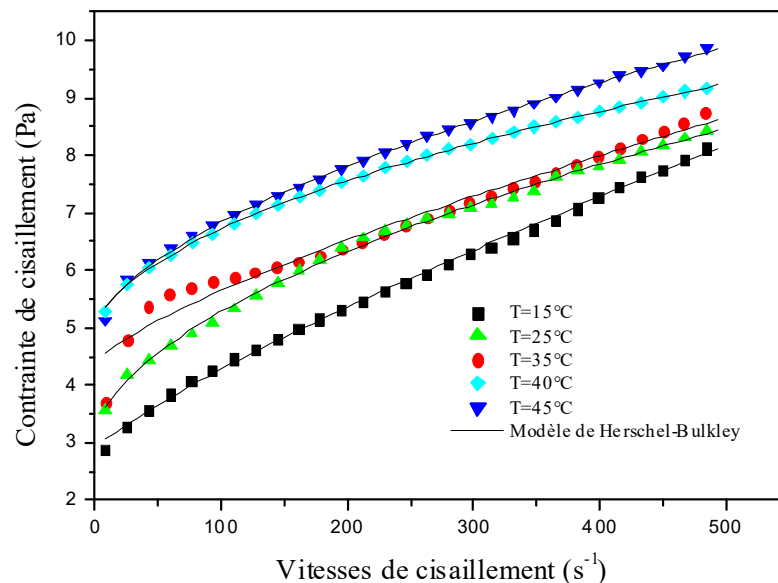


Figure III.7: Courbe d'écoulement de bentonite pour différentes températures

La figure III.7 montre l'évolution de seuil d'écoulement en fonction de la température d'après la figure on remarque une augmentation du seuil d'écoulement avec la température et de l'indice de consistance (K) de bentonite en fonction de la température en revanche une diminution de l'indice d'écoulement (n) est observé.

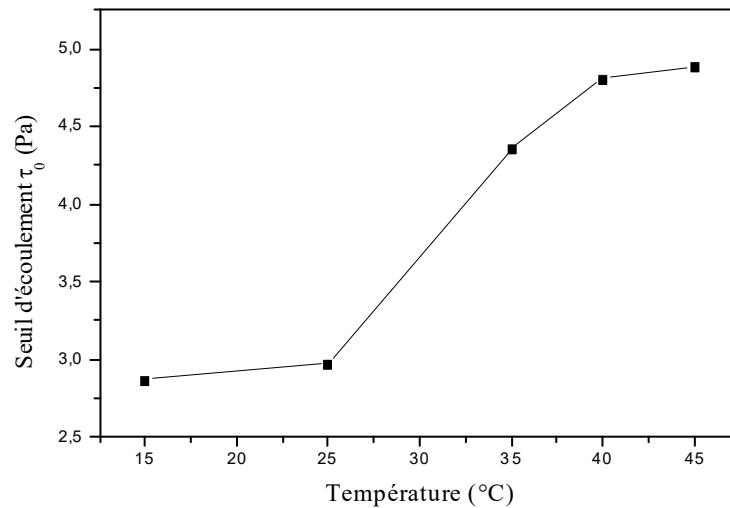


Figure III.8: Evolution du seuil d'écoulement de la bentonite en fonction de la température.

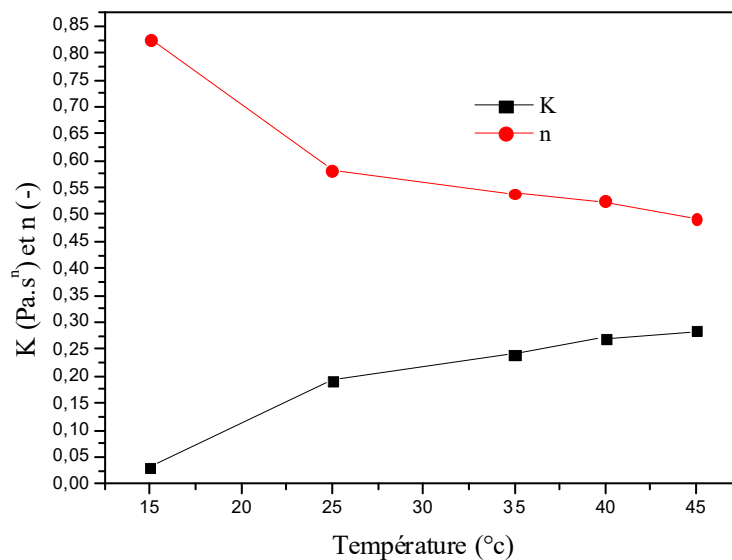


Figure III.9: Evolution d'indice de consistance et de l'indice d'écoulement de bentonite (Cm= 6%) en fonction de la température.

III.4. Effet du pH sur les caractéristiques rhéologiques de la bentonite

Le pH permet d'indiquer l'acidité ou l'alcalinité des agriles. Une bentonite dont le pH < 7 provoque un risque de floculation, alors qu'une bentonite dont le pH > 10 indique sa contamination par le ciment ou par l'eau de l'aquifère. Le but de cette partie d'étudier l'effet du pH sur la viscosité de bentonite à base d'eau afin de contrôler les propriétés rhéologiques de cette bentonite.

Les différentes courbes d'écoulement de bentonite de base (6%) à différents pH de montrent que propriétés rhéologiques de la suspension de bentonite dépendent du pH (figure IV.8). Le comportement rhéologique de la suspension de bentonite en fonction du pH peut être décrit par le modèle de Cross modifié (Équation III.4).

$$\tau = \tau_0 + \eta_\infty \dot{\gamma} + \frac{(\eta_0 - \eta_\infty) \dot{\gamma}}{1 + (\lambda_c \dot{\gamma})^m} \quad (\text{III.4})$$

Avec : τ_0 seuil d'écoulement en Pa ; η_∞ la viscosité à cisaillement infini en Pa.s ; η_0 est la viscosité à cisaillement nul ; λ_c est un temps caractéristique de relaxation du fluide en (s) et m un paramètre sans dimension, mesurant la rapidité de la décroissance de la contrainte de cisaillement (ou de la viscosité apparente) dans la zone de fluidification.

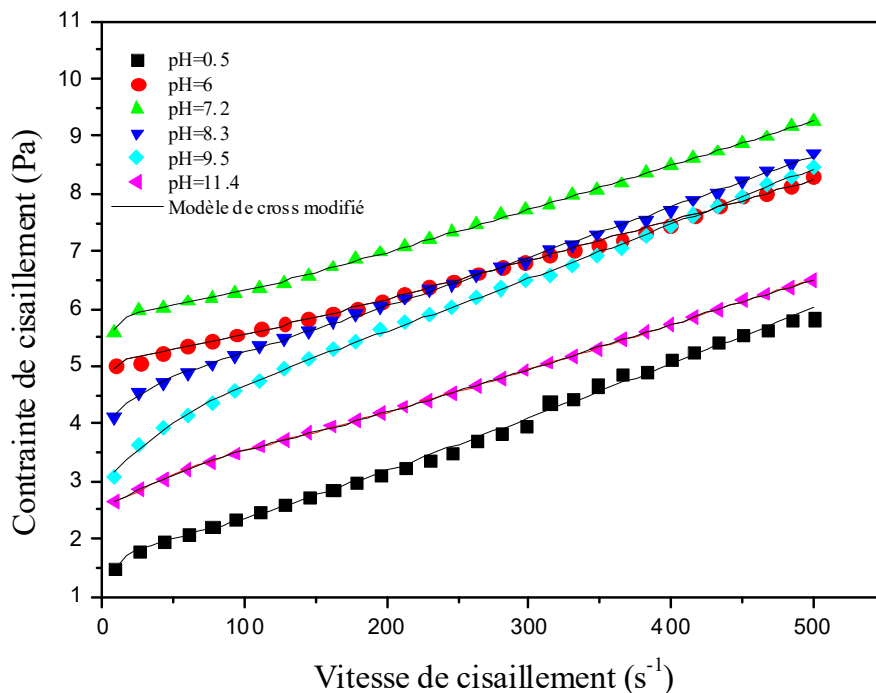


Figure III.10 : Courbes d'écoulement de suspension de bentonite (6%) pour différents pH (0.5-11.4) à 20°C.

Les figures III.9 et III.10 montrant la variation des paramètres rhéologiques du modèle de Cross modifié en fonction du pH de bentonite.

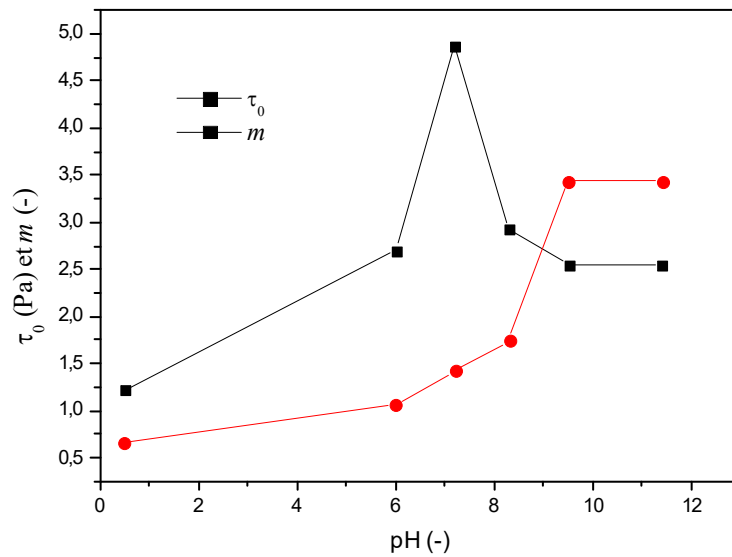


Figure III.11: Evolution du seuil d'écoulement et du paramètre m en fonction du pH de la bentonite.

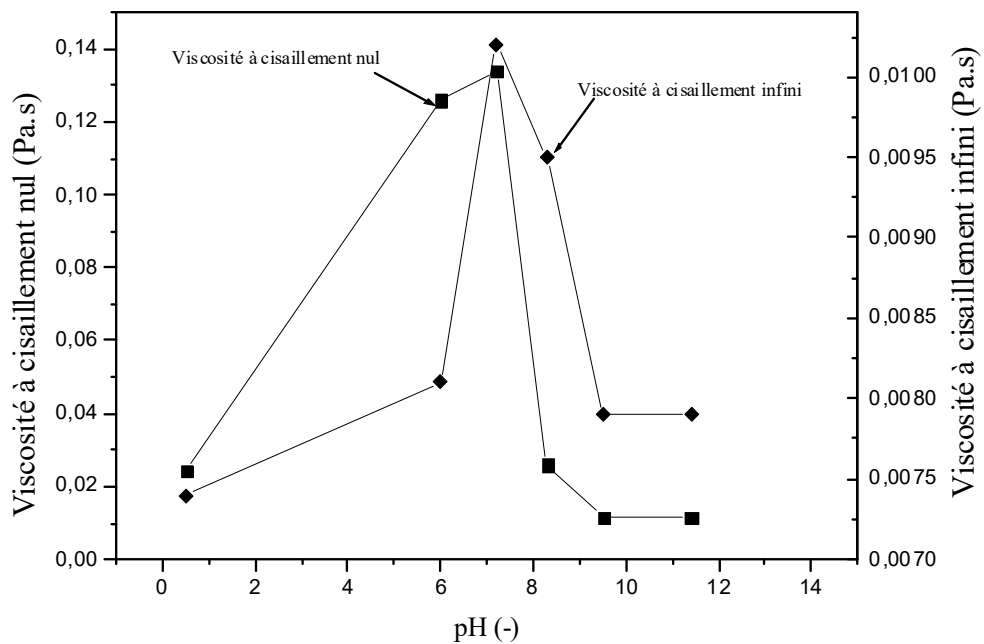


Figure III.12 : Evolution de la viscosité η_0 à cisaillement nul et la viscosité η_∞ à cisaillement infini en fonction du pH de la bentonite.

Sur les figures III.11 et III.12 on remarque que l'augmentation du pH provoque une augmentation des paramètres rhéologiques de modèle de cross modifié (seuil d'écoulement, η_0 et η_∞) jusqu'à un pH critique de 7 (pH neutre). A partir de cette valeur critique du pH on

observe une diminution des paramètres rhéologiques de modèle de cross modifié. L'augmentation du seuil d'écoulement et des viscosités de la bentonite pour des pH inférieurs à 7 peut être expliquée par interactions entre les charge négatifs et les charges positifs de la bentonite qui provoquant une restructuration de la suspension de bentonite à cause des forces répulsives élevées entre les charges négatifs et positifs [33,34]. Par contre pour des pHs supérieurs à 7 dans ce cas tous les bords sont chargé positivement qui rend les interactions bord-à-face faible par rapport à d'autres interactions possibles, qui provoquant la déstructuration de la suspension de bentonite et une diminution du seuil d'écoulement. D'après Lee et al [35] la solubilité d'argile est assez élevée et cela pourrait être responsable de la réduction de la viscosité de bentonite.

III.5. Courbe d'hystérésis

Les suspensions de bentonite sont connues pour leur comportement rhéologique fortement thixotrope. La thixotropie est le terme qui décrit la diminution de la viscosité d'un fluide sous cisaillement et la reprise de la viscosité à l'arrêt de ce cisaillement.

Les essais ont été effectués sur les suspensions de mélange (bentonite+eau) pour les mêmes concentrations précédentes. Le protocole expérimental est le suivant :

- L'échantillon est laissé au repos toujours sous la géométrie de mesure pendant 10 minutes. Cela permettrait à la suspension de retrouver au moins partiellement sa structure initiale. Cette opération est répétée avant chaque test.
- Après le temps de repos, une succession de vitesses est imposée à l'échantillon selon une rampe montante de 600 secondes (courbes montantes d'écoulement).
- Un palier de vitesse maximale durant 120 secondes
- Une rampe descendante durant 600 secondes.

Cette technique de mesure est particulièrement adaptée pour mettre en évidence la thixotropie des suspensions.

La figure III.13 représente les rhéogrammes obtenus pour les suspensions de bentonite étudiées dans ce chapitre (4, 5, 6, 8 et 10%). Les courbes correspondant aux rampes montantes et descendantes ne se superposent pas et montrent une dépendance au temps de cisaillement. A vitesse égale, les contraintes de cisaillement de la rampe montante étant inférieures à ceux de la rampe descendante, le comportement rhéologique de la suspension est donc de caractère thixotrope.

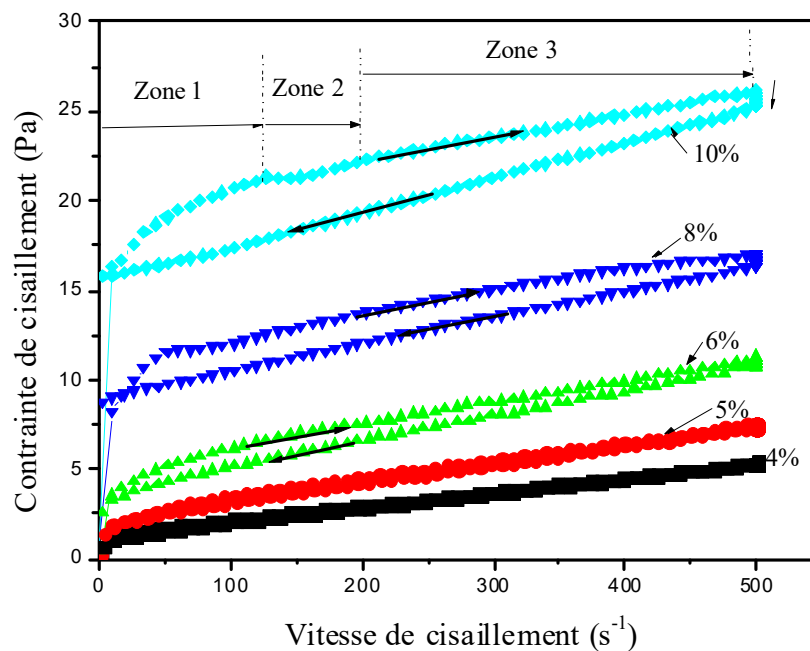


Figure III.13: Rhéogrammes obtenus suivant une montée – un palier – une descente de vitesse.

On remarque pour des concentrations massiques en bentonite supérieur à 6 % que les courbes de montée sont décomposées en trois zones distinctes :

- La première est une zone non cisailée caractérisée par un seuil d'écoulement τ_0 est défini comme le passage entre le régime solide et le régime liquide. Ce comportement quasi-élastique peut être lié à la propriété de gonflement de l'argile et à l'énergie attractive entre les particules [32, 36]. Cette zone s'étend jusqu'aux très faibles vitesses de cisaillement mesurées juste après la fin du seuil d'écoulement.

- La seconde zone se présente comme un palier où la vitesse de cisaillement varie fortement pour des valeurs moyennes de contrainte de cisaillement. Dans cette zone, la déformation non linéaire est de moins négligeable par rapport la déformation linéaire, jusqu'à ce qu'on atteigne la troisième zone. Bonn et Meunier [67] signalé même observation sur les cristaux liquides.

- La troisième zone montre un changement continu de la pente des rhéogrammes correspondant à l'écoulement des suspensions étudiées. Il s'agit d'un comportement rhéofluidifiant. Dans ce type de système, le taux de déstructuration des agrégats est plus important que le taux de restructuration. Les particules sont donc quasi-inertes et la dissipation d'énergie est essentiellement de nature visqueuse.

La rampe descendante ne laisse apparaître que deux zones distinctes :

- Une zone d'écoulement uniforme correspondant à la troisième zone de la rampe montante. Les contraintes de cisaillement obtenues pour cette rampe sont sensiblement inférieures à celles de la rampe montante.
- Une seconde zone correspondant à la première zone de la rampe montante (zone non cisailée), avec une valeur de contrainte seuil inférieure à celle obtenue en montée.

Surface de thixotropie

On constate que plus la concentration en bentonite est élevée plus la thixotropie est grande. Du point de vue pratique, nous avons déterminé d'abord la surface de thixotropie pour différentes concentrations de bentonite. Il s'agit de calculer d'abord l'aire de la surface qui se trouve sous la courbe de montée, du palier et de la descente en utilisant l'équation suivante :

$$S = M - D$$

Où M : surface de montée + surface du palier, D : surface de descente, S : surface de thixotropie, toutes exprimées en $[Pa/s]$. Lorsque S tend vers 0, la courbe de descente coïncide avec la courbe de montée, le fluide est donc non thixotrope. Par contre, l'augmentation de S traduit l'éloignement de la courbe de descente par rapport à la courbe de montée, le fluide est donc de plus en plus thixotrope. En effet, nous constatons sur la figure III.14 une croissance de surface de la thixotropie avec l'augmentation de la concentration en bentonite. Cette observation pourrait être expliquée par l'augmentation de l'interaction de floculation de la bentonite qui augmentant avec la concentration de bentonite.

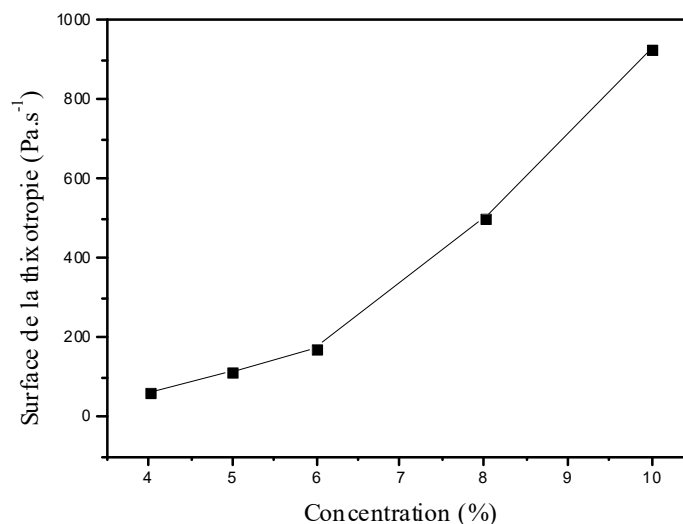


Figure III.14: Surface de la thixotropie en fonction de la concentration de bentonite.

III.6.Conclusion

Dans ce chapitre nous avons étudié l'effet de la concentration massique, la température et le pH sur les propriétés rhéologiques en état stationnaire d'une bentonite à base d'eau. L'étude montre que l'augmentation de la concentration massique en bentonite et de la température provoquant une augmentation du seuil d'écoulement et d'indice de consistance en revanche une diminution de l'indice d'écoulement est observé.

L'étude montre aussi pour des pH inférieur à 7 une augmentation des paramètres rhéologiques de modèle de cross modifié (seuil d'écoulement, η_0 et η_∞) et pour des pH supérieur à 7 une diminution des paramètres rhéologiques de modèle de Cross modifié (seuil d'écoulement, η_0 et η_∞).

CHAPITRE IV

*Etude rhéologique de poly-
salt, mélanges poly-salt-
électrolytes et mélanges
bentonite-ply-salt-électrolytes*

Introduction

Les polymères sont utilisés dans différentes branches de l'industrie, par exemple dans les fluides de forage pour contrôler la viscosité et le seuil d'écoulement des boues de forage [68-70], dans l'industrie mécanique, dans les cristaux liquides [71], le contrôle de la microstructure et de la qualité [72-75] et de dans l'industrie pharmaceutique. [76] Les polymères sont également utilisés comme épaississant pour stabiliser les suspensions et les émulsions dans les industries papetières et textiles. [77,88] Dans les applications du forage pétrolier, le poly-Salt est généralement utilisée en raison de ses propriétés viscoélastiques.

Dans ce chapitre nous avons étudié le comportement rhéologique d'un polymère de type Poly-Salt, les mélanges polymère-électrolytes.

IV.1 Matériels et méthodes

IV.1.1 Préparation des échantillons

Le polymère utilisé dans ce travail est le Poly-Salt, un polymère non ionique de chaîne linière $[\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-O}]_n$ de masse moléculaire de 106 g/mol souvent utilisé dans la formulation des fluides de forage. La préparation des concentrations de Poly-Salt a été réalisée on utilisant d'eau distillée. Le polymère est dissout sous agitation magnétique durant 24 heures. Sept concentrations massique de Poly-Salt ont été préparé (1,5 ; 2 ; 2,5 ; 4 ; 6 ; 8 et 10%).

IV.2 Résultats et discussion

IV.2.1 Caractérisation rhéologique du polymère Poly-Salt

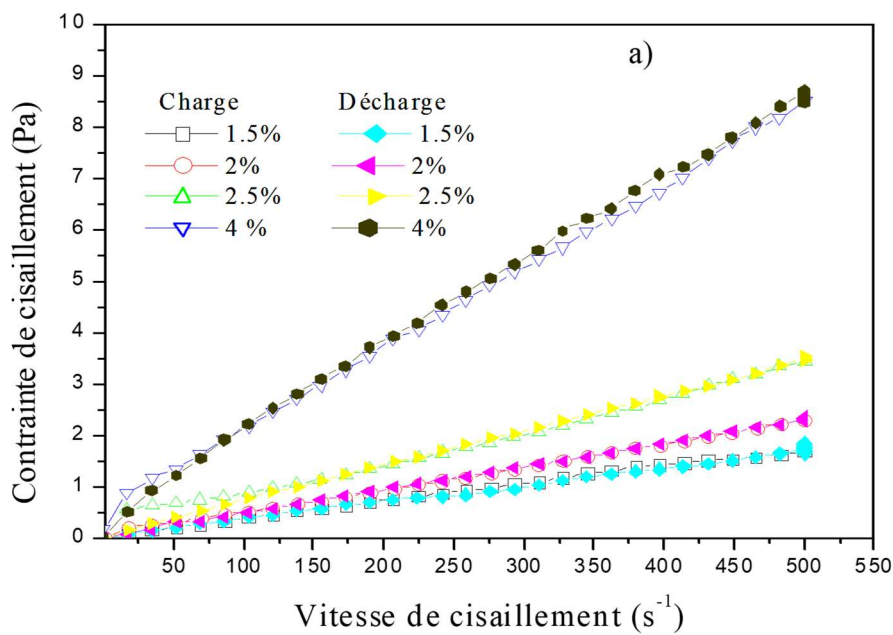
IV.2.1.1 Courbe d'hystérésis

Des courbes d'hystérésis ont été tracées pour avoir une première estimation de la thixotropie des solutions aqueuses de Poly-Salt. Le protocole expérimental adopté est le suivant:

Une succession de vitesses est imposée à l'échantillon selon une rampe montante durant 600 s (courbes montantes d'écoulement), un palier de vitesse maximale durant 120s et une rampe descendante de 600s. Cette technique de mesure est particulièrement adaptée pour mettre en évidence la thixotropie la solution aqueuse de Poly-Salt.

La Figure IV.1 représente les rhéogrammes obtenus pour les solutions aqueuses de Poly-Salt étudiées dans ce chapitre (1.5, 2, 2.5, 4, 6,8 et 10%). Les courbes correspondant aux rampes montantes et descendantes ne se superposent pas et montrent une dépendance au temps de cisaillement. A vitesse égale, les gradients de cisaillement de la rampe montante étant inférieurs à ceux de la rampe descendante, le comportement rhéologique de la solution aqueuse est donc de caractère thixotrope.

Pour des concentrations de Poly-Salt inférieurs ou égale à 4%, nous avons observé un point de croisement qui divise les boucles en deux sections: Pour des taux de cisaillement supérieur à 100 s⁻¹, la courbe monte est sous la courbe descendante qui indique le caractère thixotrope négatif; pour des taux de cisaillement inférieur à 100 s⁻¹, la courbe descendante est sous la courbe monte, ce qui indique un comportement thixotropique positif.



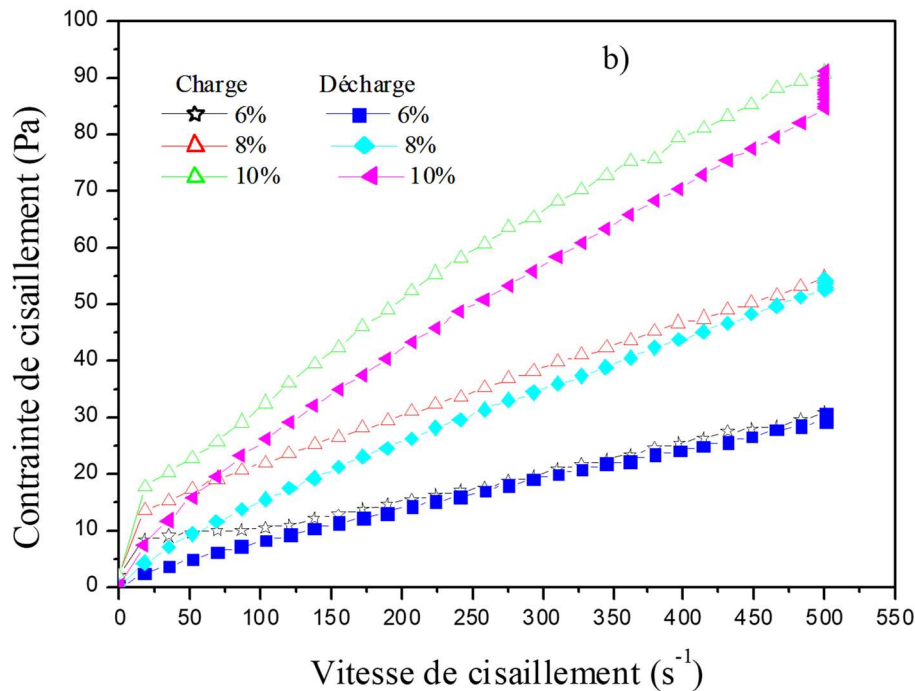


Figure IV.1 : Boucles d'hystérésis des solutions de Poly-Salt (1.5 , 2 , 2.5 , 4% , 6 , 8 et 10%)

Du point de vue pratique, nous avons déterminé d'abord la surface de thixotropie pour différentes concentrations de Poly-Salt. Il s'agit de calculer d'abord l'aire de la surface qui se trouve sous la courbe de montée, du palier et de la descente en utilisant l'équation suivante :

$$T = M - D$$

Où M : surface de montée + surface du palier, D : surface de descente, T : surface de thixotropie, toutes exprimées en (Pa .s-1).

La Figure IV.2 montre l'évolution de la surface de thixotropie en fonction de la concentration en poly-Salt. Nous constatons sur la figure une augmentation de la surface de thixotropie avec l'augmentation de la concentration en polymère, d'après Benchabane et Bekkour [79] cette observation pourrait être expliquée par la densité d'enchevêtrement entre les chaînes de Poly-Salt, augmentant avec la concentration du polymère.

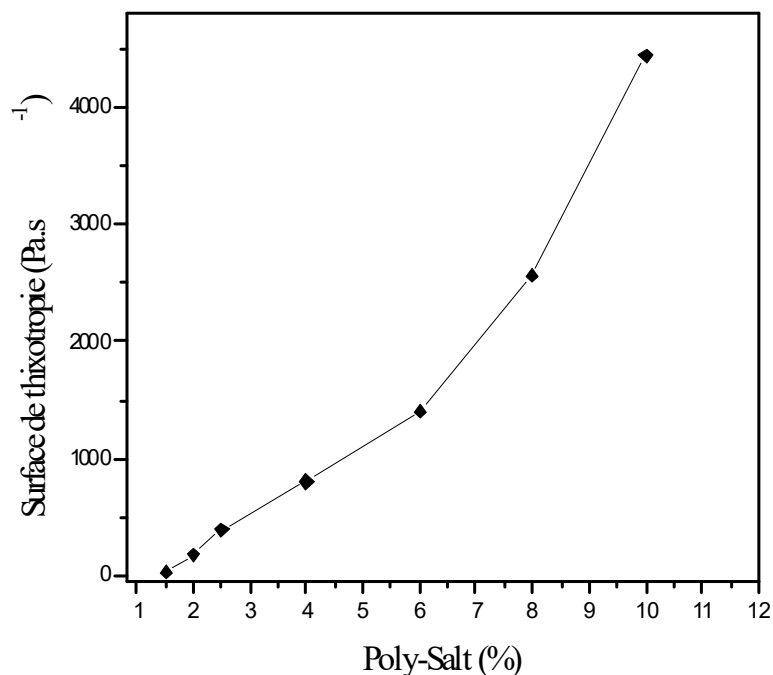


Figure IV.2 :Surface de thixotropie en fonction de la concentration de Poly-Salt.

IV.1.2.2 Courbe d'écoulement

La Figure IV.3 montre l'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement pour différents concentration massique de Poly-Salt. La courbe d'écoulement est bien décrite par le modèle de Bingham (Équation IV 2) :

$$\tau = \tau_0 + \eta_B \dot{\gamma}^n \quad (\text{IV.2})$$

Avec : τ_0 seuil d'écoulement en (Pa) et η_B la viscosité plastique en (Pa.s).

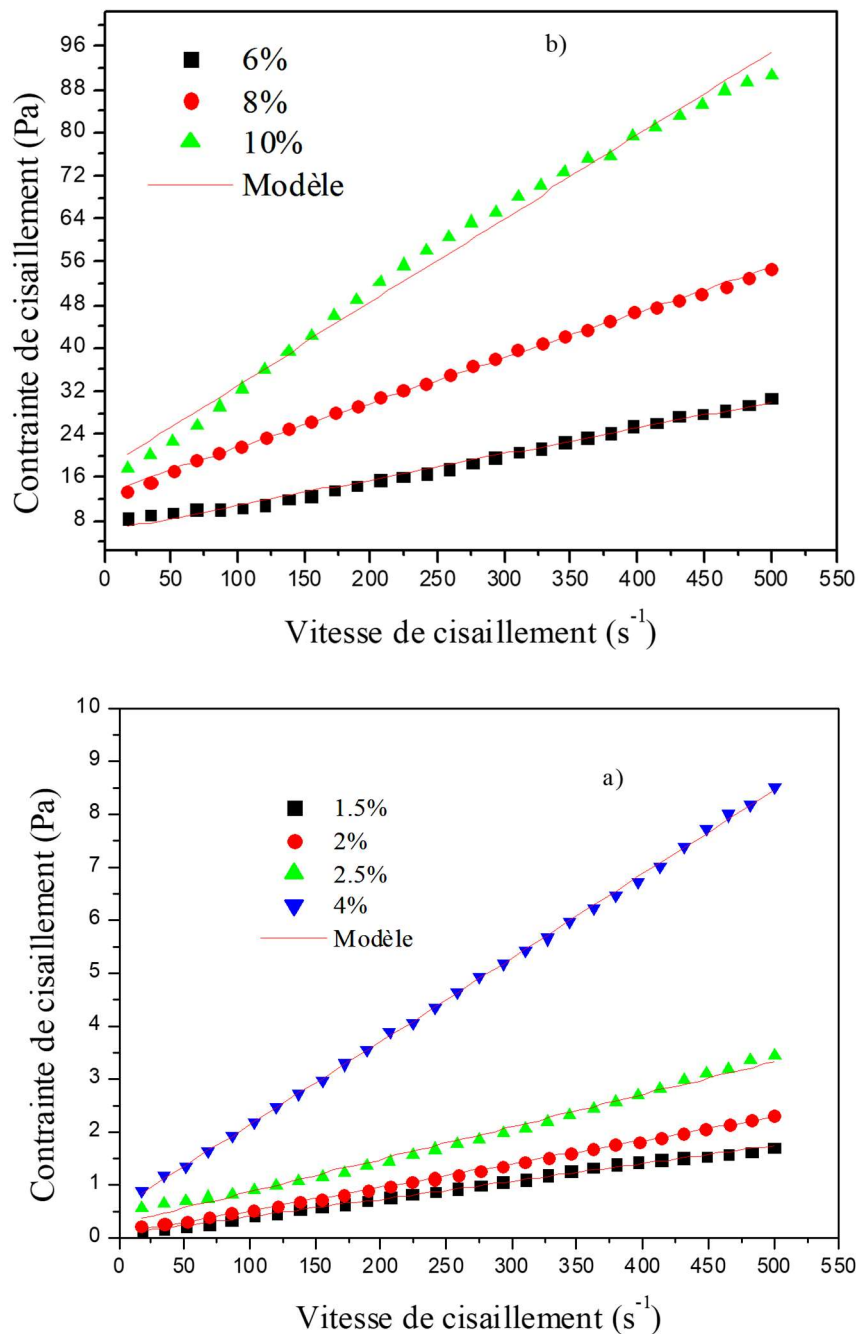


Figure IV.3: Courbe d'écoulement de Poly-Salt pour différentes concentrations massique (1,5 ; 2 ; 2,5 ; 4 ; 6 ; 8 et 10%).

La Figure IV.4 représente la variation du seuil d'écoulement et de la viscosité plastique en fonction de la concentration massique de polymère (solution aqueuse du Poly-Salt). On observe sur la figure une augmentation du seuil d'écoulement et la viscosité plastique avec l'augmentation de la concentration de Poly-salt. L'augmentation du seuil de d'écoulement et de la viscosité plastique dû à l'augmentation de la concentration en polymère

qui renforce l'enchevêtrement des chaînes et gêne davantage l'écoulement du fluide. Cette difficulté de mouvement des chaînes polymériques assure un comportement rhéofluidifiant de Poly-Salt

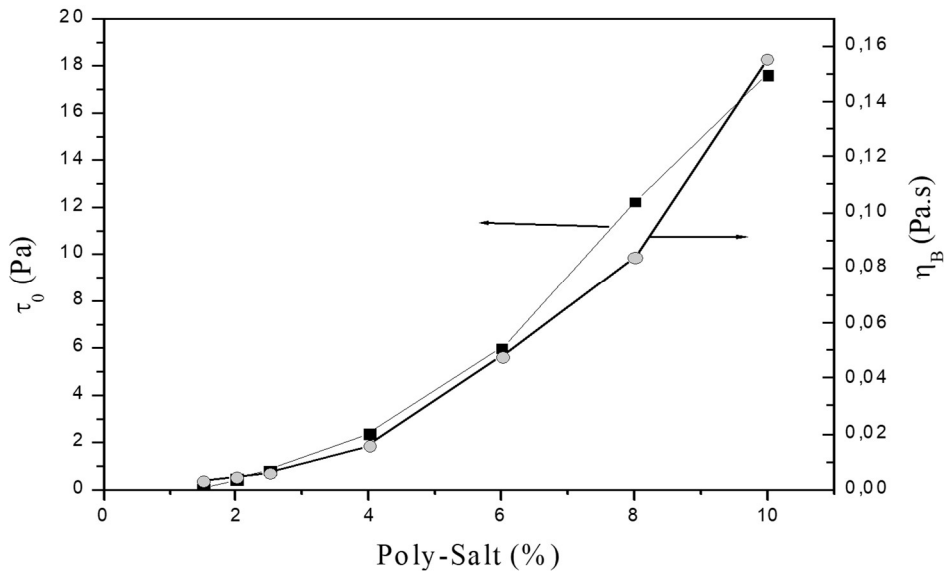


Figure IV.4: Variation du seuil d'écoulement et de la viscosité plastique en fonction de la concentration massique en Poly-Salt.

IV.1.2.2.1 Effet de la concentration sur la viscoélasticité de Poly-Salt

Les essais de fluage ont été réalisés pour sept concentrations massique en Poly-Salt, en appliquant une contrainte constante $\tau=0.05$ Pa dans le domaine de viscoélasticité linéaire, pour chaque concentration massique pendant un temps $t=180$ secondes et en enregistrant l'évolution au cours du temps de la complaisance élastique pendant la phase de fluage, ou déformation par unité de contrainte ($J = \gamma(t) / \tau$). Au bout de 180s la contrainte est ramenée instantanément à zéro et on mesure complaisance élastique pendant la phase de recouvrance pendant un temps de 180 s. La Figure IV.5 montre l'évolution des courbes de fluage en fonction du temps pour différents concentrations massique de Poly-Salt. On remarque sur la courbe de fluage que l'augmentation de la concentration provoque une augmentation de la viscoélasticité et une diminution de la fluidité, de la viscosité newtonienne et des viscosités retardées de Poly-salt.

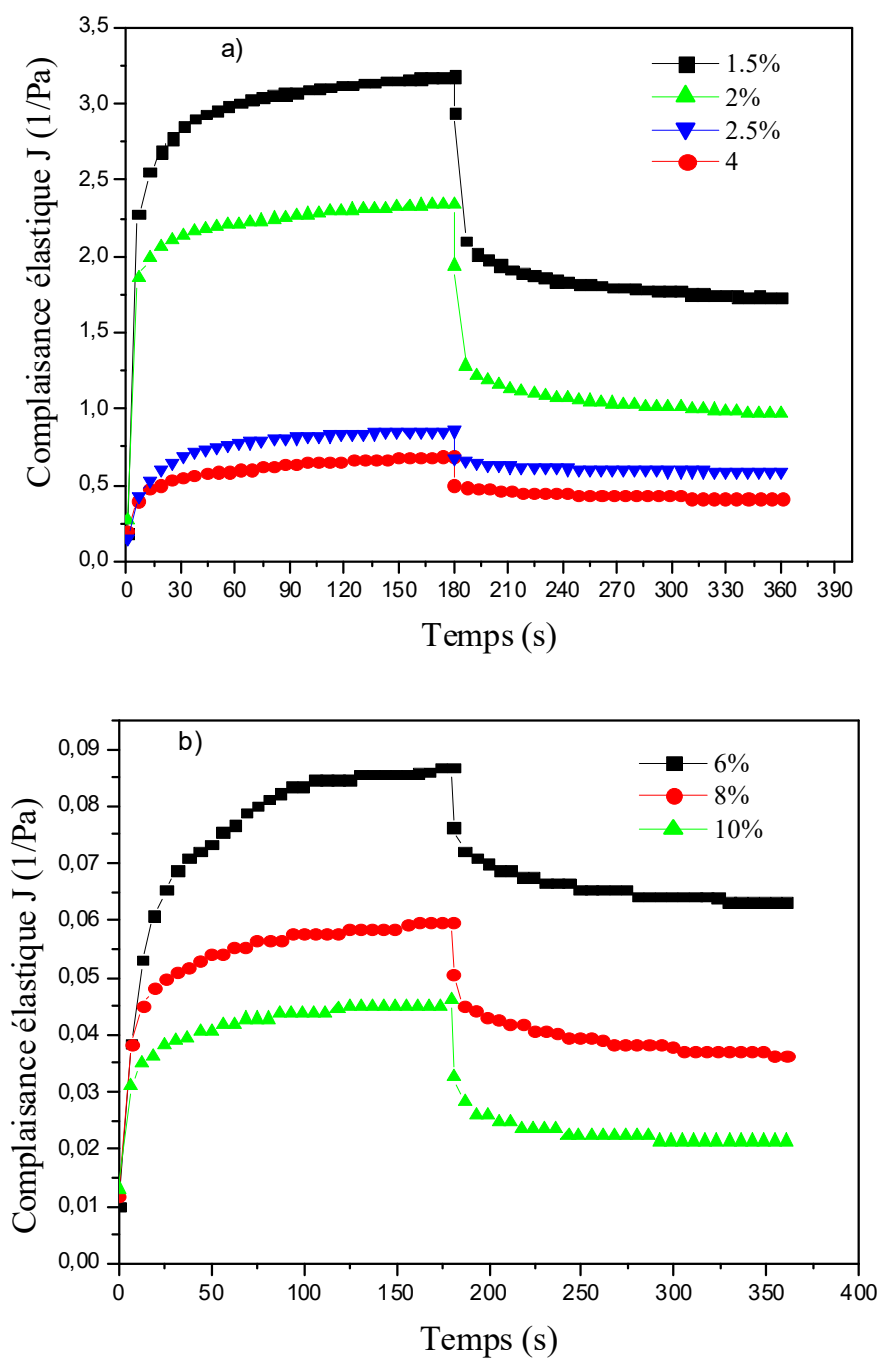


Figure IV.5: Essais de fluage à différentes de Poly-Salt.

Pour quantifier l'effet de la concentration massique sur le comportement viscoélastique de Poly-Salt, nous avons calculé le taux de recouvrance par la concentration après l'annulation de la contrainte.

$$\Delta J = \frac{J(180) - J(360)}{J(180)} \times 100$$

La Figure IV.6 montre la variation de ΔJ en fonction de la concentration. Pour une concentration de 1.5% le pourcentage du taux de recouvrance ΔJ est environ de 30% et de 59% une concentration de 10% indique un comportement proche de celui d'un solide élastique.

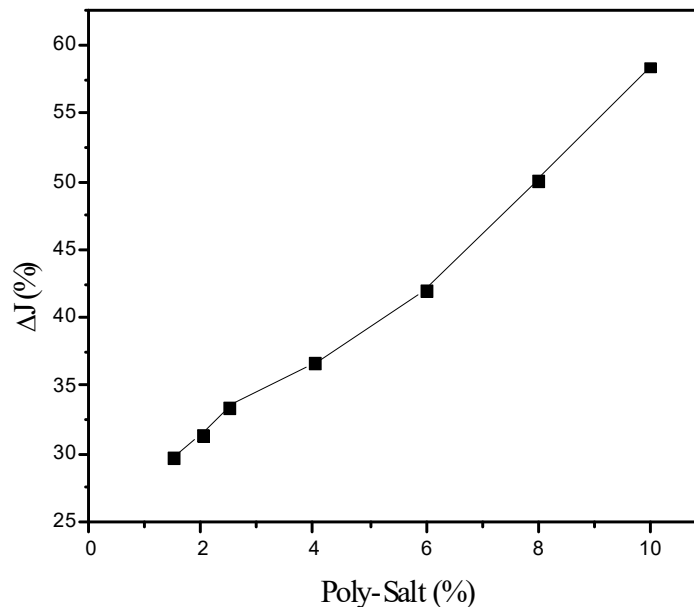


Figure IV.6 : Taux de recouvrance en fonction de la concentration en Poly-Salt.

IV.2.2 Effet des électrolytes sur le comportement rhéologique de Poly-Salt

IV.2.2.1 Effet des électrolytes sur l'écoulement de Poly-Salt

Les Figure IV.7 et IV.8 montrent la variation la contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement pour différents quantité de BaCl₂ et NaCl. La courbe d'écoulement est bien décrite par le modèle de Bingham.

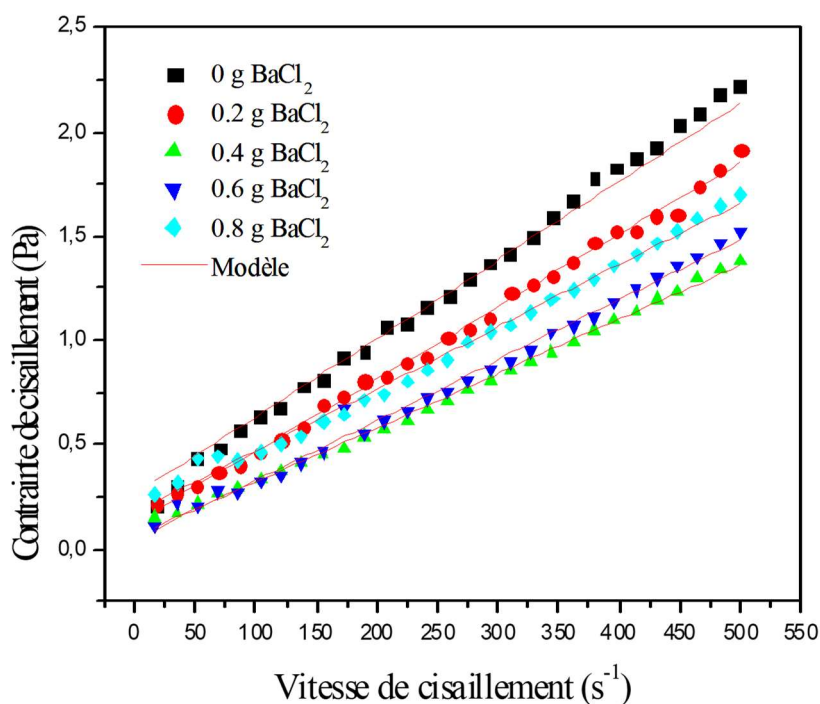


Figure IV.7 : Courbe d'écoulement de 2% Poly-Salt pour différentes quantité BaCl₂ après 2h de préparation.

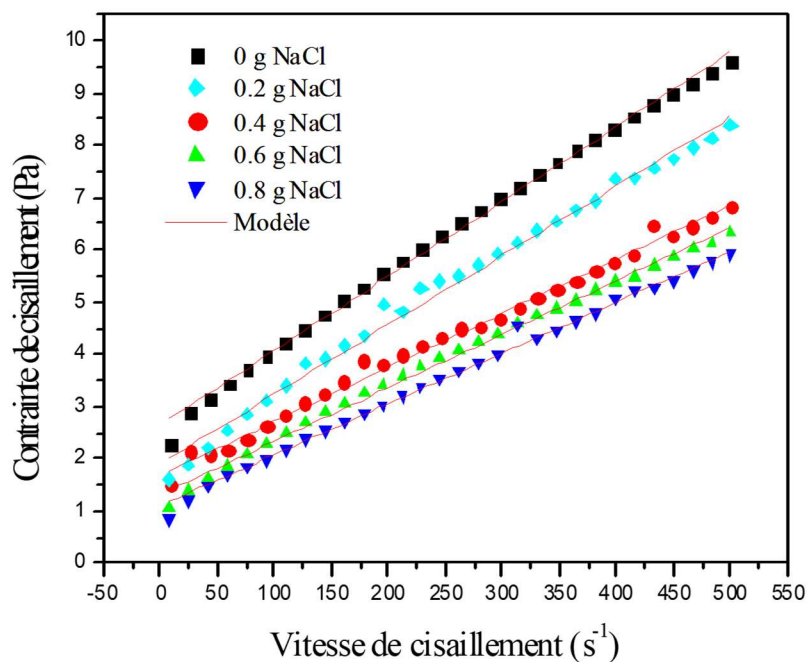


Figure IV.8: Courbe d'écoulement de 2% Poly-Salt pour différentes quantité NaCl après 24 h de préparation.

Les Figure IV.9 et IV.10 montrent l'évolution du seuil d'écoulement et de la viscosité plastique de Poly-Salt en fonction de BaCl₂ et NaCl. On remarque une diminution du seuil d'écoulement et la viscosité plastique avec l'augmentation BaCl₂ et NaCl ce comportement s'explique par la dissociation des chaînes polymériques provoqué par les électrolytes.

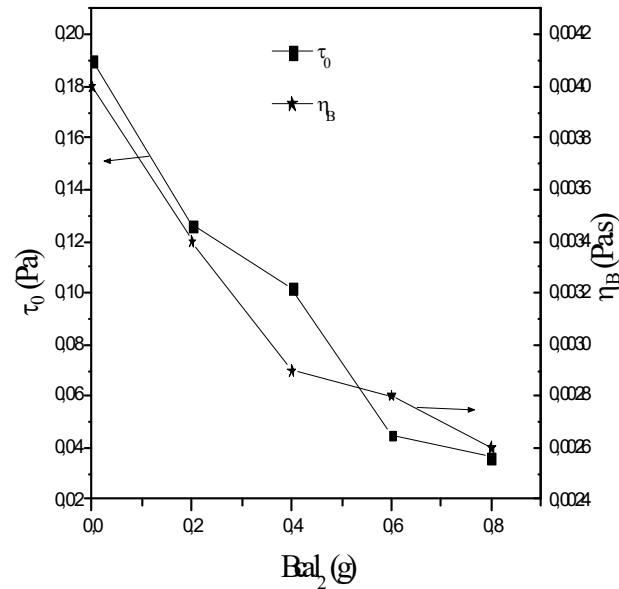


Figure IV.9 : Effet de BaCl₂ sur le seuil d'écoulement et la viscosité plastique de Poly-Salt.

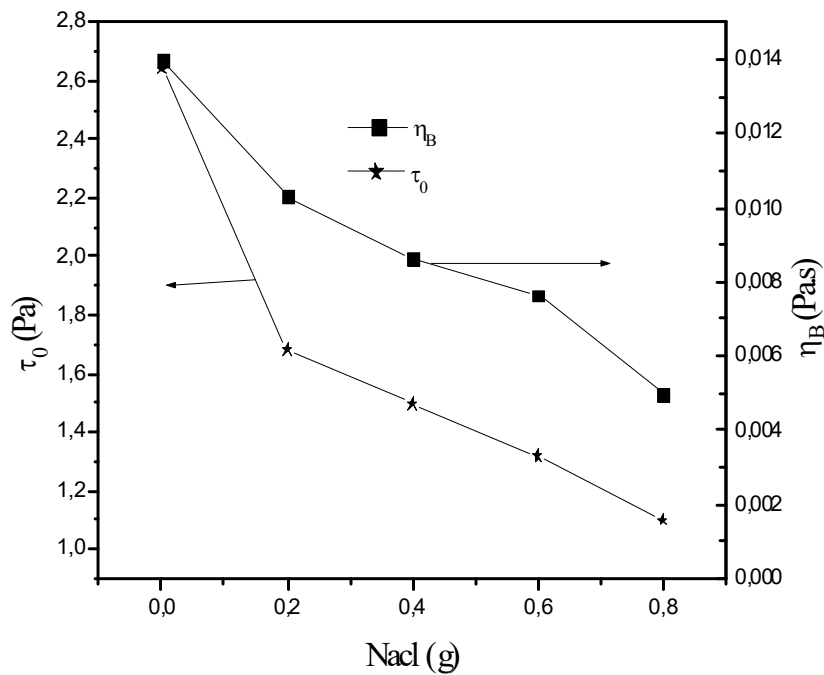


Figure IV.10: Effet de NaCl sur le seuil d'écoulement et la viscosité plastique de Poly-Salt.

La Figure IV.11 montre la variation la contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement pour différents quantité de KCl. La courbe d'écoulement est bien décrite par le modèle de Herschel-Bulkley (Équation II 8).

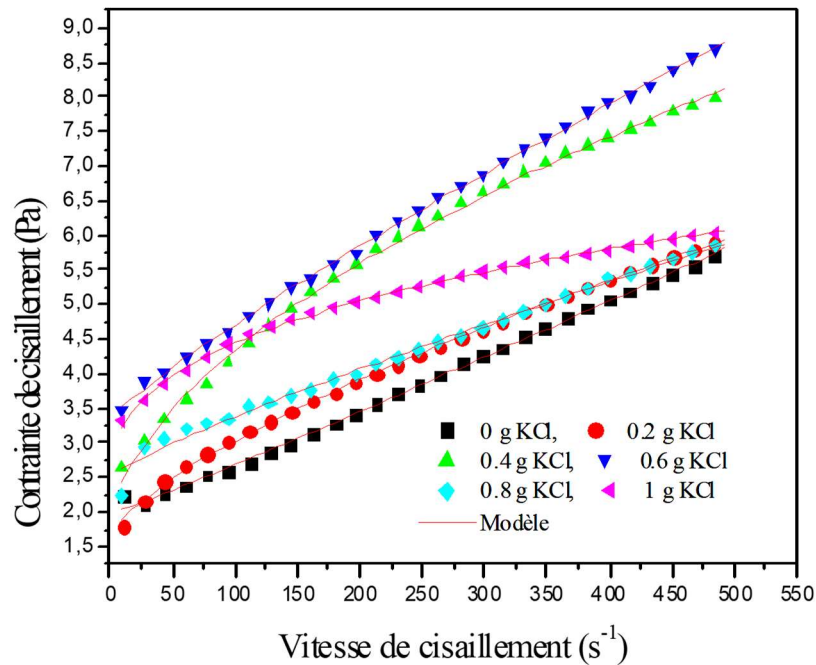


Figure IV.11 : Courbe d'écoulement de 2% Poly-Salt pour différentes quantité KCl après 2 h de préparation.

Les Figure IV.12 et IV.13 montrent l'évolution du seuil d'écoulement, de l'indice de consistance et d'écoulement en fonction de la dose de KCl. Les figures montrent que la présence de KCl augmente le seuil d'écoulement, l'indice de consistance et diminue l'indice d'écoulement du mélange jusqu'à une dose critique de 0.6g de KCl. A partir de cette dose, le seuil d'écoulement, l'indice de consistance diminue et l'indice d'écoulement augment.

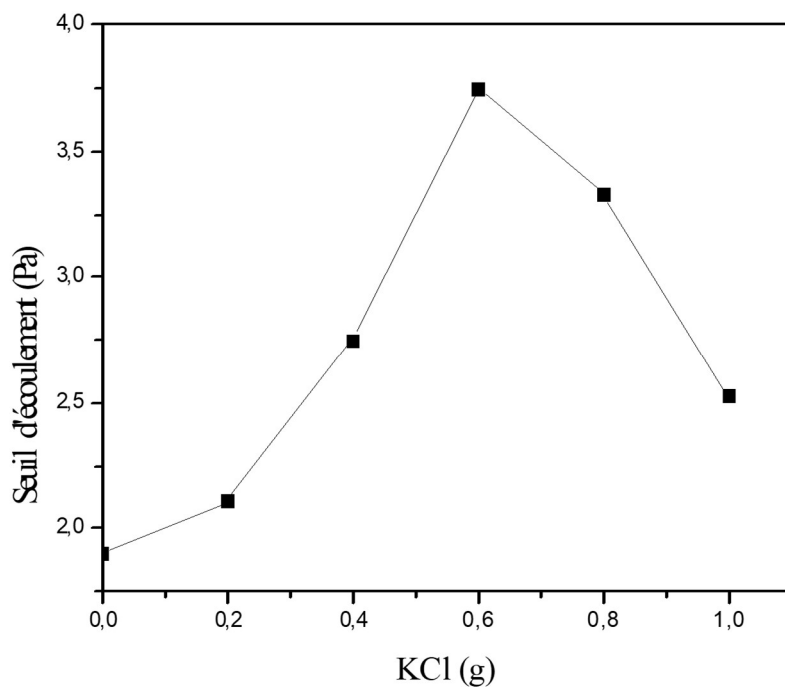


Figure IV.12: Effet de KCl sur le seuil d'écoulement de Poly-Salt.

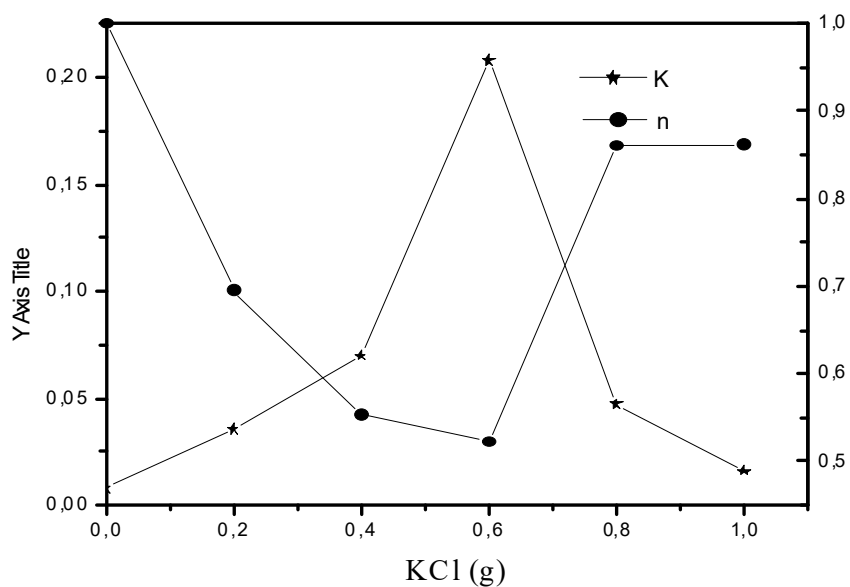


Figure IV.13 : Effet de KCl sur l'indice d'écoulement et de consistance de Poly-Salt.

IV.2.2.3 Effet des électrolytes sur le comportement rhéologique des mélanges Poly-bentonite

IV.2.2.3.1 Effet CaCl_2

La Figure IV.14 montre l'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement des mélanges bentonite bentonite-Poly-Salt- CaCl_2 . Le modèle de Herschel-Bulkley (Équation II.8) reproduit correctement le comportement rhéologique des mélanges bentonite-Poly-Salt- CaCl_2 .

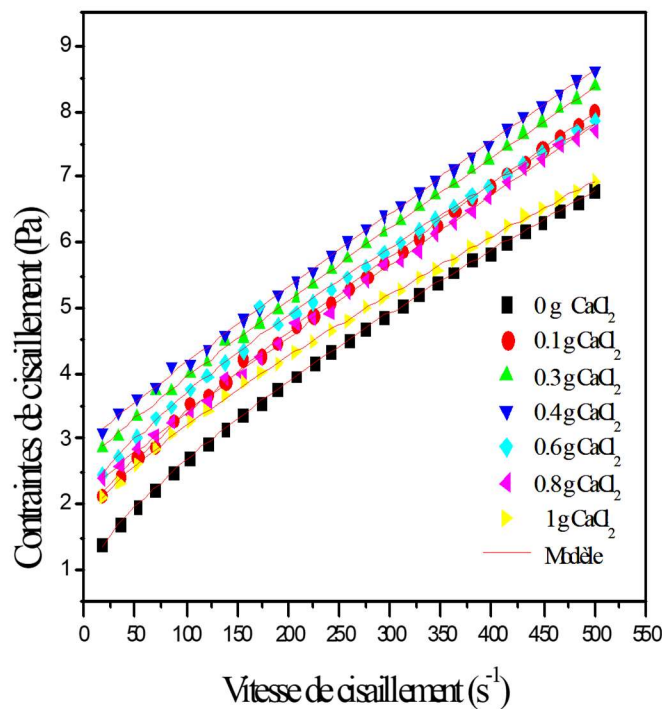


Figure VI.14 : Courbe d'écoulement des mélanges bentonite-Poly-Salt- CaCl_2

Les Figure IV.15 et IV.16 montrent l'évolution du seuil d'écoulement, de l'indice de consistance et d'écoulement en fonction de la dose de CaCl_2 . Les figures montrent que la présence de CaCl_2 augmente le seuil d'écoulement, l'indice de consistance et diminue l'indice d'écoulement du mélange jusqu'à une dose critique de 0.4g de CaCl_2 . A partir de cette dose, le seuil d'écoulement, l'indice de consistance diminue et l'indice d'écoulement augmente.

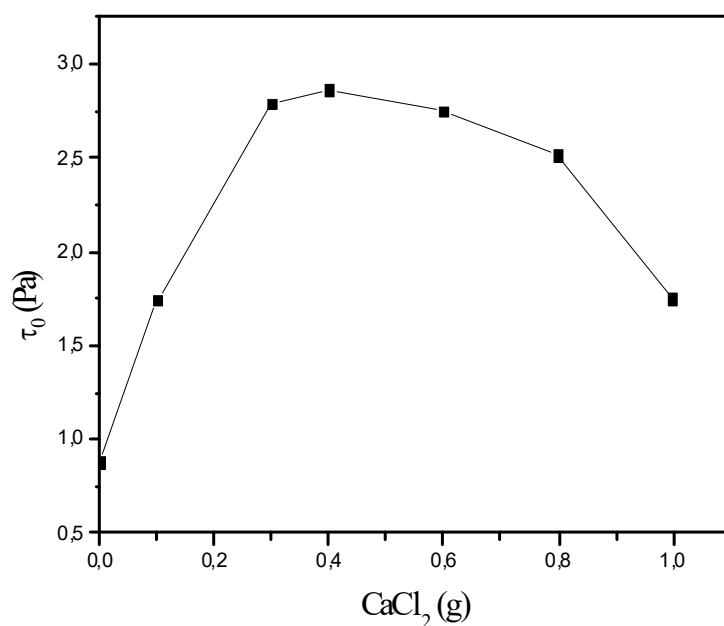


Figure IV.15 : Variation du seuil d'écoulement du mélange bentonite-Poly-Salt en fonction de la dose de CaCl_2 .

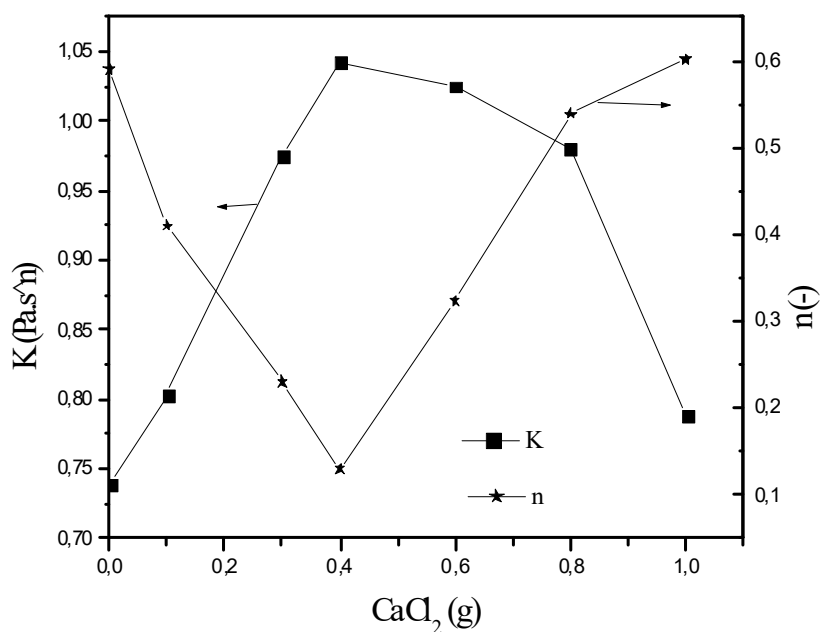


Figure IV.16: Variation de l'indice de consistance et d'écoulement du mélange bentonite-Poly-Salt en fonction de la dose de CaCl_2 .

IV.2.3.3 Effet de BaCl₂

La Figure IV.17 montre l'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement des mélanges bentonite bentonite-Poly-Salt- BaCl₂. Le modèle de Herschel-Bulkley (Équation II.8) reproduit correctement le comportement rhéologique des mélanges bentonite-Poly-Salt BaCl₂.

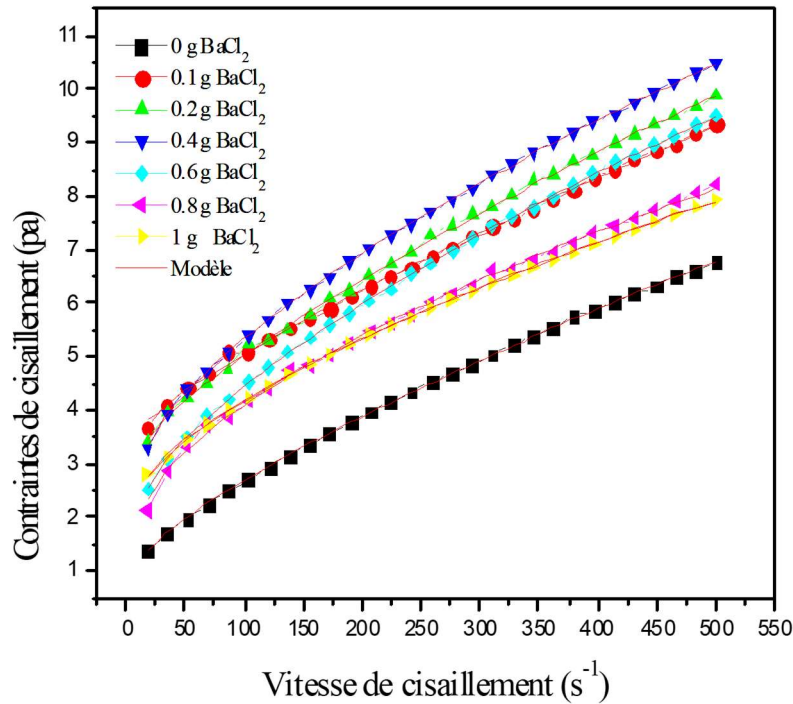


Figure IV.17 : Courbe d'écoulement des mélanges bentonite-Poly-Salt- BaCl₂

Les Figure IV.18 et IV.19 montrent l'évolution du seuil d'écoulement, de l'indice de consistance et d'écoulement en fonction de la dose de BaCl₂. Les figures montrent que la présence de BaCl₂ augmente le seuil d'écoulement, l'indice de consistance et diminue l'indice d'écoulement du mélange jusqu'à une dose critique de 0.4g de BaCl₂. A partir de cette dose, le seuil d'écoulement, l'indice de consistance diminue et l'indice d'écoulement augmente.

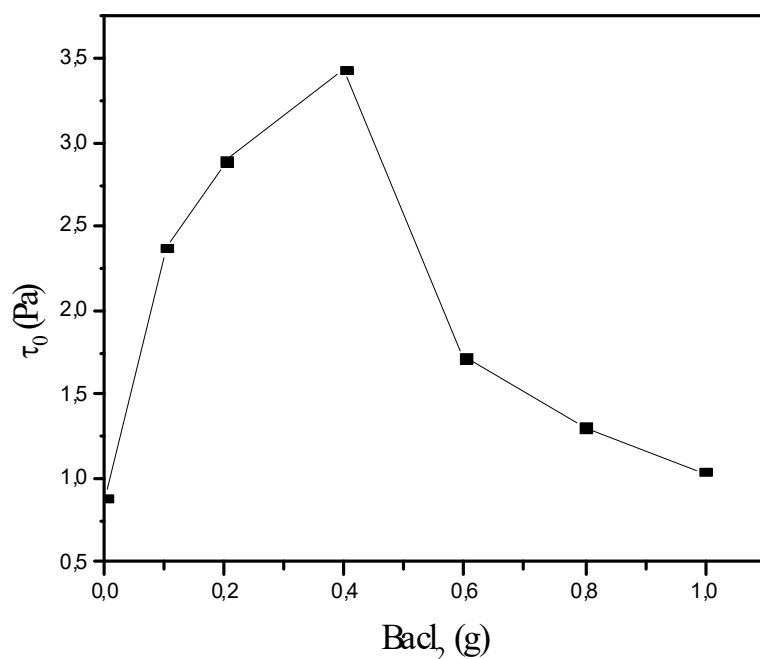


Figure IV.18 : Variation du seuil d'écoulement du mélange bentonite-Poly-Salt en fonction de la dose de BaCl₂

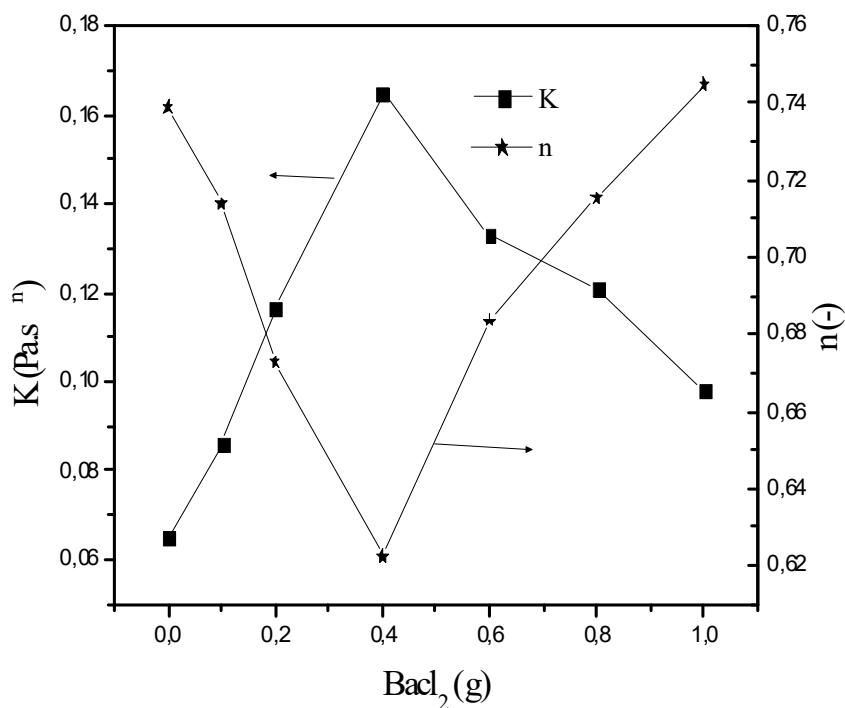


Figure IV.19: Variation de l'indice de consistance et d'écoulement du mélange bentonite-Poly-Salt en fonction de la dose de BaCl₂.

IV.2.3.4 Effet de KCl sur la viscoélasticité du mélange bentonite-Poly-Salt

La Figure IV.20 montre l'évolution de courbe de fluage en fonction du temps pour différents dose de KCl ajoutée au mélange bentonite- Poly-Salt. On remarque sur la courbe de fluage que l'augmentation de la dose de KCl provoque une augmentation de la viscoélasticité et une diminution de la fluidité, de la viscosité newtonienne et des viscosités retardées du mélange. D'après M'bodj et al [80] l'augmentation de la viscoélasticité est liée à l'évolution de l'agrégation des particules argile cette agrégation est causée par la diminution des forces répulsives due à la compression de la double couche électrique. Lorsqu'on augmente la dose de KCl, l'agrégation se renforce dans le système et des paquets de particules rigides sont formés. Ce rapprochement progressif des particules argileuses favorise la réorganisation des particules en un réseau tridimensionnel où les associations de type face-face sont dominantes [81].

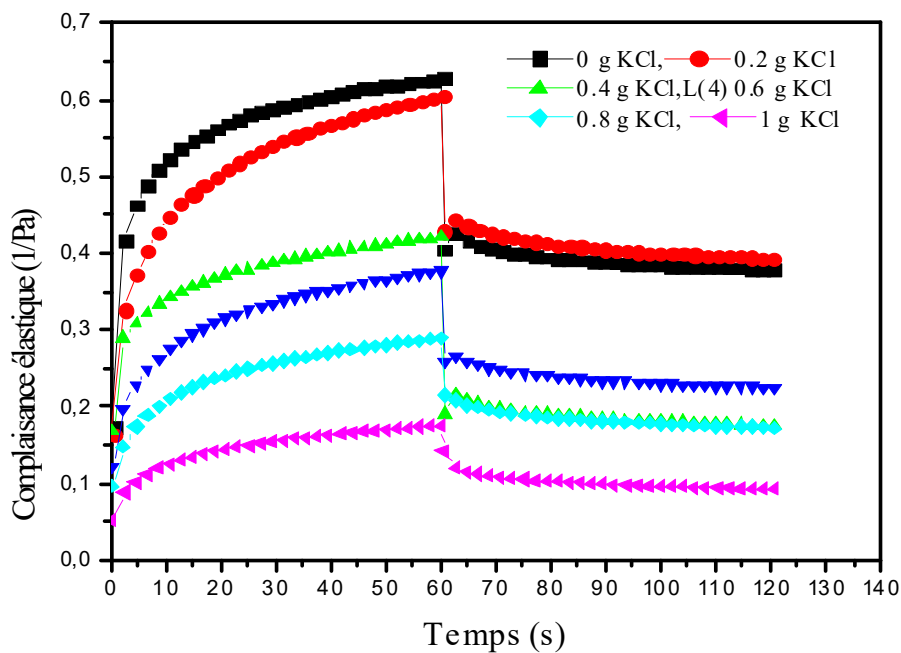


Figure IV.20: Courbe Fluage-Recouvrance du mélange bentonite-Poly-Salt pour différentes dose de KCl (contrainte appliquée est de 0.5 Pa)

Pour quantifier l'effet de KCl sur le comportement viscoélastique du mélange Bentonite-Poly-Salt, nous avons calculé le taux de recouvrance par le mélange après l'annulation de la contrainte.

$$\Delta J = \frac{J(60) - J(60)}{J(60)} \times 100$$

La Figure IV.21 montre la variation de ΔJ en fonction de la concentration. Pour une dose 0 g de KCl le pourcentage du taux de recouvrance ΔJ est environ de 36% et de 52% une dose de KCl de 1g indique un comportement proche de celui d'un solide élastique.

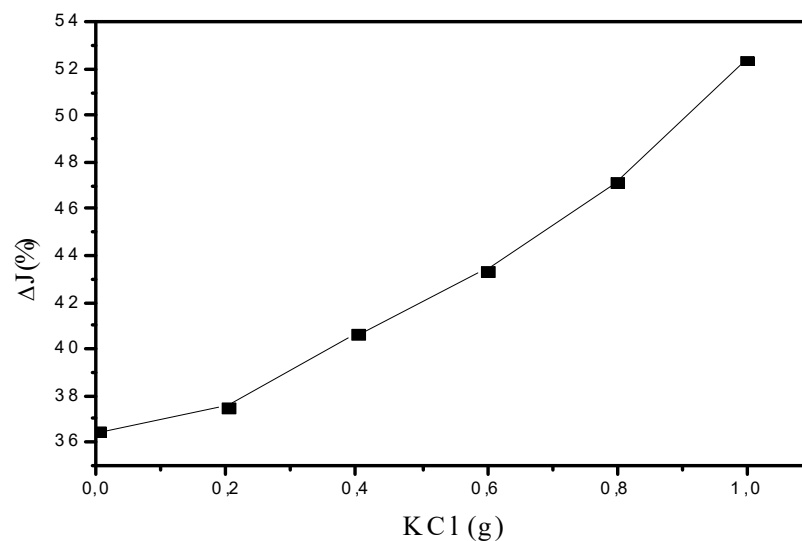


Figure IV.21 : Taux de recouvrance du mélange bentonite-Poly-Salt en fonction de la dose de KCl.

IV.2.3.5 Effet de CaCl_2 sur la viscoélasticité du mélange bentonite-Poly-Salt

La Figure IV.22 montre l'évolution de courbe de fluage en fonction du temps pour différents dose de CaCl_2 ajoutée au mélange bentonite- Poly-Salt. La figure montre que la présence de CaCl_2 provoque une augmentation la viscoélasticité et une diminution de la fluidité, de la viscosité newtonienne et des viscosités retardées du mélange jusqu'à une dose critique de 0.4g de CaCl_2 . A partir de cette dose, la viscoélasticité diminue et de la fluidité, de la viscosité newtonienne et des viscosités retardées du mélange augment.

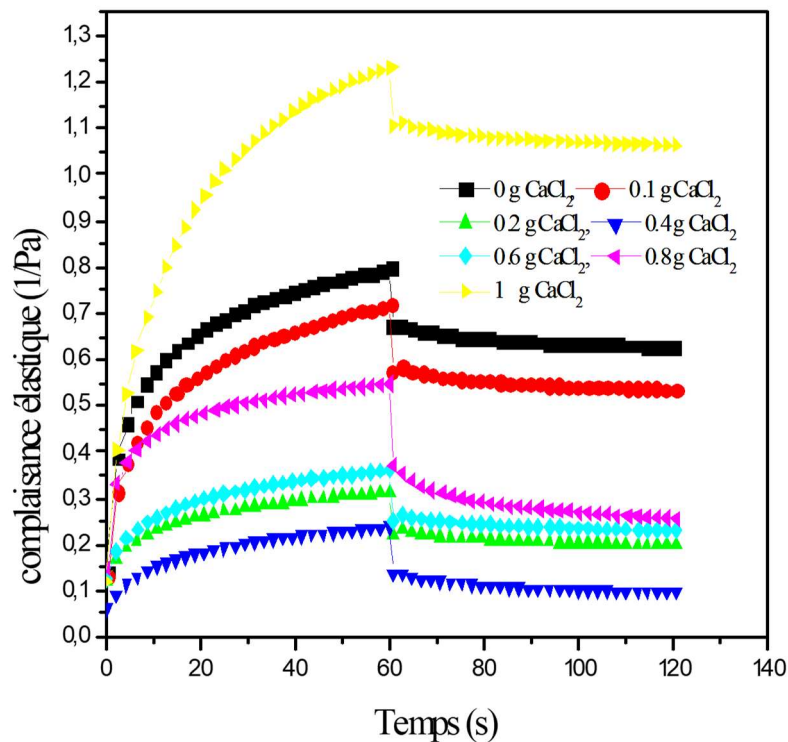


Figure IV.22: Courbe Fluage-Recouvrance du mélange bentonite-Poly-Salt pour différentes dose de CaCl₂ (contrainte appliquée est 0.5 Pa)

IV.4 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons étudié de L'effet de concentration massique sur les propriétés rhéologiques en polysalt et la concentration massique des électrolytes sur le comportement rhéologique des mélanges polysalt, polysalt-bentonite.

Le comportement rhéologique de la solution eau-polysalt est décrit par le modèle de Bingham (thixotrope). L'étude montre que la concentration massique en polysalt provoquant une augmentation de la surface thixotrope, seuil d'écoulement, indice de consistance et la viscoélasticité et une diminution de la fluidité.

Concernant le mélange polysalt-électrolytes (BaCl₂ et NaCl)le comportement rhéologique est décrit par le modèle de Bingham et une diminution du seuil d'écoulement et la viscosité plastique avec l'augmentation de la concentration en BaCl₂ et NaCl et d'autre part Pour le mélange polysalt-électrolytes (KCl) le modèle est Herschel-Bulkley, la présence de KCl augmente le seuil d'écoulement, l'indice de consistance et diminue l'indice d'écoulement du mélange jusqu'à une dose critique de 0.6g de KCl. A partir de cette dose, le seuil d'écoulement, l'indice de consistance diminue et l'indice d'écoulement augment.

Pour l'effet des électrolytes sur le comportement rhéologique, l'étude montre que la solution eau-polysalt-bentonite-électrolytes (CaCl_2 BaCl_2) est décrite par le modèle de Herschel-Bulkley. La présence de CaCl_2 ou BaCl_2 augmente le seuil d'écoulement, l'indice de consistance et diminue l'indice d'écoulement du mélange jusqu'à une dose critique de 0.4g. A partir de cette dose, le seuil d'écoulement, l'indice de consistance diminue et l'indice d'écoulement augment. Et pour l'effet de KCl ou CaCl_2 sur la viscoélasticité du mélange bentonite-Poly-Salt l'étude montre que l'augmentation de la dose de KCl provoque une augmentation de la viscoélasticité et une diminution de la fluidité et pour l'augmentation de la dose de CaCl_2 provoque une augmentation la viscoélasticité et une diminution de la fluidité jusqu'à une dose critique de 0.4g de CaCl_2 . A partir de cette dose, la viscoélasticité diminue et de la fluidité, de la viscosité newtonienne et des viscosités retardées du mélange augmente.

CONCLUSION

GÉNÉRALE

Conclusion général

Les argiles sont couramment utilisées dans de nombreuses applications industrielles, notamment dans la fabrication de la céramique, la fabrication des médicaments, le traitement des eaux polluées pour l'adsorption de composés organiques toxiques et la stabilisation des émulsions huiles-eau. Les argiles sont utilisées également dans l'industrie agroalimentaire et dans la composition des produits cosmétiques et pharmaceutiques. A l'état liquide, L'argile joue généralement le rôle d'un composant "viscosifiant" dans les boues de forage des puits pétroliers.

Dans une boue de forage à base d'eau, l'argile n'est pas le seul élément viscosifiant des polymères et des électrolytes sont souvent ajoutés au fluide de forage pour lui conférer les propriétés adéquates lui permettant de remplir de nombreuses fonctions et donc, de permettre un bon déroulement des opérations de forage. La boue de forage doit tout d'abord créer une pression hydrostatique permettant d'assurer la stabilité des parois forées et d'empêcher la venue de fluides provenant des nappes souterraines traversées. Elle doit également former un "cake" pour limiter la filtration vers la paroi poreuse, permettre de 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.

L'objectif principal de ce de travail est d'aboutir une caractérisation fine des propriétés rhéologiques de la bentonite utilisée dans les fluides de forage et des mélanges bentonite-polymère-électrolytes dans le but de déterminé des bons conditions de fonctionnement des pompes pendant l'opération de forage pétrolier

Le modèle de Herschel-Bulkley est le plus adapté pour ajuster la dépendance de la contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement de la bentonite pour des concentrations massique variant entre 2% à 10%. L'augmentation la concentration de la température montrant une augmentation du seuil d'écoulement et de l'indice de consistance de la bentonite, en revanche une diminution de l'indice d'écoulement est observée.

L'étude montre aussi pour des pH inférieur à 7 une augmentation des paramètres rhéologiques de modèle de cross modifié (seuil d'écoulement, η_0 et η_∞) et pour des pH supérieur à 7 une diminution des paramètres rhéologiques de modèle de cross modifié (seuil d'écoulement, η_0 et η_∞).

L'étude expérimentale du comportement rhéologique des mélanges bentonite-polymère non ionique -électrolytes a nécessité un travail préliminaire en utilisant un polymère type. Le Poly-Salt a été choisi, surtout qu'il est souvent utilisé dans la formulation des boues de forage en ajoutant le Poly-Salt. Il a été montré que, que l'augmentation de la concentration

Conclusion général

en Poly-Salt provoque une augmentation de la surface de thixotropie et l'état de restructuration de Poly-Salt. L'étude montre aussi une augmentation du seuil d'écoulement et la viscosité plastique avec l'augmentation de la concentration de Poly-salt. Cette augmentation des paramètres rhéologiques de Bingham dû à l'augmentation de la concentration en polymère qui renforce l'enchevêtrement des chaînes et gêne davantage l'écoulement du fluide.

La dernière partie de ce travail a été dédiée à l'étude expérimentale de l'effet de l'ajout des électrolytes sur le comportement rhéologique des mélanges de bentonite –Poly-Salt. L'étude expérimentale que l'augmentation de la dose **CaCl₂** et **BaCl₂** dans le mélange bentonite-Poly-Salt provoque une augmentation du seuil d'écoulement, l'indice de consistance et diminution de l'indice d'écoulement du mélange jusqu'à une dose critique de 0.4g de **CaCl₂** et **BaCl₂**. A partir de cette dose, le seuil d'écoulement, l'indice de consistance diminue et l'indice d'écoulement augment. L'étude rhéologique montre aussi que la présence de KCl dans le mélange bentonite –Poly-Salt provoque une augmentation de la viscoélasticité et une diminution de la fluidité, de la viscosité newtonienne et des viscosités retardées du mélange.

Ce travail pourrait être approfondi et complété notamment dans modélisation de la thixotropie des boues forage et des mélanges boue de forage-polymères-électrolytes et l'utilisation d'autres types d'argiles ainsi que d'autres additifs.

Références

Références

- [1] Riadh Ahmed 2017 Technologie de forage (LATF-3), National engineering of Sfax (ENIS) .
- [2] : KHODJA MOHAMED, les fluides de forage : étude des performances et considérations environnementales, thèse de doctorat, génie des procédés et de l'environnement, l'institut national polytechnique de Toulouse, (2008)
- [3] Nguyen J.P ; Le forage , éditions thechnip 1993
- [4] Bergerot, J.P, Technologie forage – puits HPHT, HPHT, conférence GEP-AFTP, Paris , 8 février 2012 ;
- [5] BABA HAMED SAMIRA, transport des déblais dans les forages pétroliers cas des forages inclinés, thèse de doctorat, d'hydraulique, université des sciences et de la technologie d'Oran Mohamed Boudiaf,
- [6] DHAKER EZZEDDINE, modélisation du comportement dynamique d'un train de tiges de forage pétrolier : application aux vibrations latérales, thèse de doctorat, technique et économie de l'exploitation du sous-sol, l'école nationale supérieure des mines de paris, (2017)
- [7] PAYNE J.D. UNOCAL CORP. CHRIS HUSTON, SMITH INTL. INC. AND M.J. BUNYAK, Unocal corp.field results of shallow horizontal drilling in unconsolidated sands, offshore California. 24th annual otc in houston, texas, may 4-7, (1992).
- [8] CARPENTER D.E., SHELL DEVELOPMENT CO., AND DAZET S.C. SHELL WESTERN E&P INC, horizontal wells in a steam drive in the midway sunset field ” 24th annual otc in Houston, texas, may 4-7, (1992).
- [9] Jorf n° 00 97 du 25 avril 2009 (drill pipes) et leur raccords (tools joints).
- [10] NGOC HA DAO, modélisation de la fatigue des systèmes de forage de puits à trajectoire complexe, thèse de doctorat, technique et économie de l'exploitation du sous-sol, l'école nationale supérieure des mines de paris, (2014)
- [11] HAFSI TAKIEDDINE SOMAA ISMAIL, appareil de forage, étude et dimensionnement cas: champs HASSI MESSAOD, master professionnel, hydrocarbure, université kasdi merbah ouargla, (2012).

Références

- [12] BENCHABANE A, "Étude du comportement rhéologique de mélanges argiles polymères. Effets de l'ajout de polymères". Thèse de doctorat, université louis pasteur, Strasbourg, France (2006).
- [13] CHALAH KACI ; Influence de l'ajout des polymères (pac, hec) et de la température sur le comportement rhéologique et les propriétés électrocinétiques des fluides de forage à base d'eau, mémoire de magister, université m'hamed bougara : physico-chimie des matériaux minéraux (2011)
- [14] (les boues de forage) formation de ENSP (2008).
- [15] LARIBI, S. J.-M. FLEUREAU, J.-L. GROSSIORD AND N. KBIR-ARIGUIB, "comparative yield stress determination for pure and interstratified smectite clays" rheol. Acta 44, 262-269 (2005).
- [16] Luckham, p. F. And s. Rossi, "colloidal and rheological properties of bentonite suspensions" adv. Colloid interface sci. 82, 43-92 (1999).
- [17] JOZJA, N. "Etude de matériaux argileux albanais. Caractérisation "multi-échelle" d'une bentonite magnésienne. Impact de l'interaction avec le nitrate de plomb sur la perméabilité." thèse de doctorat de l'université d'orléans (2003).
- [18] GLAESER, R, "complexes organo-argileux et rôle des actions échangeables." thèse de doctorat d'état d'université paris vi (1953).
- [19] TOURET, O, C. H. PONS, D. TESSIER AND Y. TARDY, "étude de la répartition de l'eau dans des argiles saturées Mg^{2+} aux fortes teneurs en eau" Clay minérales 25, 217–233 (1990).
- [20] M'BODJ, O, N. K. ARIGUIB, M. T. AYADI AND A. MAGNIN, "plastic and elastic properties of the systems interstratified clay-water-electrolyte-xanthan" j. Colloid interface sci. 273, 675-684 (2004).
- [21] IALLIS-TERRISSE, H, "interaction des silicates de calcium hydratés, principaux constituants du ciment, avec les chlorures d'alcalins. Analogie avec les argiles." thèse de doctorat de l'université de bourgogne (2000).
- [22] PEDRO, G, "les minéraux argileux" dans "pédologie (2 - constituants et propriétés du sol)". Eds. Du chaufour ph. Et southier b. Masson, paris 665p, 47-64 (1994).

Références

- [23] CAILLERE, S., S. HENIN AND M. RAUTUREAU, "minéralogie des argiles" Masson, tomes 1 et 2, (1982).
- [24] PLUART, L, J. DUCHET, H. SAUTEREAU, P. HALLEY AND J.-F. GERARD, "rheological properties of Organoclay suspensions in epoxy network precursors" *appl. Clay sci.* 25, 207-219 (2004).
- [25] BESQ, A, "écoulements laminaires de suspensions de bentonite industrielles. Caractérisation Rhéométrique - écoulements en conduites axisymétriques. Applications aux activités du génie Civil," thèse de doctorat de l'université de Poitiers (2000).
- [26] NICOLAS TIXIER ; approche des propriétés rhéologiques de suspensions biologiques floculées. Thèse doctorat, université de limoges discipline : chimie et microbiologie de l'eau (2003).
- [27] MECILI MOURAD ; étude théorique du transfert de chaleur d'un fluide non-newtonien en écoulement laminaire à l'intérieur d'une conduite, l'université de Skikda : énergétique (2008)
- [28] SANDRINE PAUMIER ; facteurs déterminant l'organisation et la rhéologie du système argile-eau pour des suspensions de smectites. Thèse de doctorat, université de Poitiers, école supérieure d'ingénieurs de Poitiers (2006).
- [29] KAOUTHER BEN AZOUZ AHMED, relations entre propriétés rhéologiques et structure microscopique de dispersions de particules d'argile dans des solutions de polymères, thèse de doctorat, l'université de haute alsace, mécanique (2010).
- [30] PICARD G, "hétérogénéité de l'écoulement du fluide à seuil: approche phénoménologique et modélisation élasto-plastique", thèse de doctorat. Université de paris vii. Denis-dederot, (2004).
- [31] DETERRE R. ET FROYER G., "introduction aux matériaux polymères", tec & Doc Lavoisier(1997).
- [32] J. D. G.,Duran, M. M.Ramos-Tejada, F. J.Arroyo, F. Gonzalez-Caballero . Rheological and electrokinetic properties of sodium montmorillonite suspensions: I. Rheological properties and interparticle energy of interaction. *Journal of Colloid and Interface Science.* 2000 (229) 107-117

Références

- [33] M. Binna, N. Kbir-Ariguib, A. Magnin, F. Berjaya. Effect of pH on Rheological Properties of Purified Sodium Bentonite Suspensions. *Journal of Colloid and Interface Science*. 1999 (218) 442–455.
- [34] R. Goh, Y.K. Leong, B. Lehane. Bentonite slurries-zeta potential, yield stress, adsorbed additive and time-dependent behavior. *Rheol Acta*. 2011 (50) 29–38.
- [35] C.E Lee, S Chandra S, Leong Y.K. Structural recovery behaviour of kaolin, bentonite and K-montmorillonite slurries. 2012 (223) 105–109.
- [36] K. Bekkour, M. Leyama, A. Benchabane, O. Scrivener. Time-dependent rheological behavior of bentonite suspensions: An experimental study. *Journal of Rheology*. (2005) (49(6) 1329-1345.
- [37] BANDRUP J., IMMERGUT E.H., GRULKE E.A. – *Polymer Handbook*. 4e edition, 2 vol., Wiley, New York (2003).
- [38] METANOMSKI W.V. – *Compendium of Macromolecular Nomenclature*. Blackwell Sci. Publ., Oxford (1991).
- [39] IUPAC RECOMMENDATIONS, Glossary of class names of polymers based on chemical structure and molecular architecture, *Pure Appl. Chem.*, Vol. 81, No. 6, pp. 1131–1186 (2009). *Encyclopedie de reference en science des polymeres*.
- [40] VAN KREVELEN D.W. – *Properties of Polymers*. 3e edition, Elsevier, Amsterdam (1990).
- [41] BARTON A.F.M. – *Handbook of solubility parameters and Other Cohesion Parameters*. 2e edition, CRC Press, Boca Raton (Fla) (1991).
- [42] BICERANO J. – *Prediction of Polymer Properties*. 3e Ed., Marcel Dekker, New York (2002).
- [43] MARK J.E (ed.), *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press Inc. (1999).
- [44] VAN KREVELEN D.W. – *Properties of Polymers*. 3e edition, Elsevier, Amsterdam (1990).
- [45] BANDRUP J., IMMERGUT E.H., GRULKE E.A. – *Polymer Handbook*. 4e Ed., 2 vol., Wiley, New York (2003).
- [46] BARTON A.F.M. – *Handbook of solubility parameters and Other Cohesion Parameters*. 2e edition, CRC Press, Boca Raton (Fla) (1991).

Références

- [47] BICERANO J. – Prediction of Polymer Properties. 3e Ed., Marcel Dekker, New York (2002).
- [48] MARK J.E (ed.), Polymer Data Handbook. Oxford University Press Inc. (1999).
- [49] METANOMSKI W.V. – Compendium of Macromolecular Nomenclature. Blackwell Sci. Publ., Oxford (1991).
- [50] IUPAC RECOMMENDATIONS, Glossary of class names of polymers based on chemical structure and molecular architecture, Pure Appl. Chem., Vol. 81, No. 6, pp. 1131–1186 (2009).
- [51] A. Benchabane. *Etude du comportement rhéologique de mélanges argiles -polymères. Effets de l'ajout de polymères.* Thèse de doctorat. Université Louis Pasteur - Strasbourg I (2006),
- [52] Service de Sciences des Polymères, « Printemps des Sciences 2010 - Les polymères - Université libre de Bruxelles » [PDF], sur inforsciences8.ulb.ac.be, mars 2010 (consulté le 3 novembre 2015)
- [53] Charles E. Wilkes, James W. Summers et Charles Anthony Daniels, *PVC Handbook*, Munich, Hanser Verlag, 2005,
- [54] Introduction aux matériaux polymères. Rémi Deterre, Bernard Lestriez. Lavoisier Tec&Doc. 2^{de} édition. 2016.
- [55] De la macromolécule au matériau polymère. Jean-Louis Halary, Françoise Lauprêtre. Belin. 2006.
- [56] Chimie et physico-chimie des polymères. Michel Fontanille, Yves Gnanou. Dunod.
- [57] Traité des matériaux. Matériaux polymères. Propriétés mécaniques et physiques. Hans-Henning Kausch, Nicole Heymans, Christopher John Plummer, Pierre Decroly. Presses Polytechniques et Universitaires Romandes.
- [58] Chimie des polymères. Exercices et problèmes corrigés. Thierry Hamaide, Laurent Fontaine, Jean-Luc Six. Lavoisier Tec&Doc. 2^{de} édition. 2014.

Références

- [59]Initiation à la chimie et à la physico-chimie des polymères. Ouvrages de la commission pédagogique du Groupe Français des Polymères (GFP).
- [60]VAN KREVELEN D.W. – Properties of Polymers. 3e édition, Elsevier, Amsterdam (1990). BANDRUP J., IMMERGUT E.H., GRULKE E.A. – Polymer Handbook. 4e Ed., 2 vol., Wiley, New York (2003).
- [61]BARTON A.F.M. – Handbook of solubility parameters and Other Cohesion Parameters. 2e édition, CRC Press, Boca Raton (Fla) (1991).
- [62]BICERANO J. – Prediction of Polymer Properties. 3e Ed., Marcel Dekker, New York (2002).
- [63]MARK J.E (ed.), Polymer Data Handbook. Oxford University Press Inc. (1999).
- [64] Carrega M. et coll., Matériaux industriels, matériaux polymères, Dunod, Paris, 2000.
- [65] Nakayama K., International Polymer Science and Technology, 1991,
- [66]Kim B.K., Lee S.Y., Lee J.S., Baek S.H., Choi Y.J., Lee J.O., Xu M., Polymer Journal, 2000.
- [67] D. Bonn, J. Meunier . Bistability in non-Newtonian flow: Rheology of lyotropic liquid crystals. Physical Review E .1998 (58) 2115-2118.
- [68] X. Cao, Y. Li, S. Jiang, H. Sun, A. Cagna, L. Dou , A study of dilational rheological properties of polymers at interfaces, Journal of colloid and interface science 270 (2004) 295-298.
- [69] B. Abu-Jdayil, M. Ghannam, The modification of rheological properties of sodium bentonite-water dispersions with low viscosity CMC polymer effect, Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects 36 (2014), 1037-1048.
- [70] L.Hammadi, N. Boudjnanne, M. Belhadri, Effect of polyethylene oxide (PEO) and shear rate on rheological properties of bentonite cla, Applied Clay Science 99 (2014)
- [71] W. Brostow , T. Sterzynski, S. Triouleyre, Rheological properties and morphology of binary blends of a longitudinal polymer liquid crystal with engineering polymers, Polymer 37 (1996)1561-1574.

Références

- [72] F.Behrouzian, S.M.A.Razavi, H. Karazhiyan, Intrinsic viscosity of cress (*Lepidium sativum*) seed gum: Effect of salts and sugars, *Food Hydrocolloids* 35 (2014) 100-105.
- [73] F.Yasar, H. Togrul, N. Arslan , Flow properties of cellulose and carboxymethyl cellulose from orange peel, *Journal of Food Engineering* 81 (2007) 187-199.
- [74] M. Dogan, Q.S.Toke, M. Goksel , Rheological behaviour of instant hot chocolate beverage: Part 1. Optimization of the effect of different starches and gums, *Food Biophysics* 6 (2011) 512-518.
- [75] J.I. Horinaka, A.Okamoto, T. Takigawa, Rheological characterization of konjac glucomannan in concentrated solutions, *Journal of Food Measurement and Characterization* 10 (2016) 220-225.
- [76] A. Sarode, P. Wang, C. Cote, D.R. Worthen, Low-viscosity hydroxypropylcellulose (HPC) grades SL and SSL: versatile pharmaceutical polymers for dissolution enhancement, controlled release, and pharmaceutical processing, *AAPS PharmSciTech* 14 (2013)151-159.
- [77] J.A. Asas , V.E. Santos, F. Garcia-Ochoa, Xanthan gum production under several operational conditions: molecular structure and rheological properties, *Enzyme and microbial technology* 26(2000) 282-291.
- [78] T.F. Tadros, A. Vandamme, B. Leveck, K. Booten, C.V. Stevens , Stabilization of emulsions using polymeric surfactants based on inulin, *Advances in colloid and interface science* 108 (2004)207-226.
- [79] A. Benchabane, K. Bekkour, Rheological properties of carboxymethyl cellulose (CMC) solutions, *Colloid and Polymer Science* 286 (2008) 1173-1180.
- [80] O. M'bodj, N. K. Ariguib, M. T. Ayadi , A. Magnin. Plastic and elastic properties of the systems interstratified clay-water-electrolyte-xanthan. *Journal of Colloid and Interface Science* 273 (2004) 675-684.
- [81] J. D. G.,Durán, M. M. Ramos-Tejada, F. J. Arroyo , F. Gonzalez-Caballero 2000 Rheological and electrokinetic properties of sodium montmorillonite suspensions. *Journal of Colloid and Interface Science*.229 (2000) 107-117.

