

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université M'hamedBougara de Boumerdès



Faculté des Sciences - Département de Chimie

Domaine : Science de la matière

Filière : Chimie

Spécialité : Physico-chimie des matériaux

Mémoire de projet de fin d'études en vue de l'obtention du Diplôme de Master

Présenté et soutenu par

Mlle BENZINE Khadidja

27 juin 2016

Thème

**« ELABORATION DE CIMENT PETROLIER SPECIAL
A PARTIR DE MINERAUX LOCAUX »**

Soutenu le 27 juin 2016 devant le jury composé de :

IREKTI Amar	Maitre de conférences B-FS-UMBB	Présidente
ZIBOUCHE Fatima	Maitre de conférences A FS-UMBB	Promoteur
KHODJA Malika	Ingénieur Spécialiste DTD-Sonatrach	Co- Promoteur
BOUDISSA Nassima	Maitre de conférences B-FS-UMBB	Examineur
BENOSMANE Nadjib	Maitre de conférences B-FS-UMBB	Examineur

Dédicace

Il est naturel que ma pensée la plus forte aille vers ma mère, à qui je dois la vie et une part essentielle de ma personnalité. Qu'elle sache que l'amour qu'elle me donne continue à m'animer et me permet d'envisager l'avenir comme un défi.

Ce travail est dédié à mon père BENZINE Mohamed, décédé trop tôt, qui m'a toujours poussé et motivé dans mes études. J'espère que, du monde qui est sien maintenant, il apprécie cet humble geste comme preuve de reconnaissance. Puisse Dieu, le tout puissant, l'avoir en sa sainte miséricorde

Remerciements

Je suis très reconnaissant à mes encadrant :

Madame ZIBOUCHE Fatima, Maitre de conférences A FS-UMBB et
Madame KHODJA Malika ingénieur d'état grade principal à la
Division, Technologie et développements pour l'aide compétente
qu'elles m'ont apporté, pour leur patience et leurs encouragements.
Leurs critiques m'ont été très précieuses pour structurer ce travail et pour
améliorer la qualité des différentes sections.

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

NOMENCLATURE

Formulations de ciment

F0 : formulation de base du laitier de ciment
FB : formulation de base plus bentonite
FD : formulation de base plus diatomite
P.P.C : par poids de ciment

Paramètres rhéologiques

Vp : viscosité plastique (cP).
Yv : yield value (lbs/ft²)

JMP

EL : Eau libre
RC: Résistance à la compression
TP: Temps de pompage
EX: Expansion

Table des matières

NOMENCLATURE	1
INTRODUCTION	1
Chapitre I : cimentation des puits de pétrole et de gaz	2
1-1. Cimentation des puits de pétrole et de gaz.....	2
1-2. Descente de tubage	2
1-3. Circulation de la boue	2
1-4. Cimentation du puits.....	2
1-5. Causes d'échec des cimentations de tubage	3
1- 5-1 Les pertes lors de la mise en place du laitier.....	3
1- 5-2 La prise rapide (Flash Set)	3
1- 5-3 Dégradation des résistances mécaniques.....	3
1- 5-4 La mauvaise étanchéité (ciment – formations).....	3
1- 5-5 Contamination du laitier de ciment par la boue.....	4
1- 5-6 Corrosion de la pierre de ciment	4
1- 5-7 L'expansion.....	4
Chapitre II : le ciment Portland & ses Caractéristiques	6
2- 1 Le ciment portland [2] [3].....	6
2- 2 Définition.....	6
2- 3 Fabrication du ciment.....	6
2- 4 Composition du ciment Portland	6
2-4- 1 Mécanisme d'hydratation du ciment portland [5]	7
2-4- 2 Réactions d'hydratation du ciment portland.....	8
2-4- 3 Propriétés principales des constituants hydratés du CPA	9
2-4- 4 Hydratation du ciment en présence d'allégeant	10
2-4- 5 Hydratation du système pouzzolane C3S.....	10
2-4- 6 Hydratation du système pouzzolane-C3A.....	10
2- 5 Influence de la température sur l'hydratation du ciment portland	10
2- 6 Influence de chlorure de sodium.....	10
Chapitre III : le ciment pétrolier & ses Caractéristiques	11
3- 1 Le ciment pétrolier	11
3- 2 Classification des ciments pétroliers [3]	11
3- 3 Influence des facteurs inhérents au sondage sur le ciment.....	12
3-3-1. Influence de la température	12
3-3-2. Influence de la pression.....	12
3-3-3. Influence des eaux de formation	12
3- 4 Propriétés rhéologiques et physico-mécaniques des ciments	13
3- 4-1 Temps de pompabilité.....	13
3- 4-2 Les additifs.....	13

3- 4-3	Poids spécifique	13
3- 4-4	Injectabilité	14
3- 4-5	Taux de filtration.....	14
3- 4-6	Résistance à la compression	14
3- 4-7	Elasticité	15
3- 4-8	Perméabilité	15
3- 4-9	Adhérence	15
3- 4-10	Retrait - expansion	16
3- 5	Les ciments allégés [25].....	16
3- 5-1	Procédés utilisés pour alléger le laitier de ciment	16
3- 6	Propriétés générales des laitiers de ciment allégés.....	16
3- 7	Ciments à la bentonite.....	17
3-7-1	La bentonite	17
3-7-2	Structure de la bentonite	17
3-7-3	Mécanisme de gonflement	18
3-7-4	Floculation et défloculation des suspensions bentonitiques.....	19
3-7-5	Influence de la concentration de bentonite :	19
3-7-6	Utilisation de la bentonite dans les ciments :	19
3- 8	Caractéristiques des ciments allégés à base de bentonite	20
3- 9	Ciments allégés à base de diatomite :	20
3-9-1	La diatomite	20
3-9-2	Utilisation des diatomites dans les ciments allégés.....	20
3-9-1	Caractéristiques des ciments allégés à base de diatomite.....	21
Chapitre IV : RHEOLOGIE.....		22
4- 1	Introduction	22
4- 2	Définition de la rhéologie :.....	22
4- 3	Les paramètres de la rhéologie	22
4-3-1	La contrainte de cisaillement [14], [30]	22
4-3-2	Déformation de cisaillement : [19],[30]	23
4-3-3	La vitesse de cisaillement : [19]	24
4-3-4	La viscosité : [19]	24
4- 4	Typologie de l'écoulement : [1]	24
4-4-1	Les fluides indépendants du temps : [16]	25
4-4-2	Les fluides newtoniens : [17]	25
4-4-3	Les fluides non newtoniens : [9]	25
4-4-4	Les fluides à contrainte critique : [31].....	25
4- 5	Les modèles rhéologiques :	26
4-5-1	Le modèle de Bingham : [15].....	26
4-5-2	Le Modèle de casson : [32].....	26
4-5-3	Le modèle d'Ostwald (Loi de puissance) : [20].....	26
4-5-4	Le modèle d'Hershel-Buckley : [15]	27

4- 6	Fluides sans contrainte critique : [20]	27
4- 7	Les fluides dépendant du temps :.....	28
4- 8	Fluide thixotropes :	28
4- 9	Fluide rhéopexes : [33]	28
4- 10	Les fluides viscoélastiques : [21]	28
Chapitre V : Caractérisations des matières premières :		29
5-1	Préparation de ciments allégés.....	29
5-2	Composition chimique des différents constituants du laitier	29
5-2- 1	La fluorescence X a été utilisée comme technique d'analyse	29
5-2-1- 1	Ciment pétrolier de classe G	29
5-2-1- 2	Analyse minéralogique.....	29
5-2-1- 3	Bentonite	29
5-2-1- 4	Diatomite	29
5-3	Propriétés physiques	30
5-3- 1	Ciment classe G	30
5-3- 2	Bentonite	30
5-3- 3	Diatomite	30
5-4	Analyse par diffraction aux rayons X	30
5-4- 1	Ciment classe G	30
5-4- 2	Bentonite	31
5-4- 3	Diatomite	32
5-5	Analyse par microscope électronique à Balayage [34].....	33
5-5- 1	Ciment classe G	33
5-5- 2	Bentonite	33
5-6	Analyse par microscope électronique à Balayage de la diatomite	33
Chapitre VI : Résultats d'essais et discussions [35].....		35
6- 1	Ciment allégé à base de bentonite.....	35
6- 2	Ciment allégé à base de diatomée :	35
6- 3	Formulation des échantillons des laitiers de ciment allégés	35
6- 3-1	Les formulations des différentes variantes sont données dans les tableaux ci-après	36
6- 4	Etude des paramètres physico-chimiques et mécaniques.....	36
6- 4-1	Ciment allégé à la bentonite	36
6- 4-1-1	Effet du sel et de bentonite sur les propriétés du ciment allégé :.....	36
a.	Eau libre	36
b.	Temps de pompabilité.....	37
c.	Expansion	38
6- 4-2	Ciment allégé à la diatomée.....	38
6- 4-2-1	Effet du sel et de diatomite sur les propriétés du ciment allégé :.....	38

a.	Eau libre :	38
b.	Temps de pompabilité :	39
c.	Expansion :	40
d.	Résistance mécanique à la compression en présence de la Bentonite.....	40
e.	Résistance mécanique à la compression en présence de la Diatomite :	41
Chapitre VII : Résultats et Discussion « Rhéologie »		42
7- 1	Etude rhéologique des ciments préparés.....	42
7-1-1	Ciment allégé à la bentonite	42
7-1-2	Ciment allégé à la diatomée.....	42
7- 2	Modélisation rhéologique du laitier de ciment	45
7-2- 1	Introduction	45
7-2- 2	Calcul du coefficient de dispersion	45
7-2- 3	Détermination des paramètres rhéologiques par les trois modèles suivant :	45
7-2- 4	Modélisation du comportement rhéologique des différentes formulations de ciment 45	
7-2-4- 1	Formulation ciment classe G seul	45
7-2-4- 2	Formulation ciment classe G en présence de sel.....	46
7-2-4- 3	Formulation ciment classe G en présence de bentonite	48
7-2-4- 4	Formulation de ciment classe G en présence de la diatomite.....	49
Chapitre VIII : Aperçu sur les plans d'expérience [38] [39]		51
8-1	Notions de bases.....	51
8-1-1.	Analyse des résultats	51
8-1-2.	Acquisition progressive de la connaissance	51
8-2	Plan factoriel complet	51
8-3	Modèle mathématique.....	52
8-4	Analyse statistique.....	52
8-5	Mise en œuvre du plan factoriel.....	52
8-6	Plan factoriel.....	53
8-6-1	Matrice d'expériences	53
8-6-2	Modèles mathématiques	54
8-6-3	Analyse Statistique	54
8-6-4	Optimisation par profileur de prévision	61
CONCLUSION		65

Figures

Figure 1: Schéma de l'opération d'une cimentation primaire.	5
Figure 2: Micrographe en lumière réfléchie d'une section polie de clinker de ciment Portland (Taylor (1997))	7
Figure 4: Grain de clinker C ₃ S et phase interstitielle.	9
Figure 5: Particules de C ₃ S (MEB)	9
Figure 3: Particules de C ₃ S (MEB)	9
Figure 6: Influence de concentration de NaCl sur le temps de pompabilité d'un ciment classe G, à différentes températures [23].	12
Figure 7: Contrainte de cisaillement en fonction de gradient de vitesse (cas d'un fluide Binghamien) [18].	14
Figure 8: Influence de concentration en NaCl sur la résistance à la compression à 24 heures.....	15
Figure 10: Empilement des feuillets unitaires dans une bentonite. [21].....	18
Figure 9: Représentation des tétraèdres de silicium et des octaèdres d'aluminium ou de magnésium, ainsi que de leur agencement en couches. [21].	18
Figure 11: Adsorption particulaire (eau liée, eau libre).....	19
Figure 12: Effet de la bentonite sur la résistance mécanique à 24H d'un ciment classe G [23].....	20
Figure 13: Pourcentage de chaux fixée par différents types de pouzzolane de surface spécifique égale à 7000 cm ² /g, [34].	21
Figure 14: Description de la contrainte de cisaillement.	23
Figure 15: Mouvement laminaire de cisaillement entre deux plans parallèles	23
Figure 16: Identification des différentes courbes d'écoulement en se basant sur leur forme caractéristique. [30]	26
Figure 17: courbe d'écoulement des principales catégories de fluide	27
Figure 18: Boucle déhystérésis de fluide thixotropes.	28
Figure 19: Diffractogramme RX d'un ciment classe G, sans ajout (C0), après 90 jours d'hydratation.	30
Figure 20: Diffractogramme RX de la bentonite de Maghnia.	31
Figure 21: Diffractogramme RX d'un échantillon de diatomite de Sig.	32
Figure 22: Présence de Portlandite et de Tobermorite dans le ciment classe G	33
Figure 23: Visualisation de la bentonite de MAGHNIA	33
Figure 24: Fistules de Diatomées GrX 500 (µm)	34
Figure 25: Influence du sel sur l'eau libre des laitiers de ciment allégés avec 20%ppc de bentonite	37
Figure 26: Influence du sel sur le temps de pompabilité des ciments allégés avec 20%p.p.c. de bentonite.....	37
Figure 27: Influence du sel sur l'expansion des ciments allégés avec 20%ppc de bentonite.....	38
Figure 28: Influence du sel sur l'eau libre d'un laitier de ciment classe G avec 10%ppc de diatomite.....	39
Figure 29: Influence du sel sur le temps de pompabilité avec 10%p.p.c. de diatomite	39
Figure 30: Evolution de l'expansion d'un ciment allégé avec 10%p.p.c. de diatomite en fonction de sel.....	40
Figure 31: Influence du sel sur les résistances à la compression des ciments allégés avec 20% ppc de bentonite.	40
Figure 32: Influence du sel sur les résistances à la compression des ciments allégés 10% p.p.c. de diatomite.	41
Figure 33: Influence du sel sur la viscosité plastique (ciment classe G avec 20%ppc de bentonite)	43
Figure 34: Influence du sel sur la contrainte de cisaillements (Yv) (ciment classe G avec 20%ppc de bentonite).....	43
Figure 35: Influence du sel sur la contrainte de cisaillement du laitier avec 10%ppc de diatomite	44
Figure 36: Influence du sel sur la viscosité plastique du laitier avec 10%ppc de diatomite.....	44
Figure 37: Rhéogramme ($\tau - \dot{\gamma}$) représentant les 03 modèles considérés avec les valeurs expérimentales.....	46
Figure 38: Rhéogramme ($\tau - \dot{\gamma}$) représentant les 03 modèles considérés avec les valeurs expérimentales cas 3% de sel	47
Figure 39: Rhéogramme ($\tau - \dot{\gamma}$) représentant les 03 modèles considérés avec les valeurs expérimentales cas 20% de sel	47
Figure 40: Rhéogramme ($\tau - \dot{\gamma}$) représentant les 03 modèles considérés avec les valeurs expérimentales à	48
Figure 41: Rhéogramme ($\tau - \dot{\gamma}$) représentant les 03 modèles considérés avec les valeurs expérimentales à	49
Figure 42: Rhéogramme ($\tau - \dot{\gamma}$) représentant les 03 modèles considérés avec les valeurs expérimentales à 2% de sel	50
Figure 43: Rhéogramme ($\tau - \dot{\gamma}$) représentant les 03 modèles considérés avec les valeurs expérimentales à 10% de sel	50
Figure 44: Valeurs observées en fonction des valeurs prévues a-(Sel- Bentonite)& b-(Sel- Diatomite)	56
Figure 45 : Analyse ANOVA (Sel-Bentonite) Figure 46: Diagramme Pareto (Sel-Bentonite)	57
Figure 47: Analyse ANOVA (Sel-Dolomite) Figure 48: Diagramme Pareto (Sel-Dolomite)	59
Figures 49: Profileur d'iso-réponse.....	60
Figures 50 & 51: Optimisation des résultats	63

Tableaux

Tableau 1: Composition chimique du ciment classe G	29
Tableau 2: Composition minéralogique du ciment classe G.	29
Tableau 3: Composition chimique de la bentonite de Maghnia.	29
Tableau 4: Composition chimique de la diatomite de Sig.	29
Tableau 5: Formulations différentes de ciment allégé à base de bentonite.	36
Tableau 6: Formulations des différentes variantes de ciment allégé à base de diatomite.....	36
Tableau 7: Contraintes de cisaillements et viscosités plastiques des variantes des laitiers de ciment proposées.	42
Tableau 8: Contraintes de cisaillements et viscosités plastiques des laitiers de ciment allégés en fonction de sel.	42
Tableau 9: paramètres rhéologiques des modèles considérés.....	46
Tableau 10: Paramètres rhéologiques des modèles considérés	46
Tableau 11: Paramètres rhéologiques des modèles considérés	49
Tableau 12: Paramètres rhéologiques des modèles considérés	49
Tableau 13: Facteurs retenus et domaine d'étude	53
Tableau 14: Matrice du plan d'expérience (Sel- Bentonite).....	53
Tableau 15: Matrice du plan d'expérience (Sel- Diatomite).....	53
Tableau 16: Linéaire(Facteurs(:SEL), Y(:EL), Y(:RC), Y(:TP), Y(:EX), Y(:Yy), Y(:Vp)) - Bentonite.....	54
Tableau 17: Linéaire(Facteurs(:SEL), Y(:EL), Y(:RC), Y(:TP), Y(:EX) Y(:Yy), Y(:Vp)) – Dolomite	55
Tableau 18: Résultats de l'optimisation	64

INTRODUCTION

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

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

Sur certains champs algériens, en particulier Hassi-Messaoud, la cimentation des zones salifères nécessite des formulations de laitiers de ciments adéquats. Pour cela, la Division Forage procède à la circulation de ces zones suivant le programme ci-dessous :

Cimentation du premier étage (laitier de queue) avec un laitier de ciment de densité égale à 1.90;
La cimentation du deuxième étage (laitier de tête), avec un laitier allégé de densité $d=1.58$.
L'addition de 180 g de sel par litre d'eau de gâchage pour éviter la dissolution du sel des zones salifères traversées (la dissolution de ce sel entraîne la création des cavités ; d'où une érosion excessive des formations et par conséquent un risque d'effondrement du puits).

Néanmoins, cette addition de sel a eu un effet négatif sur le gonflement de la bentonite qui est un composant du laitier de ciment allégé.

Ce mémoire est organisé comme suit. La première partie présente la cimentation des puits (objectifs, techniques etc.), suivie par un deuxième partie traitant du ciment Portland, de sa composition, mécanismes et réactions d'hydratation ainsi que des facteurs influençant son comportement

La troisième partie s'intéresse aux ciments pétroliers et plus spécialement aux ciments allégés, thématique de ce travail. Enfin un le dernier volet a traité de la modélisation de l'écoulement rhéologique des ciments allégés, d'une part et de la planification des essais d'autres part par l'utilisation d'un logiciel 'Plan d'expériences' qui a mis en évidence l'influence des différents composants du ciment sur les paramètres suivis.

Chapitre I : cimentation des puits de pétrole et de gaz

1-1. Cimentation des puits de pétrole et de gaz

On appelle forage, l'ensemble des opérations permettant de creuser des trous généralement verticaux avec comme principaux objectifs la reconnaissance et l'exploitation des gisements de pétrole ou de gaz naturel. Le forage pétrolier permet d'atteindre les roches poreuses et perméables du sous-sol, susceptibles de contenir des hydrocarbures liquides ou gazeux.

Le forage des puits à huile ou à gaz implique deux aspects :

1. Forer un trou jusqu'au piège à hydrocarbure,
2. Mettre en place un tube de la surface jusqu'au réservoir désigné sous le nom de «tubage» ou «colonne», en le cimentant afin d'assurer un passage étanche jusqu'au réservoir.

1-2. Descente de tubage

Comme mentionné dans l'introduction, le but final d'un forage est principalement de descendre une colonne, qui va permettre une production satisfaisante du réservoir. Le trou doit présenter un jeu suffisant pour permettre la descente libre du tubage et de ses manchons ; le fluide de forage doit être en condition de circuler librement autour du tubage et le trou doit être en condition appropriée pour permettre la pose de tubage. Généralement, dès que la profondeur finale est atteinte, il y a une période d'attente pour l'ordre définitif concernant la pose d'un tubage pendant qu'on étudie les diagraphies, les échantillons de roche (carottes) et autres informations disponibles.

1-3. Circulation de la boue

La procédure consiste à remplir périodiquement le tubage lors de sa descente dans le trou, et faire circuler la boue entre le tubage et les parois du trou. Une des fonctions importantes de la circulation de la boue réside dans la vérification de système de conduites en surface ; une autre, dans l'élimination des débris et du cake de boue pour une bonne libération des débris et un puits propre.

1-4. Cimentation du puits

Le but d'une opération de cimentation dans un sondage pétrolier est, dans tous les cas, de réaliser une étanchéité entre différentes formations, entre terrain et casing, et à l'intérieur du casing. De part les conditions inhérentes aux sondages - température, pression, mise en place par pompage, présence de fluides de formation, présence de boue de forage – la nature de ces travaux est sensiblement différente de celle des travaux publics.

La première mise en place de ciment après que le tubage avait été descendu dans le trou, est appelé cimentation primaire. La figure 1 donne les détails d'une cimentation primaire.

Il s'agit de forcer un laitier de ciment dans l'espace annulaire existant entre l'extérieur du tubage en place et la paroi du trou, en l'injectant directement à l'intérieur du tubage à cimenter ou à travers les tiges de forage, de façon à le faire ensuite remonter dans cet annulaire jusqu'à une hauteur prédéterminée.

Ce laitier est généralement mixé en surface, sous pression, qui mouillent et entraînent le ciment jusqu'à un petit bac tampon où ce laitier, dont la densité est contrôlée en permanence

Il existe différents types de cimentation répondant chacun à un problème particulier :

- La cimentation de cuvelages ou de casing dont les buts sont multiples :
 - ✓ La cimentation en pression appelée squeeze ou esquichage, en trous tubés
 - ✓ Pose de bouchons de ciment en trou ouvert, en cours de forage

1- 4-1 Cimentation primaire

Les laitiers de ciment injectés s'écoulent à travers le sabot pour remonter ensuite dans l'annulaire. Lorsque tout le laitier est injecté, on libère le bouchon supérieur qui est déplacé par la circulation de la boue de forage. Cette opération est appelée chasse relatif au volume de boue entre l'anneau et la tête de cimentation. En fin de chasse on doit remarquer une montée en pression qui signifie l'arrêt du bouchon supérieur.

1- 4-2 Cimentation à deux étages

La colonne est équipée d'un sabot de guidage (DV) à la côte désirée. La cimentation primaire est effectuée d'une manière classique. Après l'acoup de pression on laisse tomber (50 à 60 m/mn suivant la déviation). On peut alors injecter le laitier, mais on n'utilise pas de bouchon de tête. A la fin l'injection, le bouchon de queue est libéré et chassé jusqu'à la DV.

1- 4-3 Cimentation de colonne perdue (ou liner)

Une colonne perdue est cimentée avec un recouvrement dans le dernier tubage (overlap) et on la cimente afin de la sceller mécaniquement dans la colonne précédente [1]

1-5. Causes d'échec des cimentations de tubage

La cimentation a pour but essentiel de séparer le tubage du milieu environnant et d'assurer une durée de vie assez longue du tubage. Mais dans de nombreux cas la cimentation est mauvaise et les causes sont multiples

1- 5-1 Les pertes lors de la mise en place du laitier

Elle peut être totale ou partielle et est caractérisé par le non retour du fluide en surface et la perte partielle est lié à un bilan volumique en fin de chasse et l'observation de l'évolution de la pression d'injection puis sa stabilisation.

1- 5-2 La prise rapide (Flash Set)

Au cours de la cimentation, la prise rapide se manifeste par un accroissement important de la pression d'injection. Elle peut être due à la mauvaise qualité du ciment ou de l'eau de mixage avec une teneur en accélérateurs trop élevée, en retardateurs trop faible et une température élevée du fond du puits. Pour éviter la prise rapide, il faut assurer l'homogénéité du laitier et faire l'étude préalable du temps de pompabilité avec les produits (eau - ciment - additifs).

1- 5-3 Dégradation des résistances mécaniques

Le type d'ajouts et d'additifs, la température et les eaux de formation contenant des sels, sont des facteurs qui peuvent provoquer la dégradation des propriétés mécaniques de la pierre de ciment durcie.

1- 5-4 La mauvaise étanchéité (ciment – formations)

Ce problème peut être du au déplacement incomplet de la boue par le laitier suite à l'excentricité du tubage, la thixotropie trop élevée de la boue en place ou par d'autres causes liées aux propriétés rhéologiques du laitier de ciment. Comme il peut être dû à la formation après cimentation d'un micro-annulaire.

1- 5-5 Contamination du laitier de ciment par la boue

La contamination du laitier de ciment par la boue de forge peut donner naissance aux problèmes suivants :

- Un retardement ou une accélération du temps de pompabilité.
- Une réduction de la résistance à la compression.
- Une augmentation des pertes.

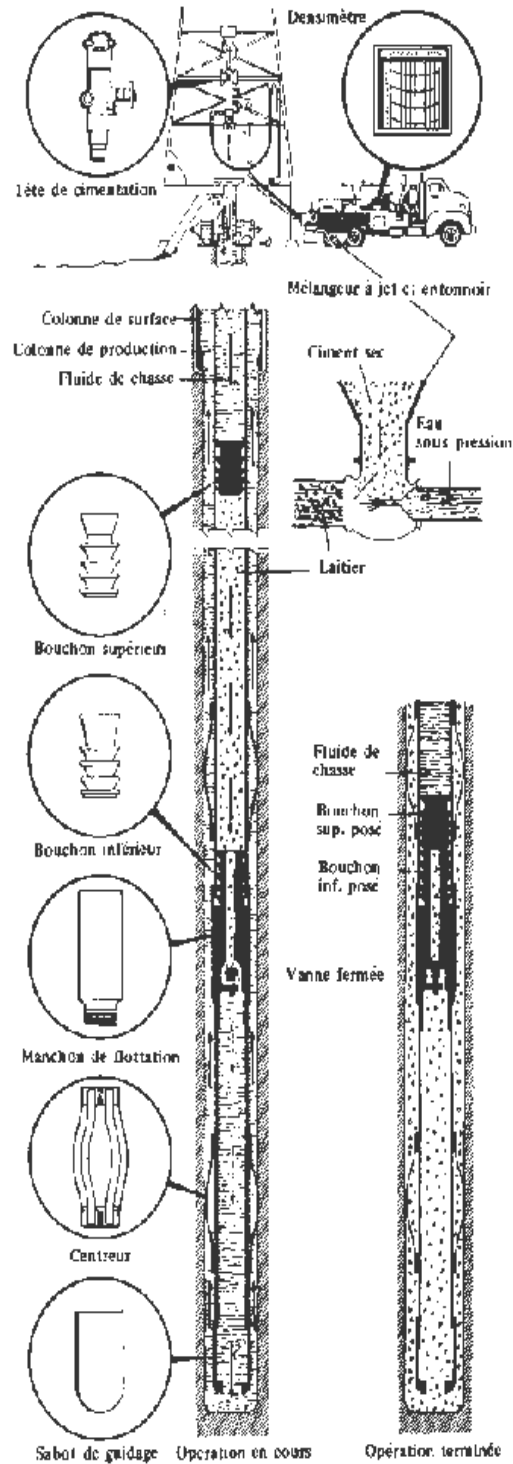
1- 5-6 Corrosion de la pierre de ciment

La pierre de ciment subit comme d'autres matériaux, des altérations qui peuvent conduire à la corrosion des tubages, ce qui veut dire des pertes économiques très importantes. A cet effet, on doit prendre des précautions pour la sécurité de ces derniers.

1- 5-7 L'expansion

Les ciments expansifs sont des systèmes de ciment qui augmentent de volume durant et après durcissement afin d'assurer une meilleure étanchéité de la pierre de ciment durcie, car il se peut qu'il ait un manque d'étanchéité, soit par retrait du ciment au cours de prise, soit par création d'un micro-annulaire par contraction du tubage. [4].

Figure 1: Schéma de l'opération d'une cimentation primaire.



Chapitre II : le ciment Portland & ses Caractéristiques

2- 1 Le ciment portland [2] [3]

Les ciments sont des liants hydrauliques dont les constituants minéralogiques s'hydratent au contact de l'eau en générant d'abord à une pâte, puis un matériau dur avec des propriétés mécaniques intéressantes et capables de lier d'autres matériaux.

Les propriétés du laitier de ciment et celles du matériau dur dépendent de la nature des hydrates formés. Or, ces facteurs sont fortement influencés par la température et la pression, ce qui est le cas dans les puits de pétroles et de gaz ; d'où la nécessité de tenir compte de ce phénomène.

Il convient au préalable, de savoir quels sont les constituants du ciment et comment il se fabrique.

2- 2 Définition

Le ciment est une poudre finement broyée (pulvérisée), obtenue par broyage simultané ou séparé du clinker et de gypse, et qui gâchée avec l'eau donne lieu à une pâte plastique, qui se transforme en une pierre durcie, ayant une résistance mécanique.

Le clinker portland est un produit renfermant en grande partie des silicates de calcium, obtenu par cuisson jusqu'à la fusion partielle à 1450°C d'un mélange dosé et homogénéisé de matières premières constituées essentiellement de chaux, de silice et de proportion moindre d'alumine et d'oxyde de fer.

2- 3 Fabrication du ciment

La matière première composée de calcaire et d'argile est extraite de carrières. A ceci vient s'ajouter d'autres matières en fonction du type de ciment à fabriquer.

La matière première est finement broyée, dosée et mélangée avant d'être introduite dans un four rotatif. Circulant en sens inverse des gaz de combustion, le mélange subit des changements jusqu'à formation des quatre principaux minéraux du clinker à savoir C3S, C2S, C3A, et C4AF. Après un dernier broyage, et ajout de gypse, il prend la forme connue sous le nom de : ciment portland.

2- 4 Composition du ciment Portland

Les ciments commerciaux sont issus du mélange du clinker broyé et du gypse. Les 4 composés minéralogiques principaux du clinker sont :

✓ les silicates :

- tricalciques (ou alite) : $3\text{CaO}.\text{SiO}_2$ ou C3S (40 à 75%)

- bicalciques (ou belite) : $2\text{CaO}.\text{SiO}_2$ ou C2S (6 à 30 %)

✓ les aluminates :

- tricalciques : $3\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3$ ou C3A (0.1 à 12 %)

- ferroaluminatetétracalcique : $4\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3.\text{Fe}_2\text{O}_3$ ou C4AF (2 à 16 %)

Les termes C3S, C2S, C3A et C4AF utilisent les abréviations utilisées en chimie du ciment, qui ont comme correspondance:

- C = CaO : Chaux

- S = SiO₂ : Silice

- H = H₂O : Eau

- A = Al₂O₃ : Alumine

- F = Fe₂O₃ : Hématite

Une photo de clinker de ciment Portland avec les différentes phases qui le composent est présentée à la Figure 2. On retrouve également dans le clinker des sulfates alcalins et de la chaux libre. À la sortie du four, le clinker est ensuite mélangé avec une quantité de gypse (teneur maximale de 5%) pour être broyé selon les exigences de la norme canadienne. Les différents types de ciment sur le marché se distinguent principalement par leurs proportions en silicates et en aluminates.

La composition minéralogique du ciment peut être établie en considérant les résultats de son analyse chimique et en utilisant les équations de Bogue :

Ces équations reposent sur certaines hypothèses simplificatrices : il n'y a pas d'impuretés dans le ciment et les produits chimiques dans le four sont stables.

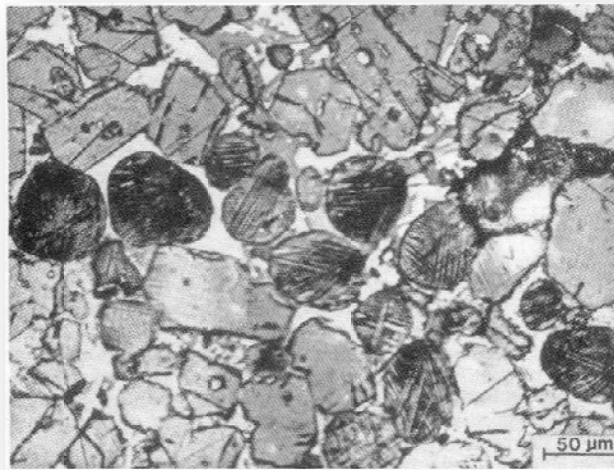


Figure 2: Micrographe en lumière réfléchie d'une section polie de clinker de ciment Portland (Taylor (1997))

La taille et la forme des grains de ciment influencent beaucoup son hydratation. Le broyage du clinker permet d'obtenir des particules fines mais de forme angulaire, cf. Van Breugel (1991). Plus un ciment est fin, plus sa surface spécifique est grande, ce qui permettra alors d'augmenter sa réaction avec l'eau.

D'après Taylor (1997), dans un ciment Portland ordinaire, on retrouve :

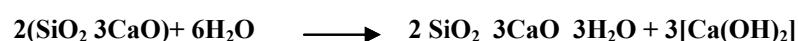
- De 7 à 9 % de grains très fins de diamètres inférieurs à 2 µm
- De 0 à 4% de grains grossiers de diamètres supérieurs à 90 µm

2-4- 1 Mécanisme d'hydratation du ciment portland [5]

L'hydratation de ciment peut se présenter sous trois phases :

Phase I :

Pendant l'hydratation, l'hydrolyse de toutes les phases démarre simultanément. Avant que la concentration en phase liquide de SO_4^{2-} soit suffisante, les aluminates produisent rapidement les hydrates C_4AH_19 . L'hydrolyse de l'alite (C_3S) entraîne une sursaturation de la phase liquide vis-à-vis de $\text{Ca}(\text{OH})_2$.



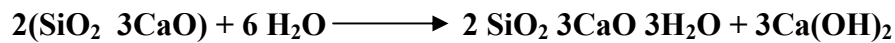
Les surfaces des grains d'alite se recouvrent d'un gel C-S-H métastable. Le gypse se dissout rapidement et sature la phase aqueuse, les concentrations élevées en $\text{Ca}(\text{OH})_2$ et CaSO_4 transforment rapidement les aluminates hydratés en ettringites tri sulfatés.



Tout ceci se passe entre 30 secondes et 4 minutes après la mise en contact avec l'eau. La couche d'ettringite qui se forme autour des grains d'aluminate retarde leur réaction ultérieure avec SO_4^- . La production d'ettringite trisulfatée continue lentement en même temps que l'hydrolyse de l'alite qui augmente la concentration en $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dans la solution et épaissit la couche du produit métastable.

Phase II :

$\text{Ca}(\text{OH})_2$ commence à cristalliser dans le système et le gel C-S-H métastable, qui recouvre les surfaces de l'alite, se dissout et précipite sur des germes, dont certains peuvent apparaître à l'intérieur de la couche protectrice elle-même. Pendant l'hydratation rapide de l'alite, le gel C-S-H stable se développe autour des grains, progresse vers l'extérieur et commence à précipiter sur les cristaux de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ en formant un réseau continu à travers la pâte et la prise aura lieu.



L'étape II de la prise des aluminates commence lorsque les ions SO_4^{2-} sont épuisés : c'est la transformation de l'ettringite trisulfatée (ettringite primaire) en mono sulfatée (ettringite secondaire).

Phase III

Dans l'étape III, l'hydratation de C3A produit C4AH19 et une solution solide entre celui-ci et le monosulfate. Le ciment durci montre les meilleures propriétés physiques lorsque l'étape I de l'hydratation des aluminates (formation de trisulfate) se prolonge pendant la période de prise et jusqu'à la période de durcissement de la pâte. Il est évident que ces trois phases sont influencées par la présence du produit allégeant (dans notre cas la bentonite et la diatomée)

2-4- 2 Réactions d'hydratation du ciment portland

- Hydratation des silicates calciques

Dans le clinker portland, les silicates calciques qui sont les constituants les plus abondants (65 à 85%), existent sous deux formes, l'alite et la bélite. Ces deux formes sont des solutions solides d'oxydes, respectivement C3S et C2S. A température ambiante, il est maintenant admis qu'ils donnent un seul et unique hydrate C-S-H. Le rapport molaire $C/S = \text{CaO}/\text{SiO}_2 = x$, dépend de la teneur en calcium et silicates dans la phase aqueuse. Celle-ci augmente au début de l'hydratation, du fait que la précipitation des C-S-H ne consomme pas tout le calcium issu de la dissolution du silicate tricalcique, puis elle diminue dès que la portlandite précipite.

Les C-S-H issus de l'hydratation du C3S ont des rapports C : H et H : S variables. Cela dépend de la concentration en calcium dans la solution [5], de la température [6], des additifs [7] et du temps [8]. Généralement, le rapport C/S varie entre 1 et 2 [9].

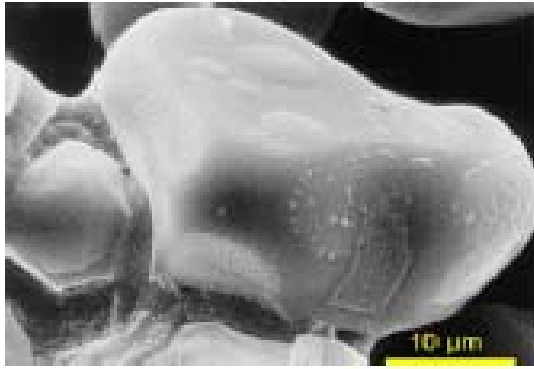


Figure 4: Grain de clinker C₃S et phase interstitielle.
Les taches sur la face supérieure sont constituées d'aluminates de calcium *collés* lors de la trempe (d'après Ph. Gé-gout)

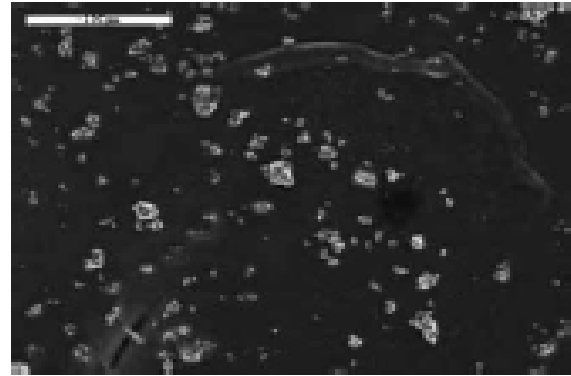
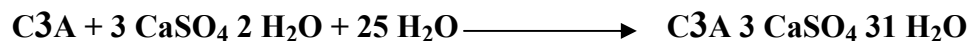


Figure 3: Particules de C₃S (MEB)

- Hydratation des aluminates calciques

L'hydratation des aluminates calciques, spécialement des aluminates tricalciques (C3A), est extrêmement rapide et dégage une grande quantité de chaleur à une température de 21°C. Lorsque les aluminates tricalciques entrent en réaction avec l'eau et en présence du gypse, donnent des sulfo-aluminates calciques.



Cette réaction et la rapidité de prise, dépend non seulement des quantités de gypse et de C3A en jeu, mais des conditions d'équilibre de la solution initiale, de la solubilité du gypse et de la chaux, elles-mêmes liées à la présence dans la solution de sels et d'hydroxydes dissous. [10].

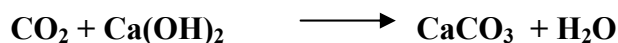
2-4- 3 Propriétés principales des constituants hydratés du CPA

- Les hydro-silicates de calcium : (C-S-H)

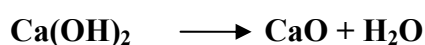
A température ambiante, C3S, C2S, alite et bélite donnent, par hydratation, un seul et unique hydrate de formule approximative C3S2H3 (la tobermorite). Ce gel tobermoritique, issu des constituants les plus abondants du clinker, joue un rôle essentiel dans les propriétés liantes de la pâte de ciment. La particule élémentaire du gel est bien un cristal,

- L'hydroxyde de chaux : Ca(OH)₂ (Portlandite)

La portlandite apparaît sous forme de cristaux de forme hexagonale :



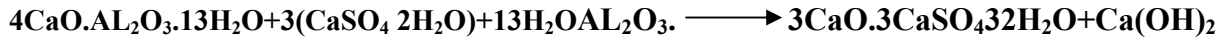
Calcite à 400°C environ :



- En refroidissant, CaO très avide d'eau, se réhydrate en augmentant considérablement de volume et le ciment durci se désagrège

- Les hydro-aluminates de calcium : (C-A-H)

Le C3A présente une prise extrêmement rapide, dégage une grande quantité de chaleur et donne, en s'hydratant, un aluminat de calcium cristallisant dans le système monoclinique. Il est attaqué par les eaux agressives riches en sulfates suivant la réaction :



C'est l'augmentation de volume apparent du composé pulvérulent formé qui entraîne la destruction du liant durci (sel de Candlot encore appelé bacille du ciment).

2-4- 4 Hydratation du ciment en présence d'allégeant

Un des principaux produits allégeant que l'on ajoute dans les formulations de ciment est la pouzzolane dont la silice présente une réaction caractéristique avec la chaux. Par analogie, la réaction pouzzolanique existe entre la silice de la bentonite et celle de la diatomée.

2-4- 5 Hydratation du système pouzzolane C3S

L'addition d'allégeant accélère l'hydratation de C3S. Cette accélération suit une période d'induction due à l'activation de la dissolution par adsorption de Ca^{2+} dans la solution avec la pouzzolane ainsi qu'à l'accroissement de la surface spécifique par l'addition de pouzzolane qui est préférable à la précipitation de C-S-H et l'hydrate C-A (résistance mécanique augmente).

2-4- 6 Hydratation du système pouzzolane-C3A

Lors de l'hydratation du système pouzzolane-C3A en présence de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ et $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, l'hydratation de C3A est accélérée par addition de pouzzolane surtout à grande surface spécifique. L'étude de l'hydratation des ciments pouzzolaniques, a permis d'identifier le silicate de calcium hydraté C-S-H de nature semblable à celui formé par l'hydratation de l'alite et de la bélite de ciment portland ordinaire [11][12].

2- 5 Influence de la température sur l'hydratation du ciment portland

La température est l'un des facteurs majeurs qui affectent l'hydratation du ciment portland. La vitesse et la nature (stabilité et structure) d'hydratation dépendent étroitement de ce paramètre. La conservation de ciment à des températures allant jusqu'à 40°C n'influe pas sur les produits d'hydratation. Au-delà de cette valeur la microstructure des hydrosilicates de calcium formés C-S-H commence à subir des changements et deviennent plus fibreux et plus éloignés les uns aux autres. A des températures élevées, dépassants 110°C, la formation des hydrosilicates sera plus rapide et la phase de gel C-S-H sera réduite avec une hydratation accéléré et peut conduire à une diminution des résistances mécaniques de la pierre de ciment durcie.

Les sulfo-aluminates de calcium sont également influencés par la température. Au-delà de 60°C, l'ettringite devient moins stable et se décompose en mono-sulfo-aluminates de calcium et en gypse [13].

2- 6 Influence de chlorure de sodium

L'effet est double car NaCl en solution dans l'eau de gâchage modifie l'équilibre de la solution contenant du gypse, des alcalis et de sel. Il influe donc sur les réactions d'hydratation de C3A et du C4AF. C'est un accélérateur aux faibles concentrations et retardateur aux concentrations élevées.

Chapitre III : le ciment pétrolier & ses Caractéristiques

3-1 Le ciment pétrolier

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

3-2 Classification des ciments pétroliers [3]

Les ciments portland sont classés, suivant leurs compositions et leurs caractéristiques physico-chimiques et mécaniques, en plusieurs catégories. La norme AFNOR couvre une grande partie de ces catégories, notamment celles destinées au domaine des travaux publics. Mais les problèmes posés par les conditions de fond et de mise en place du laitier de ciment, imposent certaines caractéristiques que les normes de la construction public ne permette pas de vérifier.

L'American Petroleum Institute (API) a établi un classement des ciments pour sondages basé principalement sur la profondeur d'utilisation.

Ce classement, ainsi que quelques définitions de ciments correspondants, est le suivant :

Classe A : utilisé de la surface jusqu'à 1829 m, lorsque aucune caractéristique particulière n'est demandée. Type ordinaire.

Classe B : utilisé de la surface jusqu'à 1829 m, avec une résistance modérée ou élevée aux sulfates.

Classe C : utilisé de la surface jusqu'à 1829 m, avec une haute résistance initiale. Disponible en type ordinaire et en type à résistance modérée ou élevée aux sulfates.

Classe D : utilisé de 1829 à 3048 m à température et pression modérément élevées. Disponible dans les deux types, résistance modérée et élevée aux sulfates.

Classe E : utilisé de 10000 à 14000 3048 à 4268 m, à température et pression élevées. Disponible dans les deux types, résistance modérée et élevée aux sulfates.

Classe F : utilisé de 3048 à 4877 m, à température et pression très élevées. Disponible dans les deux types, résistance modérée et élevée aux sulfates.

Classe G : utilisé comme ciment de base pour cimenter de la surface jusqu'à 8000 pieds tel que ou, avec des accélérateurs ou retardateurs de prise afin de couvrir une large gamme de profondeurs et de températures. Disponible dans les deux types, résistance modérée et élevée aux sulfates.

Classe H : utilisé dans les mêmes conditions que le ciment classe G, mais prévu pour des densités de laitier supérieures. Disponible en type, moyenne résistance aux sulfates.

Classe J : (normalisation en cours) utilisé de 12000 à 16000 pieds (3660 à 4880 m) pour des températures et pressions extrêmement élevées. Existe seulement en qualité à haute résistance aux sulfates [14].

Après avoir précisé les classes du ciment pétrolier normalisées, la norme API, fixe les caractéristiques chimiques et physiques exigées pour les ciments à utiliser dans les sondages avec différents types à savoir :

- Ordinaire (O)
- A moyenne résistance aux sulfates (MSR)
- A haute résistance aux sulfates (HSR)

3- 3 Influence des facteurs inhérents au sondage sur le ciment

3-3-1. Influence de la température

Lors d'un forage, la température augmente avec la profondeur du puits et influe sur :

- La composition des ciments hydratés ;
- Les paramètres rhéologiques du laitier de ciment.
- La vitesse d'hydratation et par conséquent le temps de pompabilité du laitier qui augmente.
- La résistance à la compression.

Pour un ciment donné, au-dessous d'une certaine température, une rétrogression de la résistance à la compression.

3-3-2. Influence de la pression

Elle influe sur le temps de pompabilité en la diminuant et le taux de filtration en l'augmentant.

3-3-3. Influence des eaux de formation

-Influence des sulfates de magnésium et de sodium

Ils réagissent avec la chaux pour donner des hydroxydes de magnésium ou de sodium qui sont insolubles, et des sulfates de calcium qui réagit avec le C3A hydraté menant à un sulfo-aluminate de calcium qui occupe plus de place que les composants d'origine. La structure cristalline est rompue (sel de Candlot). Les ciments résistants aux sulfates contiennent peu de C3A et une composition telle qu'il n'y a pas de formation de C3A hydraté.

-Influence des chlorures de sodium et de calcium

L'effet est double :

- Le chlorure de sodium NaCl ajouté à l'eau de gâchage modifie les réactions d'hydratation de C3A et du C4AF. C'est un accélérateur aux faibles concentrations et retardateur aux concentrations élevées, ce qui est montré dans **la figure 6**.
- Le chlorure de calcium CaCl₂ réagit avec le C₃A pour donner un chloro-aluminate double de calcium : c'est un accélérateur.

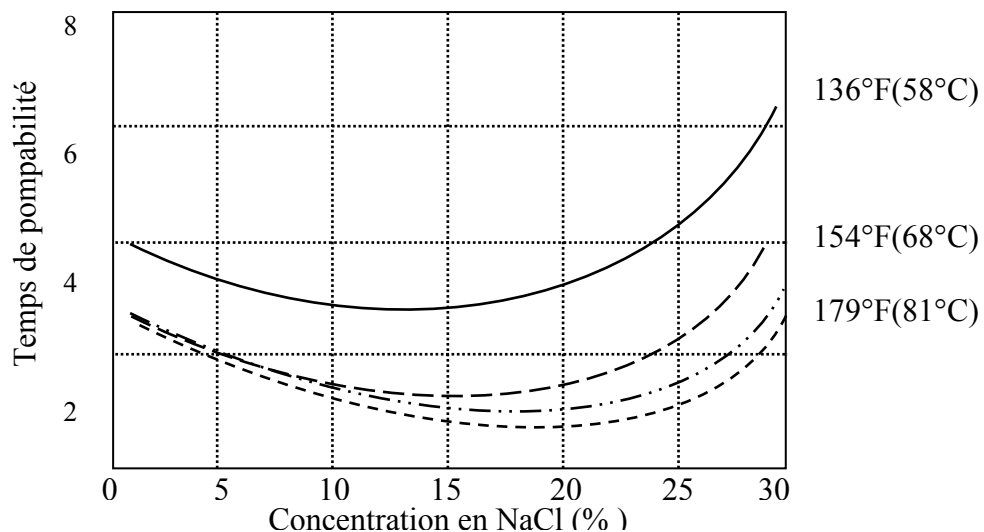
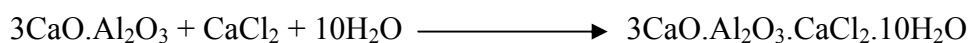


Figure 6: Influence de concentration de NaCl sur le temps de pompabilité d'un ciment classe G, à différentes températures [23].

-Influence des produits à boue

Ils agissent sur les paramètres rhéologiques du laitier de ciment en agissant sur le fluidifiant et gélifiants dans la boue. Généralement, un mélange boue-laitier de ciment a une viscosité élevée. Le temps de pompabilité est accéléré par le chlorure de sodium, le chlorure de calcium (à faibles concentrations) et la soude; Alors que la lignite, les lignosulfonates, la carboxyméthyl cellulose de sodium et l'amidon le retardent ;Les autres produits ont une action erratique, tantôt retardatrice, tantôt accélératrice.

3- 4 Propriétés rhéologiques et physico-mécaniques des ciments**3- 4-1 Temps de pompabilité**

C'est le temps pendant lequel le laitier a une viscosité inférieure à 100cP quand il est soumis à des conditions de température et de pression dans le consistomètre Pan American [15]. Le temps de pompabilité est directement lié aux phénomènes d'hydratation. Il dépend de :

- la composition du ciment (est fonction de la teneur en C₃A entrant en réaction en premier lieu, sa réduction retarde la prise).
- Du rapport eau-ciment :
- La granulométrie : plus elle est fine, plus vite se font les réactions d'hydratation.
- La température et de pression.

3- 4-2 Les additifs

Beaucoup d'additifs sont ajoutés dans le laitier de ciment afin de conférer les caractéristiques voulues ou bien un comportement spécial (allégeants).Les sucres, les gommés naturels, les acides et les sels organiques, les lignosulfonates sont des retardateurs de prise et agissent par adsorption sur les particules de ciment empêchant ainsi le mouillage des grains par l'eau de mixage. Il faut également faire attention à la compatibilité entre additifs.

Le chlorure de calcium est accélérateur de par sa réaction avec le C₃A. A faible concentration, le chlorure de sodium l'est également par la même réaction [16].

3- 4-3 Poids spécifique

Ce facteur influe sur la colonne hydrostatique du puits lors de la cimentation ; la résistance à la compression et la perméabilité du ciment.

Gâché suivant la norme API RP 10B [24], un laitier de ciment à un poids spécifique compris entre 1.78 et 1.98 g/cm³. Pour alourdir ou alléger un laitier, il suffit donc d'y ajouter un produit ayant un poids spécifique respectivement supérieur ou inférieur.

Comme alourdissant, on utilise communément : La barytine de poids spécifique 4.23g/cm³.

Il y a très peu de produits allégeants on distingue :

- La bentonite, de poids spécifique 2.65g/cm³est mélangée à sec jusqu'à une proportion de 20% du poids de ciment avec 5.3% d'eau de gâchage supplémentaire par pourcentage de bentonite. Elle augmente la perméabilité du ciment par contre réduit le taux de filtration ;
- Les pouzzolanes, soit d'origine naturelle (cendres volcaniques, tufs et terres diatomées) ou artificielle (cendres volantes, argiles, et scories calcinées), ont un poids spécifique variant de 1.00 à 2.50 g/cm³. Ils ont comme avantage d'empêcher la rétrogression des résistances à la compression de la pierre de ciment à long terme.
- La gilsonite, de poids spécifique 1.07g/cm³. hydrocarbure du type asphaltite qui absorbe très peu d'eau (0.33 l/kg) mais son emploi est limité en température à 115°C.

Il faut noter que tous ces produits, alourdissant et allégeant, réduisent la résistance à la compression du ciment à court terme en augmentant la perméabilité du ciment durcie [4].

3- 4-4 Injectabilité

On appelle ainsi l'aptitude d'un laitier de ciment à remplir correctement l'annulaire en déplaçant avant lui la boue de forage. A l'heure actuelle, deux techniques sont couramment mises en œuvre : le déplacement en écoulement sub-laminaire et le déplacement en écoulement turbulent. Dans les deux cas, pour des raisons différentes, il est nécessaire d'agir sur les paramètres rhéologiques du laitier de ciment qui sont :

- Le seuil de cisaillement à partir duquel le laitier se met en mouvement ;
- La viscosité plastique.

La mesure de ses paramètres est définie par les normes API RP 10B et API RP 39 [17] et se fait avec le viscosimètre Fann VG 35 qui donne la contrainte de cisaillement en fonction du gradient de vitesse (**figure 7**)

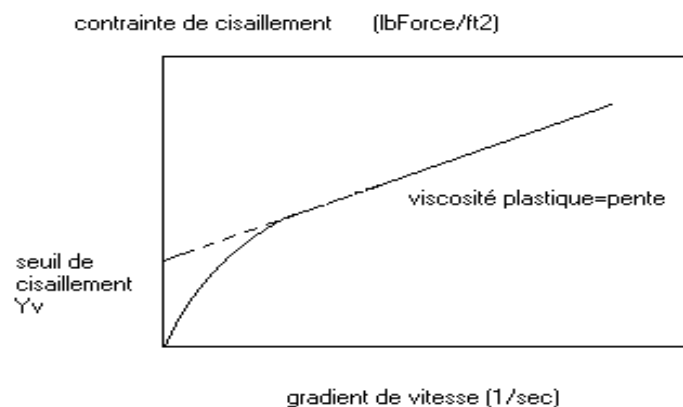


Figure 7: Contrainte de cisaillement en fonction de gradient de vitesse (cas d'un fluide Binghamien) [18].

Théoriquement, ces paramètres rhéologiques peuvent servir à déterminer, en fonction des dimensions de l'annulaire et de la vitesse, les conditions d'écoulement [17].

3- 4-5 Taux de filtration

Le contrôle de ce paramètre est important lors des cimentations complémentaires sous pression. En effet, un laitier ordinaire se déshydrate très rapidement sous pression, provoquant une prise rapide au début d'opération avant la mise en place du ciment.

- Lors de cimentations primaires, lorsqu'on veut éviter une déshydratation du laitier en face de zones très perméables ou s'il y a risque d'endommagement de la zone productive par le filtrat [4].

3- 4-6 Résistance à la compression

La détermination de la résistance à la compression est fixée par la norme API RP 10B [17]. Elle doit être suffisante pour assurer aussi rapidement que possible la fixation du tubage.

L'addition de CaCl_2 augmente la résistance à la compression et donne une résistance initiale élevée au ciment lié à la formation de cristaux de chloro-aluminates double de calcium. L'addition de NaCl , à faibles concentrations, augmente la résistance à la compression, par contre aux concentrations élevées les résistances chutent (**figure 8**).

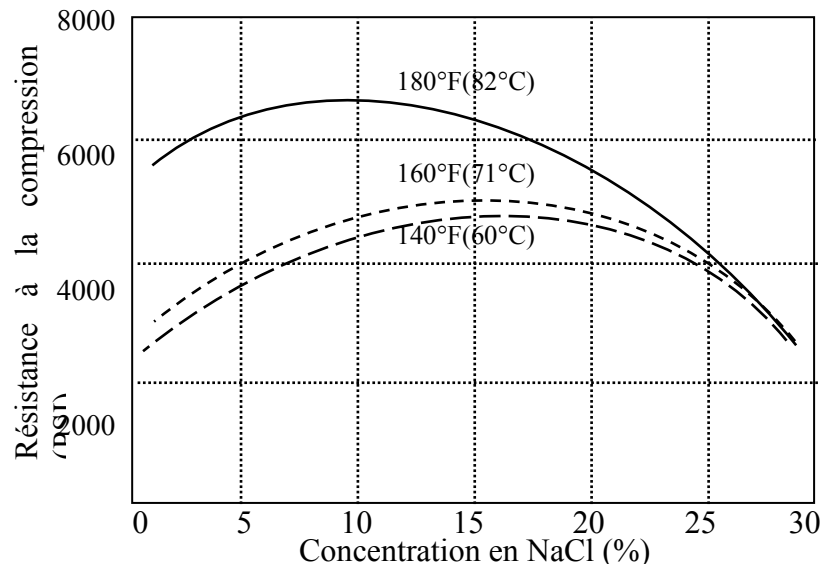


Figure 8: Influence de concentration en NaCl sur la résistance à la compression à 24 heures du ciment classe G [17].

Tous les additifs inertes ou absorbant l'eau, utilisés comme alourdissant ou allégeant, réduisent la résistance à la compression du ciment. Un cas particulier est toutefois à noter, c'est celui des pouzzolanes qui donnent un ciment à faible résistance initiale évoluant vers une résistance finale acceptable, tout en prévenant le phénomène de rétrogression de la résistance en température élevée et dans le temps [22].

3- 4-7 Elasticité

L'élasticité du ciment est l'aptitude à résister aux chocs. Or c'est pendant la vie initiale d'un puits que la gaine de ciment est le plus soumise à des chocs : perforations, reforages, fracturations. Les ciments bentonitiques au latex et pouzzolaniques ont de telles propriétés mais c'est finalement les ciments pouzzolaniques qui présentent le plus d'avantages :

En conclusion, on peut dire que la résistance à la compression est un paramètre qui, sans être mineur, a loin d'avoir l'importance que lui attachent beaucoup de pétroliers. C'est l'ensemble : résistance-élasticité qui doit être examinée en premier lieu [19].

3- 4-8 Perméabilité

C'est la mesure de l'aptitude d'un ciment durcie à se laisser traverser par les fluides. Elle est de l'ordre du centième de milli-Darcy pour un ciment ordinaire gâché suivant les normes API, mais peu atteindre 10 mD pour un ciment bentonitique car la perméabilité finale est en relation avec le rapport eau-ciment. Elle doit être naturellement aussi faible que possible si le ciment doit remplir sa fonction d'étanchéité. Les travaux de PEINADO [19] montrent que la perméabilité décroît avec la durée de durcissement, et la température intervient dans le même sens que sur la résistance à la compression en effet à âge égal et supérieur à 24 heures, l'augmentation de la perméabilité avec la température correspond avec la diminution de résistance à la compression constatée précédemment et pourrait aussi être due à une dégradation du ciment par la température.

3- 4-9 Adhérence

Un manque d'adhérence de la gaine de ciment à la roche et au tubage entraîne un défaut d'étanchéité. Il n'y a, à l'heure actuelle, pas de moyen d'agir sur le laitier pour contrôler l'adhérence du ciment, par contre des essais de laboratoire ont montré que celle-ci :

- Augmente avec le temps ; la température et une surface rugueuse ;
- Diminue sur une surface polluée [20]

3- 4-10 Retrait - expansion

Le problème de variation de volume des laitiers de ciment après leur mise en place, préoccupe toujours l'ingénieur pétrolier qui pense que le défaut d'étanchéité des cimentations pourrait être dû, entre autres causes, au retrait de ciment au cours de son durcissement. Il y aurait alors décollement du ciment des parois du trou et du tubage [19].

Des essais de laboratoire ont montré que l'addition de chlorure de sodium ou de pouzzolane augmentait l'expansion du ciment.

Il y a quelques années, on a produit aux Etats Unis, des ciments expansifs. Ceux-ci étaient obtenus par l'addition de sulfate et chlorure de sodium qui modifient l'équilibre de la solution initiale et provoquent des réactions ultérieures avec les hydrates en donnant naissance à des cristaux de taille plus grande sans détruire la structure cristalline. Il ne semble pas que cette technique ait eu beaucoup de succès. Il est d'ailleurs logique de penser qu'une expansion de ciment est illusoire si elle ne s'accompagne pas d'une augmentation des caractéristiques d'élasticité.[20]

3- 5 Les ciments allégés [25]

Les ciments de base utilisés pour la cimentation possèdent des caractéristiques telles (composition chimique, granulométrie) qu'une fois mélangés à l'eau de gâchage, on obtient des laitiers de densité normalement comprise entre 1.78 et 1.98.

Ces ciments peuvent parfois, présenter des inconvénients. En effet, certaines formations ne tolèrent pas de colonnes de ciment de tel poids. Il est donc nécessaire d'alléger les laitiers de ciment pour diminuer les pressions hydrostatiques au droit des couches fragiles et éviter ainsi les fracturations. Il est utile, également, pour colmater des pertes de circulation en cours de forage, de confectionner des bouchons de ciment de faible densité.

3- 5-1 Procédés utilisés pour alléger le laitier de ciment

Deux méthodes principales permettent de réduire le poids spécifique des laitiers de ciment. Tout d'abord, l'addition de produits solides mixés à sec en général avec le ciment qui permettent d'augmenter le volume d'eau de gâchage nécessaire tout en empêchant la précipitation de ces produits après l'addition d'eau en grandes quantités. C'est un moyen très économique, l'eau étant le composé le moins cher entrant dans la composition de laitier. Citons comme exemples dans cette catégorie de produits, la bentonite la diatomite, la perlite, cette liste étant loin d'être exhaustive.

Une seconde méthode permettant d'alléger les laitiers de ciment consiste à utiliser des additifs ayant un poids spécifique faible (poussières de charbon, Gislaine). Une autre méthode également consiste à utiliser des additifs liquides de faibles poids spécifiques, à savoir les hydrocarbures émulsionnés dans l'eau (kérosène, etc.). [14].

3- 6 Propriétés générales des laitiers de ciment allégés

L'une des principales caractéristiques des ciments allégés est leur faible résistance mécanique à la compression.

Bien qu'évoluant dans le temps, celles-ci restent toujours de loin inférieures aux résistances mécaniques d'un ciment de classe G (200 kgf/cm²). C'est la raison pour laquelle les ciments allégés sont plus souvent utilisés comme ciments de remplissage et non pour ancrer une colonne profonde de production.

Du fait des grandes quantités d'eau de gâchage utilisées généralement (plus de 44% p.p.c d'eau pour un laitier allégé), on a généralement des viscosités initiales plus faibles.

3-7 Ciments à la bentonite

Grâce à ces propriétés, la bentonite, minéral argileux, est utilisée comme additif dans les fluides de forage et les laitiers de ciment. C'est une argile colloïdale essentiellement constituée de montmorillonite (environ 85%) avec une densité qui avoisine de 2.65. Pour être utilisées dans les laitiers de ciment, elles doivent répondre aux normes API 10A. Elles sont, en général, commercialisées après un traitement industriel : élimination des matières humiques et activation. Il existe deux procédés de préparation des laitiers de ciment allégés :

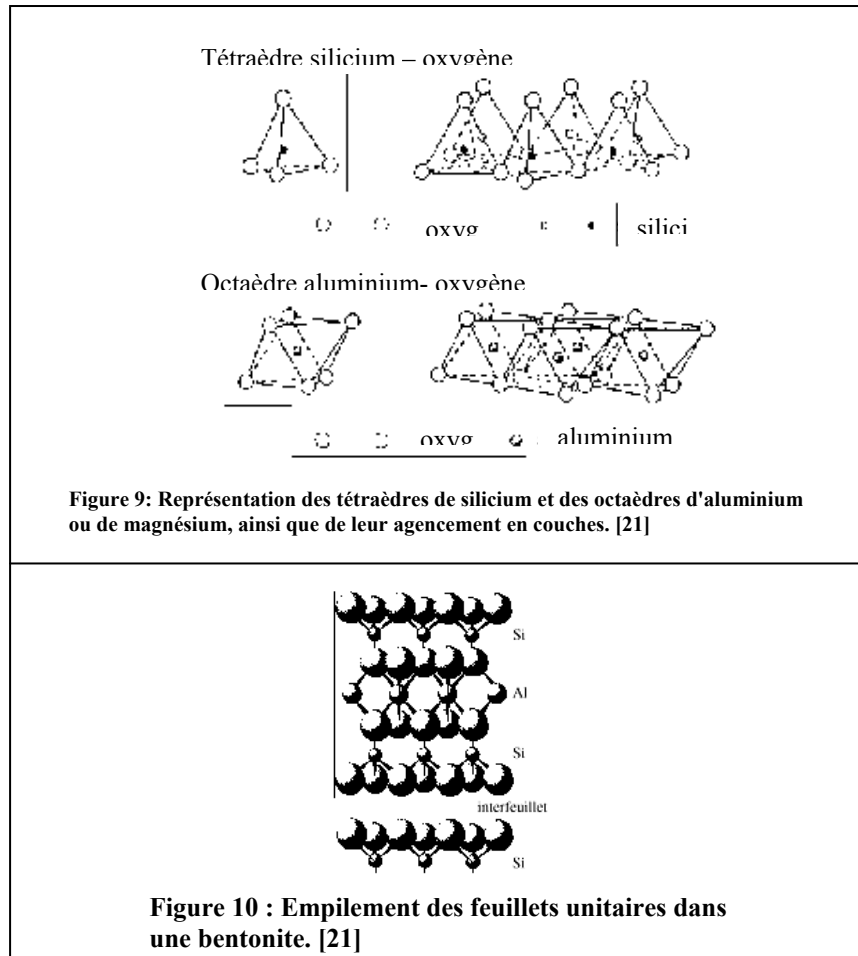
1. Le premier consiste à incorporer la bentonite à sec au ciment. Il nécessite l'emploi d'un mélangeur pneumatique. La bentonite n'étant pas préhydratée, son gonflement est extrêmement réduit, et l'obtention d'une consistance élevée requiert une grande quantité de produit : de 2 à 20% en poids par rapport au poids de ciment pour obtenir des densités de laitiers de 1.80 à 1.58 respectivement.
2. Dans le deuxième procédé, la bentonite est préhydratée dans de l'eau douce dans des proportions de 0.5 à 5% par rapport au poids de ciment pour des densités de laitier comprises entre 1.82 et 1.40. Le ciment y est ajouté par suite. Dès l'addition du ciment, le mélange prend une consistance spectaculaire, mais tout à fait indépendante d'un phénomène de prise.

3-7-1 La bentonite

La bentonite est un mélange naturel de minéraux, composé en majeure partie de montmorillonite, une argile minérale. Le caractère principal de la montmorillonite, dû aux propriétés particulières de sa structure, réside dans sa capacité de gonfler dans l'eau et de se disperser en particules minces en forme de plaques de 10Å d'épaisseur seulement. Les lamelles peuvent être flocculées, quand elles s'attirent les unes les autres ou déflocculées, quand elles ont une tendance générale à se repousser.

3-7-2 Structure de la bentonite

Les bentonites sont composées de particules plates d'un diamètre allant de quelques microns à plusieurs centaines de microns constituées elles mêmes d'un empilement de feuillets unitaires constitués d'une couche octaédrique (essentiellement Al ou Mg) emprisonnée entre deux couches de silice en coordination tétraédrique (structure dite T.O.T. ou 2:1) avec une épaisseur totale du feuillet d'environ 14Å . (Figures 9 et 10).



3-7-3 Mécanisme de gonflement

Les ions Si et Al, des couches tétraédrique et octaédrique sont parfois remplacés par d'autres ions métalliques de dimensions comparables mais de charges différentes rendant le feuillet d'argile électriquement chargé. Pour obtenir la neutralité, l'argile attire des cations compensateurs présents dans la phase aqueuse qui sont assez volumineux (Na^+ : 0.98Å , K^+ : 1.13Å , Ca^{2+} : 1.06Å devant Si^{4+} : 0.32Å et Al^{3+} : 0.57Å) et se logent entre les feuillets. Ceux-ci sont chargés électro-négativement mais l'ensemble argile – cation compensateur est neutre. De plus le feuillet d'argile n'est pas infini, lorsqu'il est rompu aux extrémités, il y a interruption des motifs tétraédriques et octaédriques menant à des déséquilibres électriques.

Le mécanisme de gonflement des est un phénomène de physico-chimie des surfaces qui fait intervenir adsorption d'eau, échange ionique et oxydoréduction..

Des recherches fondamentales récentes basent le mécanisme d'adsorption sur la théorie de la double couche électrique (Gouy, Stern). Conformément celle-ci, Baver et al. [22], font état de deux catégories d'adsorption qui sont responsables du phénomène de gonflement :

- Adsorption d'eau à la surface (hydratation de surface).
- Adsorption d'eau due à la pression osmotique.

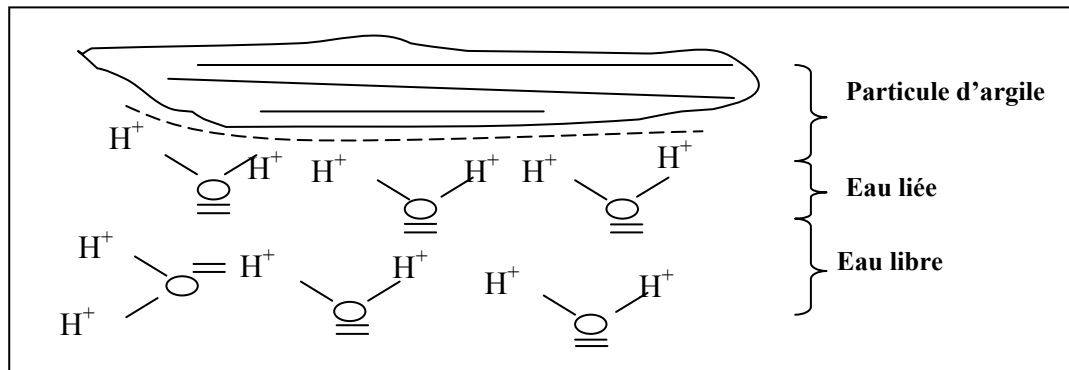


Figure 11: Adsorption particulaire (eau liée, eau libre).

3-7-4 Flocculation et défloculation des suspensions bentonitiques

Les particules d'argile, qu'elles se présentent sous forme de feuilletés dispersées, peuvent être « *floculées* » quand elles s'attirent les unes les autres, ou « *défloculées* » quand elles ont une tendance générale à se repousser. Le niveau de dispersion et l'importance des forces interparticulaires sont les deux caractéristiques essentielles des systèmes bentonitiques. Les facteurs exerçant une influence sur ces deux paramètres sont présentés ci-dessous,

3-7-5 Influence de la concentration de bentonite :

Les bentonites contiennent 85-95% de montmorillonite et donc se caractérisent par les rendements les plus élevés. Pendant l'extraction de la montmorillonite, le traitement par voie humide est exclu à cause des coûts élevés du stade final d'élimination de l'eau. La concentration de bentonite est un facteur qui influe sur les performances rhéologiques du laitier de ciment.

- Influence de cisaillement mécanique

Un apport important d'énergie peut également accélérer le processus de dispersion par séparation mécanique des lamelles. En général, sur le chantier ceci peut être obtenu sur place par circulation du contenu d'un réservoir de pré-mélange à haute teneur en solides à l'aide d'une pompe centrifuge ou d'une pompe à piston à haute pression.

- Influence des électrolytes

Ce sont les forces électrostatiques de répulsion entre particules à charge négative qui causent la séparation des lamelles. Ces forces sont diminuées lorsque la conductibilité de l'eau augmentée par l'ajout du sel. La réaction est suffisamment prononcée pour éliminer le gonflement de la montmorillonite.

3-7-6 Utilisation de la bentonite dans les ciments :

Les bentonites peuvent être ajoutées aux ciments pour les raisons suivantes :

- Abaisser la densité du laitier de ciment ;
- Réaliser des cimentations sur de grandes hauteurs sans risque de provoquer des fracturations ;
- Réduire le coût de l'opération de cimentation et parfois le nombre de tubages ;
- Augmenter la valeur du rendement du laitier ;
- Diminuer l'eau libre et le filtrat.

3- 8 Caractéristiques des ciments allégés à base de bentonite

Les résistances mécaniques à la compression diminuent lorsque le pourcentage de la bentonite augmente. Ceci résulte de l'augmentation du rapport eau/ciment (**figure12**).

Pour des températures élevées, le temps de pompabilité croît avec la concentration en bentonite, alors que le pourcentage d'eau libre et le filtrat sont diminués. La perméabilité du ciment durci est plus grande que celle avec bentonite. La perméabilité élevée est un phénomène constaté pour tous les ciments allégés.

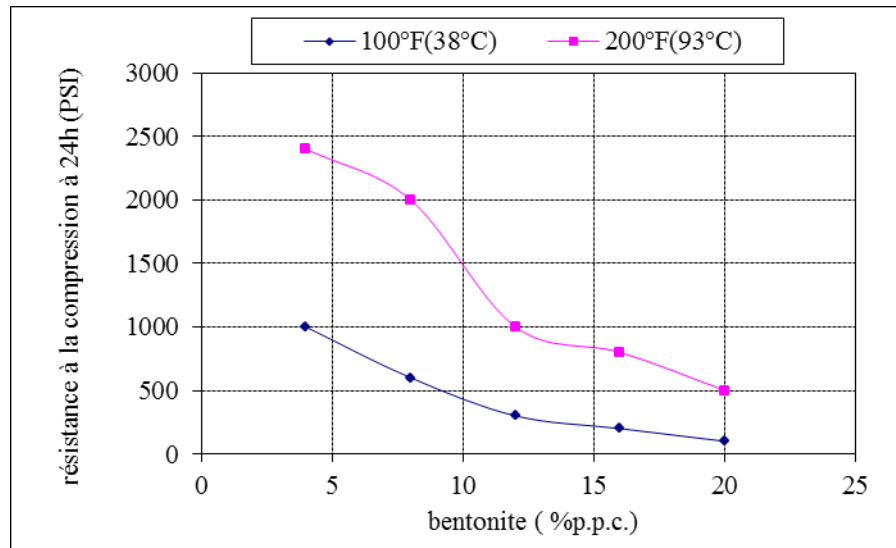


Figure 12: Effet de la bentonite sur la résistance mécanique à 24H d'un ciment classe G [23]

3- 9 Ciments allégés à base de diatomite :

3-9-1 La diatomite

Les diatomites (appelées souvent terres diatomées ou kieselguhrs), constituées de squelettes d'algues monocellulaires, dont la nature est estimée à plus de 10.000 espèces d'origine d'eaux douces ou marines, forment de vastes dépôts sédimentaires dans diverses parties du globe [24]. En Algérie, les principaux gisements sont surtout localisés dans le Nord-Ouest. Les réserves cumulées de ces gisements sont estimées à près de 7.056.589 tonnes [26].

3-9-2 Utilisation des diatomites dans les ciments allégés

Les diatomites se distinguent par leur porosité (1g de diatomite absorbe plus de 2.5g d'eau)[24] et par leur surface spécifique élevée, donc elles sont qualifiées d'être un allégeant très efficace pour les laitiers de ciment. Par ailleurs, elles sont classées parmi les pouzzolanes d'origines naturelles, dont la fixation de chaux en présence d'eau et l'aptitude à constituer des produits à propriétés liantes, sont les caractéristiques les plus marquées. (**figure13**), [26].

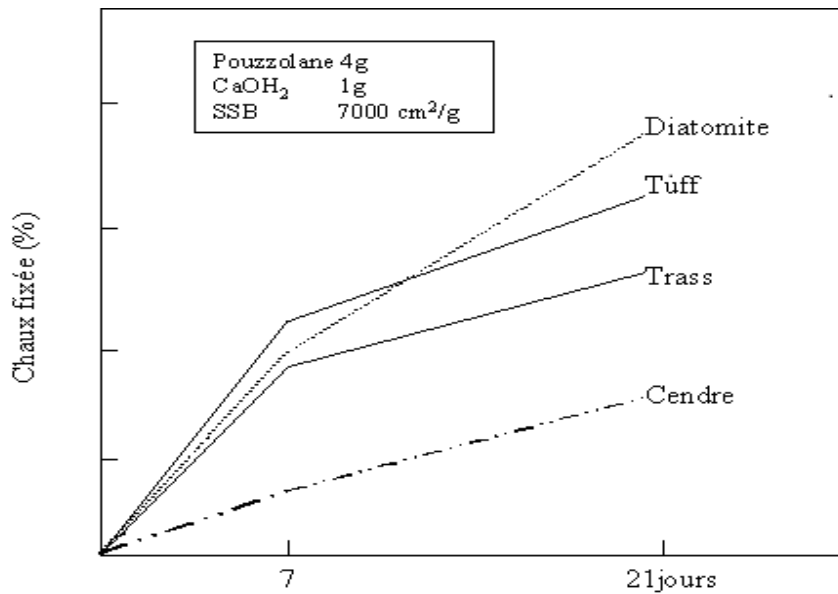


Figure 13: Pourcentage de chaux fixée par différents types de pouzzolane de surface spécifique égale à 7000 cm²/g, [34].

3-9-1 Caractéristiques des ciments allégés à base de diatomite

Grâce à ses propriétés, la diatomite joue un rôle double lorsqu'on l'ajoute aux laitiers de ciment. Son pouvoir absorbant d'eau, sa grande surface spécifique et ses propriétés pouzzolaniques lui permettent d'être un allégant très efficace de laitiers de ciment et d'avoir une meilleure résistance chimique, à long terme, de la pierre de ciment durcie.

Chapitre IV : RHEOLOGIE

4-1 Introduction

Le succès d'une opération de cimentation est assuré par plusieurs facteurs dans le choix des fluides utilisés qui sont classés dans la famille des fluides complexes du fait de leur nature même et des conditions opérationnelles. La connaissance et le contrôle des propriétés rhéologiques de ces fluides ont donc une incidence majeure sur le bon déroulement d'une opération de cimentation. Ces fluides présentent un comportement non newtonien ; [27], [6]

La rhéologie permet, alors de prévoir le comportement d'un corps réel à condition de ne pas trop s'éloigner des hypothèses ayant servi à la construction de modèle rhéologique utilisé. La section qui suit vise à définir les principaux paramètres rhéologiques ainsi que les différentes typologies d'écoulement des fluides [28]. Elle est proposée par Eugène BINGHAM en 1928

4-2 Définition de la rhéologie :

La rhéologie est une branche de la physique qui étudie l'écoulement ou la déformation des corps sous l'effet des contraintes qui leur sont appliquées, compte tenu de la vitesse d'application de ces contraintes ou plus généralement de leur variation au cours du temps. [13]

La rhéologie ne s'est développée que tardivement par ce que l'attention ne s'était portée au siècle dernier que sur des matériaux pour lesquels les relations contraintes- déformations ou vitesses de déformation, que nous appellerons désormais relations de comportement. [18]

4-3 Les paramètres de la rhéologie

4-3-1 La contrainte de cisaillement [14], [30]

Une contrainte de cisaillement τ est une contrainte appliquée de manière parallèle ou tangentielle à une face d'un matériau, par opposition aux contraintes normales qui sont appliquées de manière perpendiculaire. C'est le rapport d'une force à une surface, qui possède donc la dimension d'une pression, exprimée en pascals ou pour les grandes valeurs en mégapascals (MPa).

$$\tau = \frac{F}{A} \left[\frac{N}{M^2} \right] \dots \dots \quad (1)$$

Où :

- τ : est la contrainte de cisaillement.
- F : est la force tangentielle appliquée.
- A : est l'aire de la section au droit de force.
- \vec{v}_1, \vec{v}_2 : vitesse de déplacement.

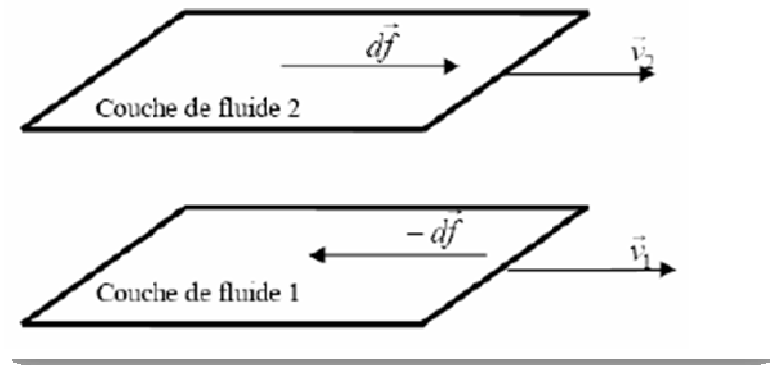


Figure 14: Description de la contrainte de cisaillement.

- Contrainte de cisaillement pour un fluide :

Pour tout fluide réel possédant une viscosité, il existe des contraintes de cisaillement. En effet, même si un fluide est en mouvement, il doit avoir une vitesse nulle dans la zone de contact avec des solides. Les particules fluides allant plus vite sont freinées par celles allant moins vite. C'est d'ailleurs pour cela qu'il faut exercer une certaine force pour mettre un fluide en mouvement.

La relation entre contrainte de cisaillement et gradient de vitesse s'écrit, pour un fluide newtonien :

$$\tau(y) = \mu \frac{du}{dy} \left[\frac{N}{m^2} \right] \quad \dots \quad (2)$$

- μ = la viscosité dynamique .
- u = la vitesse du fluide à une hauteur y .
- y = la coordonnée d'espace repérant la position du fluide.

4-3-2 Déformation de cisaillement : [19],[30]

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.

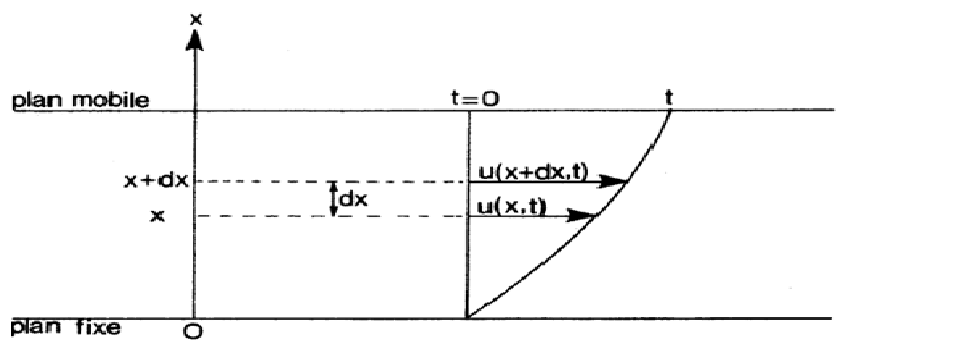


Figure 15: Mouvement laminaire de cisaillement entre deux plans parallèles

Considérons les particules de matière qui se trouve au temps origine $t=0$ dans une certaine section droite. A un instant t postérieur, chaque particule de matière aura parcouru la distance $u(x, t)$ pour la particule située a l'abscisse x et $u(x+dx, t)$ pour la particule située a l'abscisse $x+dx$.

On définit la déformation de cisaillement dans le cas de la symétrie plan par la relation :

$$\gamma = \frac{du(x, t)}{dx} \quad \dots \quad (3)$$

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

4-3-3 La vitesse de cisaillement : [19]

La vitesse de cisaillement est la dérivée par rapport au temps de la déformation cisaillement $\dot{\gamma}$; c'est une vitesse de déformation :

$$\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt} = \frac{d}{dt} \left(\frac{du}{dx} \right) = \frac{d}{dx} \left(\frac{du}{dt} \right) = \frac{dv}{dx} \quad : \quad \left[\frac{1}{s} \right] \quad \dots \quad (4)$$

4-3-4 La viscosité : [19]

Les coefficients de viscosité sont des grandeurs physiques qui jouent un rôle essentiel en rhéologie. Leur connaissance suffit parfois a caractériser de façon précise le comportement rhéologique du matériau. On définit différents coefficients de viscosité.

✓ Viscosité dynamique :

Elle est définie par la relation :

$$\mu = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \left[\frac{N \cdot s}{m^2} \right] \text{ Ou } [Pa \cdot s] \quad \dots \quad (5)$$

Et est appelée également viscosité apparente

✓ Viscosité cinématique :

Elle est définie par la relation :

$$\nu = \frac{\mu}{\rho} \quad : \quad [m^2/s] \quad \dots \quad (6)$$

ρ : masse volumique du fluide

4-4 Typologie de l'écoulement : [1]

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

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

4-4-1 Les fluides indépendants du temps : [16]

Ce sont des fluides dont le taux de déformation dépend uniquement de la contrainte de cisaillement appliquée. Ils sont généralement appelés fluides purement visqueux. Cette catégorie regroupe les fluides suivants :

4-4-2 Les fluides newtoniens : [17]

Un fluide est dit newtonien si sa viscosité est indépendante de la contrainte appliquée. On dit que le fluide est parfait ou linéaire. Elle ne dépend que la température, de la pression et de la nature du fluide. La viscosité dynamique, est alors souvent notée :

➤ **Loi de Newton :**

$$\tau = \mu \dot{\gamma} \quad \dots \dots \dots \quad (7)$$

- τ : **contrainte de cisaillement [Pa]**.
- μ : **vitesse de cisaillement [1/s]**.
- $\dot{\gamma}$: **viscosité dynamique du fluide [Pa.s]**.

Le Rhéogramme $\mu = f(\dot{\gamma})$ d'un tel fluide est donc une droite passant par l'origine, de pente μ .
 μ (1/s)

4-4-3 Les fluides non newtoniens : [9]

Tous les fluides pour lesquelles la relation entre la contrainte de cisaillement et la vitesse de cisaillement n'est pas proportionnelle. Le caractère non newtonien d'un fluide est lié à la taille de particule, leur concentration dans la phase continue, leur nature, leur forme, leur aptitude à la déformation sont caractérisée par la loi générale :

$$\tau = \mu_a \dot{\gamma} \quad \dots \quad (8)$$

Avec :

μ_a : La viscosité apparente dépendante de la vitesse de déformation **[Pa.s]**.

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

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

4-4-4 Les fluides à contrainte critique : [31]

Les fluides à contrainte critique sont des milieux qui tiennent à la fois du solide et du fluide : ils refusent de s'écouler si la contrainte appliquée reste inférieure à un seuil critique.

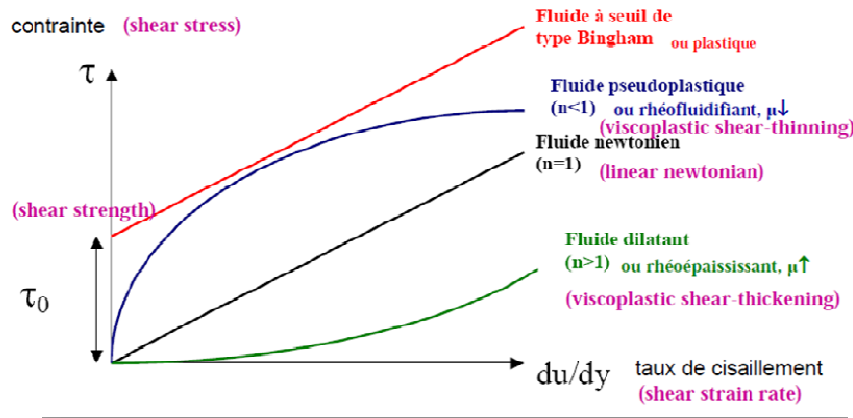


Figure 16: Identification des différentes courbes d'écoulement en se basant sur leur forme caractéristique. [30]

4-5 Les modèles rhéologiques :

4-5-1 Le modèle de Bingham : [15]

Le modèle de Bingham permet de caractériser des fluides dits à seuils, comme les gels

Les équations qui régissent le comportement d'un fluide de Bingham sont les suivantes :

$$\tau = \tau_0 + \mu_p \dot{\gamma} \quad \text{Si} \quad \tau \geq \tau_0 \quad \dots \dots (9)$$

$$\dot{\gamma} = 0 \quad \text{si} \quad \tau < \tau_0$$

τ_0 : Contrainte seuil [Pa].

μ_p : viscosité plastique [Pa.s].

$\dot{\gamma}$: vitesse de cisaillement [$1/s$]

4-5-2 Le Modèle de Casson : [32]

$$\tau^{1/2} = \tau_0^{1/2} + (\mu_\infty \dot{\gamma})^{1/2} \quad (10)$$

$$\dot{\gamma} = 0 \quad \text{si} \quad \tau < \tau_0$$

τ_0 : Contrainte seuil [Pa].

μ_∞ : viscosité à cisaillement infini.

4-5-3 Le modèle d'Ostwald (Loi de puissance) : [20]

Le modèle de loi de puissance permet de caractériser les fluides ayant un comportement rhéoépaississant et rhéofluidifiant.

$$\tau = k \dot{\gamma}^n \quad \dots \dots (11)$$

- k : indice de consistance.
- n : indice d'écoulement.

4-5-4 Le modèle d'Hershel-Buckley : [15]

Le modèle de Hershel-Buckley est le modèle utilisé par Fluent pour décrire les plastique de Bingham, c'est donc le modèle que nous avons utilisé lors de nos simulation.

$$\tau = \tau_0 + K \dot{\gamma}^n \quad \dots\dots (12)$$

$$\dot{\gamma} = 0 \quad \text{si } \tau \leq \tau_0$$

- τ_0 : Contrainte seuil [Pa].
- $\dot{\gamma}$: vitesse de cisaillement [$1/s$]
- K : Indice de consistance.
- n : indice d'écoulement.

4-6 Fluides sans contrainte critique : [20]

Le modèle de loi de puissance permet de caractériser les fluides ayant un comportement rhéoépaississant et rhéofluidifiant. La loi de puissance (proposée pour la première fois par Ostwald en 1925) :

$$\tau = k \dot{\gamma}^n \quad \dots\dots (13)$$

- K : indice de consistance.
- n : indice de structure (indice d'écoulement).

Le graphique ci-dessus représente le comportement des fluides pour des valeurs de l'exposant n particulières. On remarque que pour :

- **$n > 1$ le fluide a un comportement rhéoépaississant :**

Ce sont des liquides qui ont une viscosité qui croît avec le taux de cisaillement. On utilise la loi de puissance pour les représenter :

- **$n < 1$ le fluide a un comportement rhéofluidifiant :**

Ce sont des liquides qui ont une viscosité qui décroît avec le taux de cisaillement

Une loi empirique très utilisée pour la variation de la viscosité avec le taux de cisaillement :

- **$n = 1$ le fluide a un comportement Newtonien**

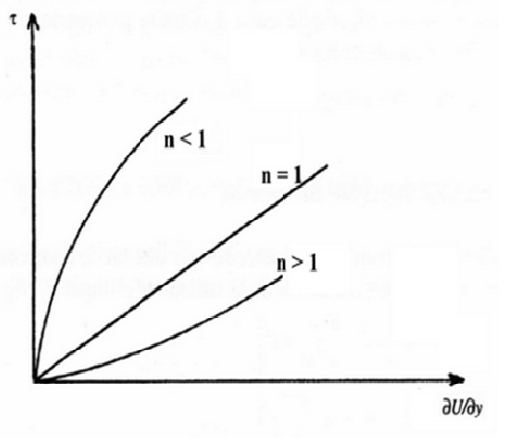


Figure 17: courbe d'écoulement des principales catégories de fluide

4-7 Les fluides dépendant du temps :

La seconde grande catégorie de milieux non newtoniens est constituée par des liquides dont le comportement varie en fonction du temps. On distingue deux catégories dans ce type de fluide :

- **Fluide thixotropes.**
- **Fluide rhéopexes.**

4-8 Fluide thixotropes :

Les fluides thixotropes ont une viscosité qui diminue avec le temps quand on leur applique une contrainte constante. Après suppression de cette contrainte, on ne retrouve la viscosité initiale qu'après un certain temps plus ou moins long. C'est un phénomène réversible. Tous les fluides sont plus ou moins thixotropes. [31] [32]

On trace un rhéogramme $\tau = f(D)$ (**figure.18**) en faisant croître puis décroître Régulièrement E , afin de revenir à la valeur initiale. On réalise ce qu'on appelle une " charge " puis une " décharge ". Le comportement thixotrope concerne les corps fluidifiants et les corps plastiques (plus rarement les épaississants). Pour les corps plastiques, on peut avoir au cours de la modification de structure, un changement de contrainte seuil ou pas. [17]

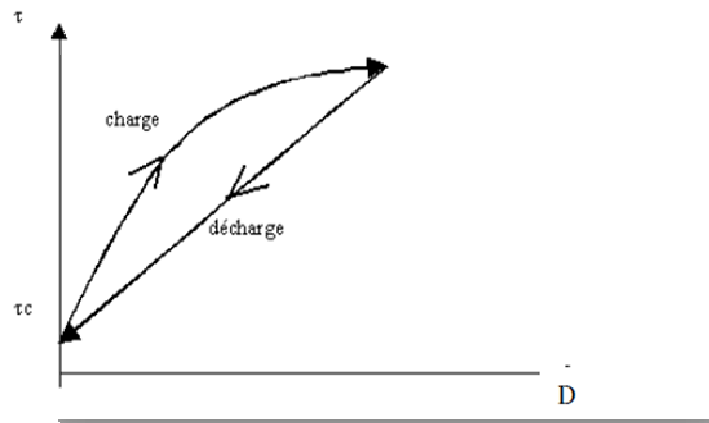


Figure 18: Boucle déhystérésis de fluide thixotropes.

4-9 Fluide rhéopexes : [33]

L'inverse de la thixotropie est la rhéopexie. Ces fluides ont une viscosité qui augmente avec le temps quand on leur applique une contrainte constante. Après suppression de cette contrainte, on ne retrouve la viscosité initiale qu'après un certain temps plus ou moins long.

4-10 Les fluides viscoélastiques : [21]

Un fluide viscoélastique est un fluide qui possède à la fois des propriétés de viscosité et d'élasticité. Si on considère comme l'un des cas limite, le solide de hook, la contrainte correspond à une déformation indépendante du temps alors que pour une substance viscoélastique, la contrainte ne se dissipe que graduellement. Inversement, si on considère un liquide purement visqueux, un écoulement est irréversible alors qu'un corps viscoélastique récupère une partie de sa déformation après suppression des contraintes.

Chapitre V : Caractérisations des matières premières :

5-1 Préparation de ciments allégés

Différents produits sont ajoutés au ciment avec comme principal objectif de l'alléger, dans cette étude il s'agit de la bentonite, de la terre diatomée et du sel.

5-2 Composition chimique des différents constituants du laitier

5-2-1 La fluorescence X a été utilisée comme technique d'analyse

5-2-1-1 Ciment pétrolier de classe G

Tableau 1: Composition chimique du ciment classe G

Oxydes	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	PAF
%	21.69	3.38	5.22	64.18	1.00	2.40	0.75	0.16	10.38

Remarque :

Chimiquement le ciment classe G utilisé est conforme à la norme API en termes de proportions des composants : SO₃ < 3%, les alcalis (K₂O et Na₂O < 1.50% et MgO < 6%.

5-2-1-2 Analyse minéralogique

La composition minéralogique du ciment est calculée à partir de la composition chimique selon la méthode de BOGUE. Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau 2.

Tableau 2: Composition minéralogique du ciment classe G.

Minéral	C ₃ S	C ₂ S	C ₃ A	C ₄ AF
Teneur %	66.28	18.51	2.30	12.91

Discussion

Minéralogiquement, la teneur en C₃S est assez importante et la teneur en C₃A inférieure à 3.

5-2-1-3 Bentonite

Tableau 3: Composition chimique de la bentonite de Maghnia.

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

Discussion

Les résultats montrent une composition chimique classique des argiles de type montmorillonitiques avec des taux importants en oxydes de silice et aluminium.

5-2-1-4 Diatomite

Les résultats de l'analyse sont regroupés dans le tableau ci-dessous.

Tableau 4: Composition chimique de la diatomite de Sig.

Oxydes	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	MgO	CaO
%	76.18	3.49	1.20	2.61	0.60	0.71	4.55

Il est à noter la prépondérance du silicium dans la diatomite de Sig. Quant au calcium, aluminium, magnésium, ils se rencontrent à plus faible pourcentage.

5-3 Propriétés physiques

5-3-1 Ciment classe G

- Densité : $d=3.15$;
- Surface spécifique de Blaine : $SSB=3850 \text{ cm}^2 / \text{g}$;
- Eau libre = 1.1 ml.

5-3-2 Bentonite

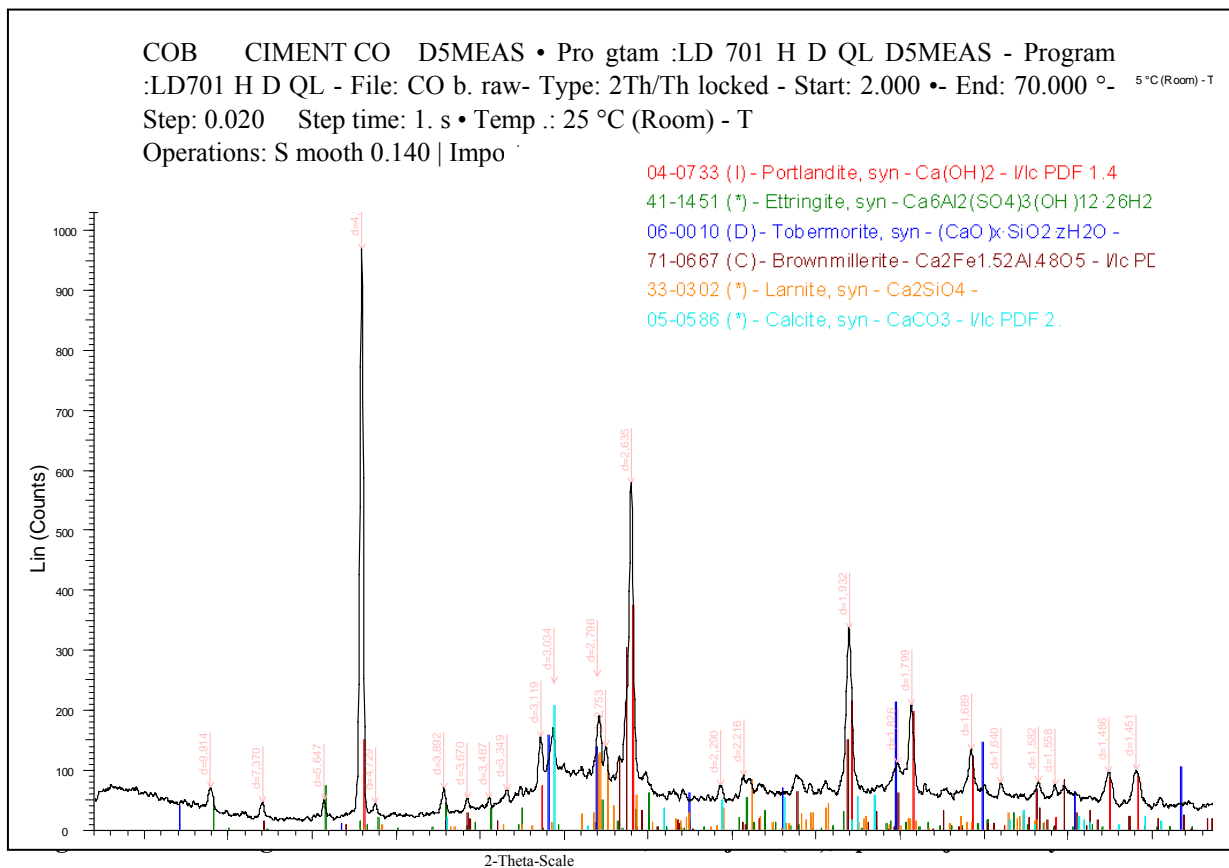
- Densité : $d=2.4$;
- Surface $S= 8500 \text{ cm}^2 / \text{g}$;

5-3-3 Diatomite

- Densité : $d=2.01$
- Surface spécifique $S= 7500 \text{ cm}^2 / \text{g}$;

5-4 Analyse par diffraction aux rayons X

5-4-1 Ciment classe G



Le diffractogramme montre des pics intenses de la Portlandite (CH) à $d = 2.63 \text{ \AA}$; $d = 4.9 \text{ \AA}$ ainsi que des pics à $d = 2.79$, 3.03 et 3.12 \AA caractéristiques de la Tobermorite (C-S-H). Les cristaux de la Portlandite et des C-S-H ainsi formés sont visualisés

5-4- 2 Bentonite

Le diffractogramme de l'échantillon montre un minéral argileux prédominant aux environs de $15^\circ A$, l'échantillon est une bentonite contenant du quartz et résidus feldspathiques comme impuretés. (Figure 20).

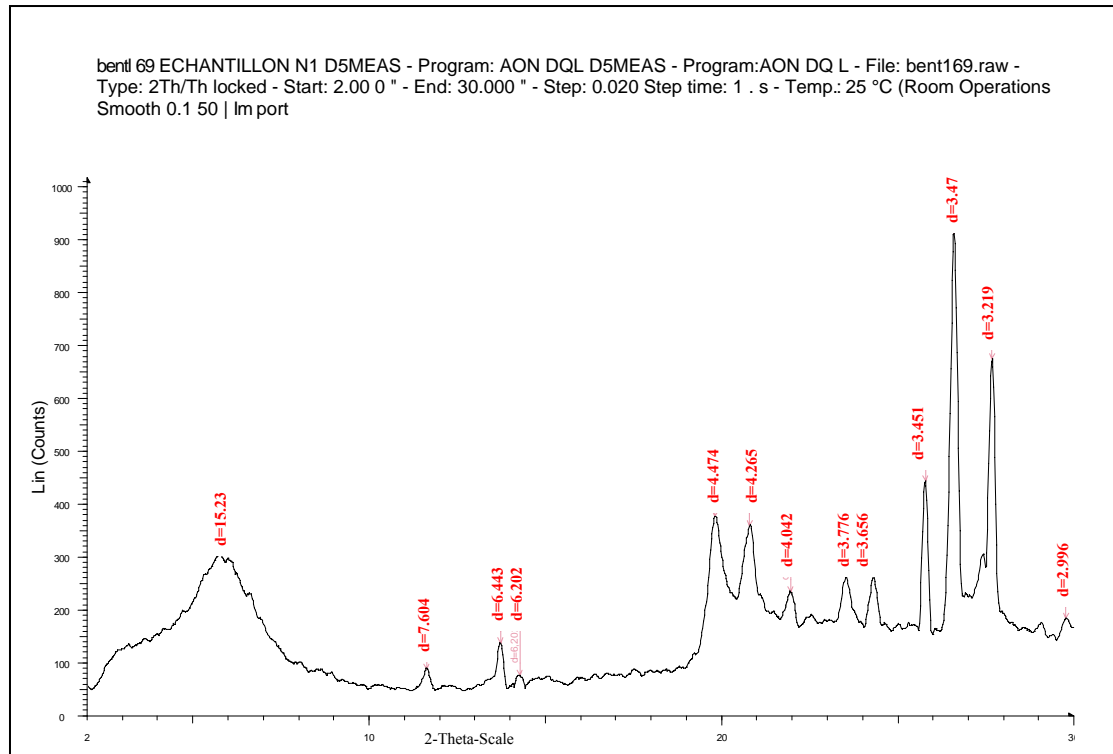


Figure 20: Diffractogramme RX de la bentonite de Maghnia.

5-4-3 Diatomite

L'analyse par rayons X, montre la présence d'une phase vitreuse riche en silice (quartz). (Figure 21)

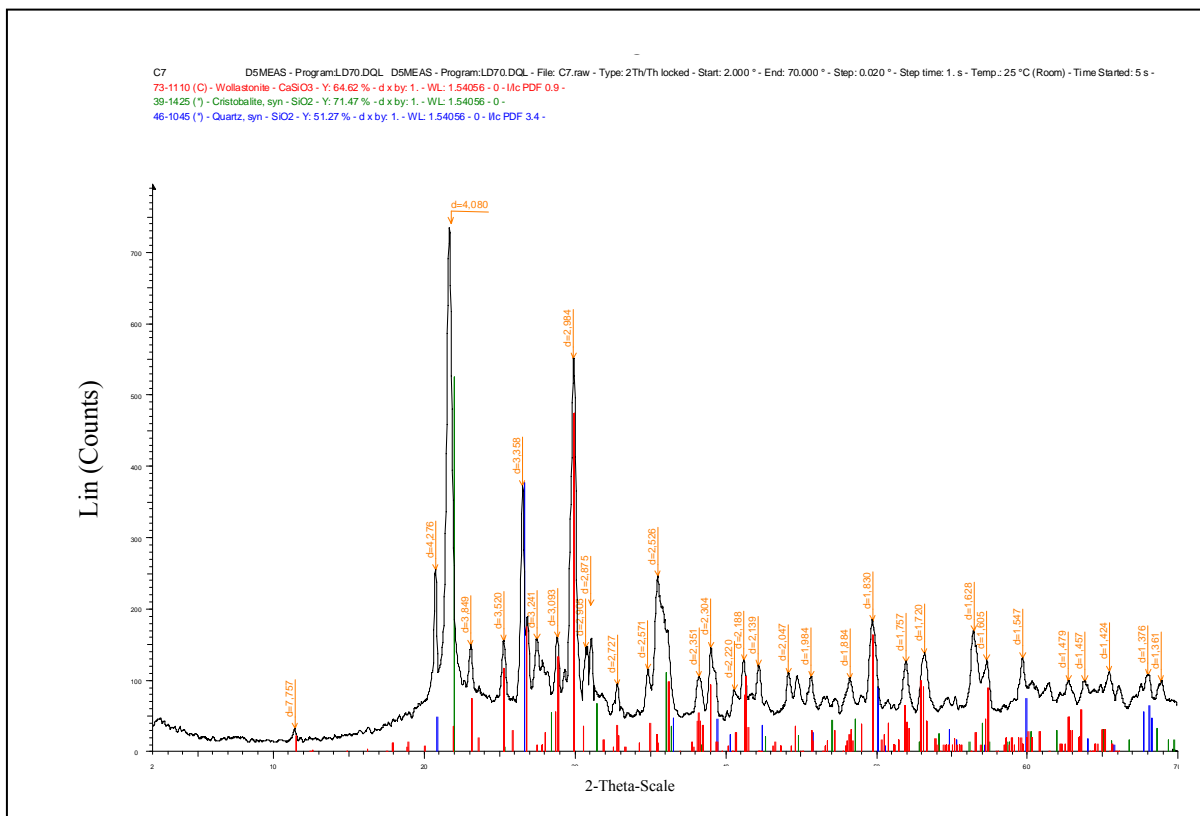
Figure 21: Diffractogramme RX d'un échantillon de diatomite de Sig.

C7 D5MEAS - Program LD70 DQ L D5MEAS ■ Program:LD70 DQ L - File: C7.raui - Type : 2Th/Th locked - St3rt:2.000 ° End: 70.000 Step:0.020 ° Step time : 1. s - Temp.:25 °C(Room)-Time Started: 5 s

73-1110 (C) - Wollastonite - CaSiO_3 - Y: 64.62 % - d x by: 1. - WL: 1.54056 - 0 - I/c PDF 0.9 -

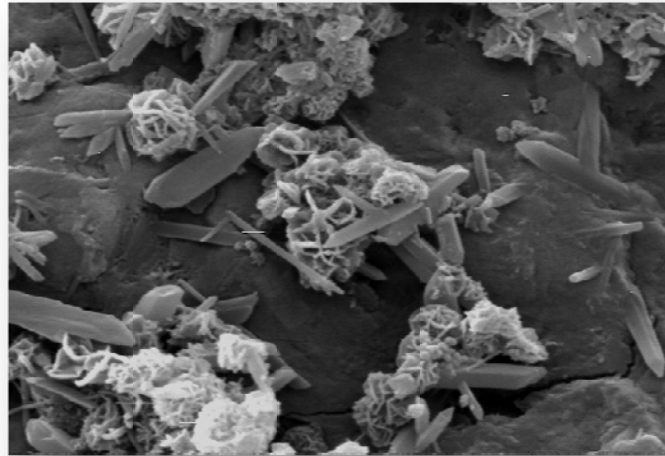
39-1425 (*) - Cristobalite, syn - SiO_2 - Y: 71.47 % - d x by: 1. - WL: 1.54056 - 0 -

46-1045 (*) - Quartz, syn - SiO_2 - Y: 51.27 % - d x by: 1. - WL: 1.54056 - 0 - I/c PDF 3.4 -



5-5 Analyse par microscope électronique à Balayage [34]

5-5- 1 Ciment classe G



Gr x 3648 (μm)

Figure 22: Présence de Portlandite et de Tobermorite dans le ciment classe G

La photo MEB en figure 21, ci-dessous révèle la présence des cristaux de Portlandite et de Tobermorite dans le ciment classe G.

5-5- 2 Bentonite

L'analyse par microscope électronique à balayage a permis de visualiser la structure en feuillet de l'échantillon de bentonite (**figure 23**).

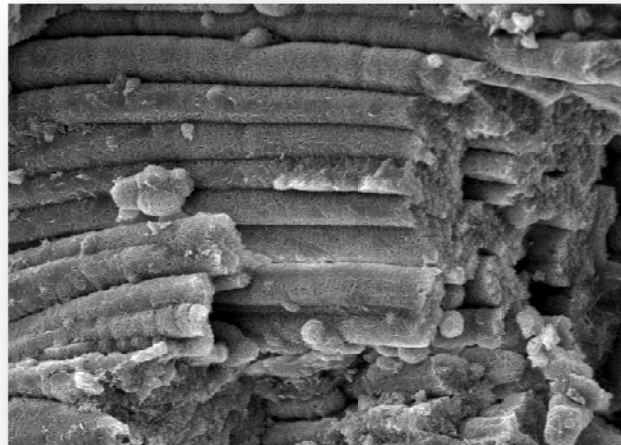


Figure 23: Visualisation de la bentonite de MAGHNIA

5-6 Analyse par microscope électronique à Balayage de la diatomite

L'analyse montre une structure poreuse des diatomées et un réseau secondaire, perforée de petite cavités appelé structure tertiaire.

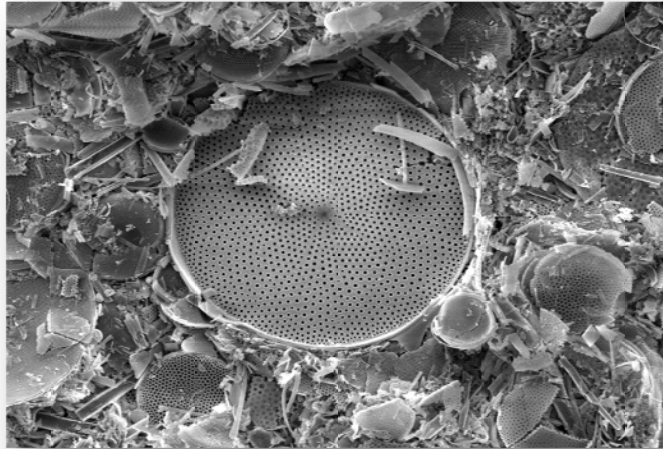


Figure 24: Fistules de Diatomées GrX 500 (μm)

Chapitre VI : Résultats d'essais et discussions [35].

6- 1 Ciment allégé à base de bentonite

Grâce à ses propriétés particulières, la bentonite est utilisée avec beaucoup de succès comme additif dans les fluides de forage et les laitiers de ciment, avec une quantité annuelle dépassant un million de tonnes. Elle confère aux laitiers de ciment d'importantes propriétés rhéologiques ; la faculté d'absorber une importante quantité d'eau, lui permet d'être un excellent allégeant.

6- 2 Ciment allégé à base de diatomée :

Pour les besoins de notre étude, nous avons utilisé la diatomite provenant des gisements de Sig. Les réserves exploitables de ce gisement sont estimées à environ 6.600.000 tonnes [22].

6- 3 Formulation des échantillons des laitiers de ciment allégés

Deux procédés sont utilisés au niveau du laboratoire sur le mode d'incorporation des allégeants (bentonite et diatomée) dans les laitiers de ciment allégés [19] :

- Le premier consiste à préhydrater 2 à 5% p.p.c (c'est-à-dire par poids de ciment), de bentonite dans l'eau de gâchage 24 heures avant leur utilisation. Le deuxième procédé, la bentonite est directement ajoutée lors de préparation du laitier de ciment à raison de 5 à 20% p.p.c.
- Il a été procédé à la préparation de différentes formulations de laitier de ciment à 20%p.p.c de bentonite et 10% de diatomée en présence de différentes concentrations de NaCl.

Le principe de préparation des laitiers de ciment consiste à calculer la quantité d'eau : **X**, nécessaire afin d'avoir un ciment de densité d égale à 1.58. En se basant sur les densités des constituants du laitier de ciment ($d_c=3.15$ densité du ciment classe G, $d_s=2.2$ densité du sel et $d_d=2.01$ densité de la diatomite, $d_b=2.4$ densité de la bentonite, la densité recherchée du mélange sera approximativement estimée.

$$\text{Où : } d = \frac{\sum \text{masses (g)}}{\sum \text{volumes (ml)}} = \frac{1000 \text{g de ciment} + A(\text{bentonite}) + S(\text{sel}) + X(\text{eau})}{(1000/d_c) + (A/d_a) + (S/d_s) + X} \quad (14)$$

X- quantité d'eau recherchée (en ml) ;

S- quantité de sel (en g) ;

A- quantité de l'allégeant B : pour bentonite (en g).

6- 3-1 Les formulations des différentes variantes sont données dans les tableaux ci-après

Tableau 5: Formulations différentes de ciment allégé à base de bentonite.

Variantes	Constituants de laitier de ciment			
	Ciment (g)	Bentonite (g)	Sel (g)	Eau de mixage (ml)
F0	1000	0	0	859.34
FB0	1000	200	0	998.56
FB1	1000	200	5	1000.96
FB2	1000	200	10	1003.36
FB3	1000	200	20	1008.16
FB4	1000	200	30	1012.96
FB5	1000	200	50	1022.56
FB6	1000	200	100	1046.56
FB7	1000	200	200	1094.56
FB8	1000	200	450	1214.56

Tableau 6: Formulations des différentes variantes de ciment allégé à base de diatomite.

Variantes	Constituants de laitier de ciment			
	Ciment en (g)	Diatomite en (g)	Sel en (g)	Eau de mixage en (ml)
F0	1000	0	0	859.34
FD0	1000	100	0	896.22
FD1	1000	100	5	898.62
FD2	1000	100	10	901.02
FD3	1000	100	20	905.82
FD4	1000	100	30	910.62
FD5	1000	100	50	920.22
FD6	1000	100	100	944.22
FD7	1000	100	200	992.22
FD8	1000	100	450	1112.22

6- 4 Etude des paramètres physico-chimiques et mécaniques

6- 4-1 Ciment allégé à la bentonite

6- 4-1-1 Effet du sel et de bentonite sur les propriétés du ciment allégé :

a. Eau libre

Le volume de l'eau libre augmente en fonction de la concentration de sel dans le laitier de ciment (**figure 25**). Cela est expliqué par la perte des propriétés de gonflement de bentonite en présence de sel. La norme API exige un maximum de 5.9ml d'eau libre pour les ciments pétroliers. Les résultats montrent qu'à partir de 3% p.p.c. de NaCl (environ 30g/l) les quantités d'eau libre dépassent les exigences de la norme. Elle atteint 25ml pour 20% p.p.c. de sel (concentration utilisée sur les champs de Hassi Messaoud), ce qui rend impossible l'utilisation de bentonite comme allégeant en présence d'une telle quantité de sel dans l'eau de gâchage.

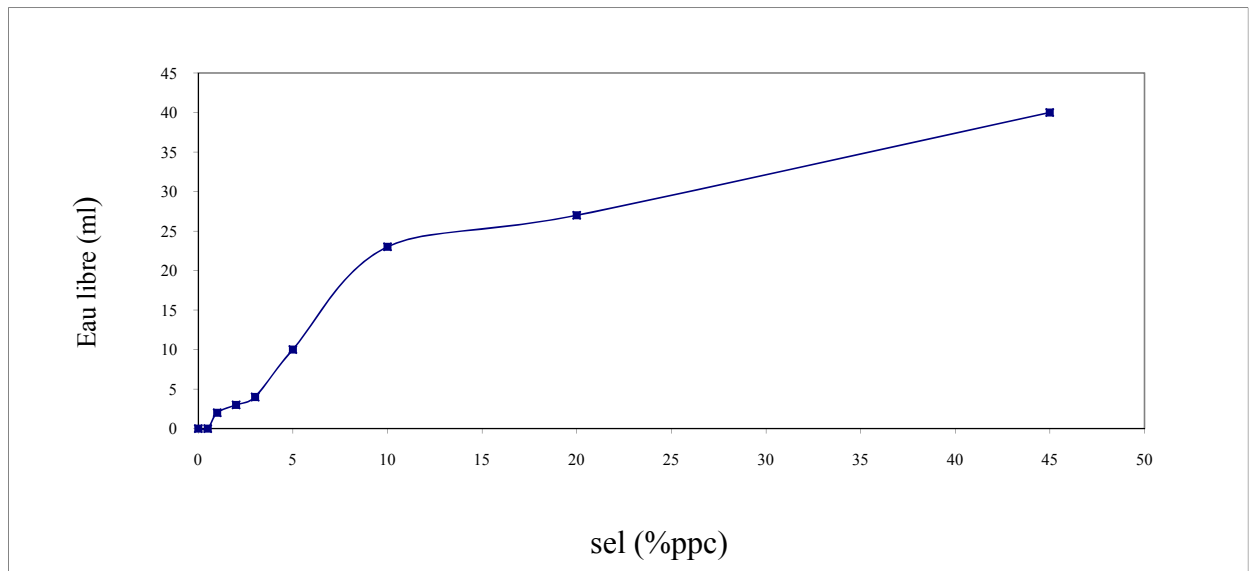


Figure 25: Influence du sel sur l'eau libre des laitiers de ciment allégés avec 20%ppc de bentonite

b. Temps de pompabilité

La **figure 26** montre que l'ajout de NaCl à l'eau de gâchage, à raison de 2% à 4% p.p.c., accélère le temps de pompabilité des laitiers de ciment allégés et au-delà de 5% il devient retardateur. Ludwig [36], a montré que le chlorure de sodium fait croître la quantité d'ions SO_4^{2-} et Ca^{2+} qui passent en solution dans le laitier et accélère ainsi les réactions d'hydratation du ciment. Cependant, ces déterminations ont été faites avec des concentrations relativement faibles en chlorure de sodium (jusqu'à 3%p.p.c. seulement). Avec des concentrations plus élevées, au-delà un prolongement de temps de pompabilité est observé.

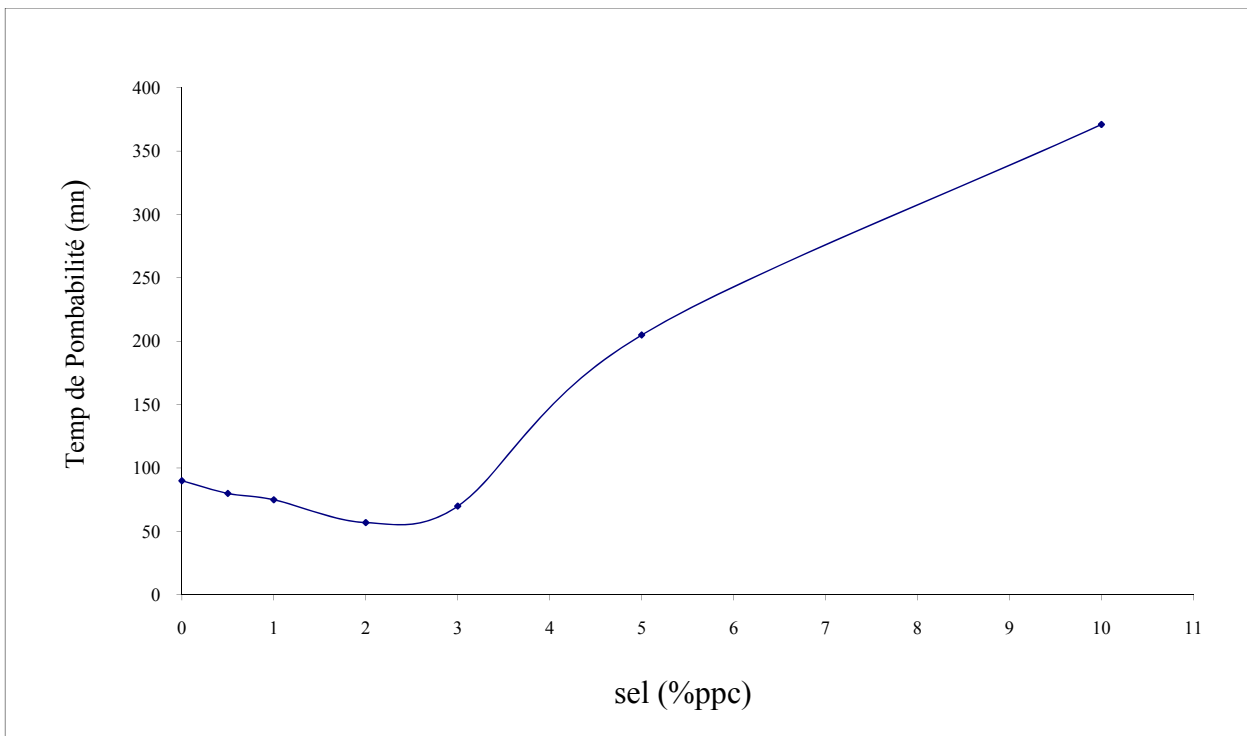


Figure 26: Influence du sel sur le temps de pompabilité des ciments allégés avec 20%p.p.c. de bentonite

c. Expansion

Dans les variantes **FB6**, **FB7** et **FB8**, il n'a pas été possible de mesurer l'expansion à cause de l'excès d'eau libre. Le problème de variation de volume de la pierre de ciment, après leur mise en place, préoccupe toujours le pétrolier qui pense que le défaut d'étanchéité des cimentations pourrait être dû, entre autres causes, au retrait de ciment au cours de son durcissement.

Sur la courbe d'expansion du ciment allégé en fonction de sel, on observe que le ciment allégé a montré une expansion remarquable jusqu'à 3%p.p.c. de sel. Au-delà l'expansion diminue, cela peut être expliqué par l'augmentation d'eau libre causée par la présence du sel qui influe négativement sur le gonflement de bentonite.

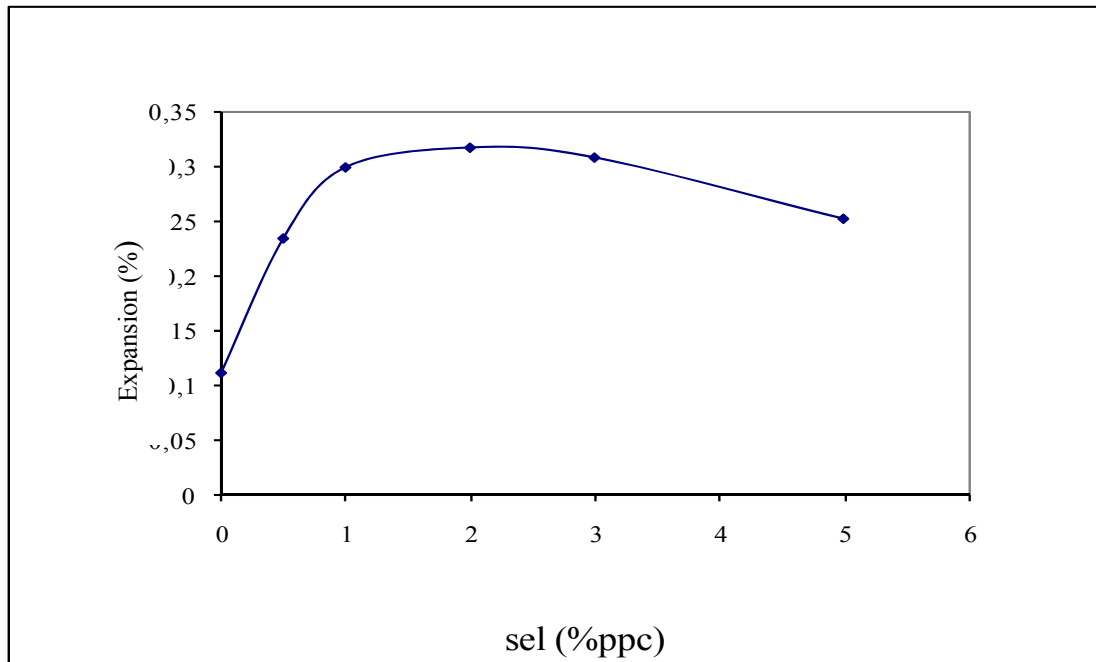


Figure 27: Influence du sel sur l'expansion des ciments allégés avec 20%ppc de bentonite

6- 4-2 Ciment allégé à la diatomée

6- 4-2-1 Effet du sel et de diatomite sur les propriétés du ciment allégé :

a. Eau libre :

Les résultats de test d'eau libre ainsi trouvés (figure 28) confirment ceux du test de gonflement. En effet, jusqu'à une concentration de 20%p.p.c. en NaCl, l'eau libre diminue dans le laitier de ciment allégé, au-delà on constate une légère augmentation. D'après les exigences de la norme API, les quantités d'eau libre sont conformes à partir de 8 %p.p.c. de NaCl. (figure 28)

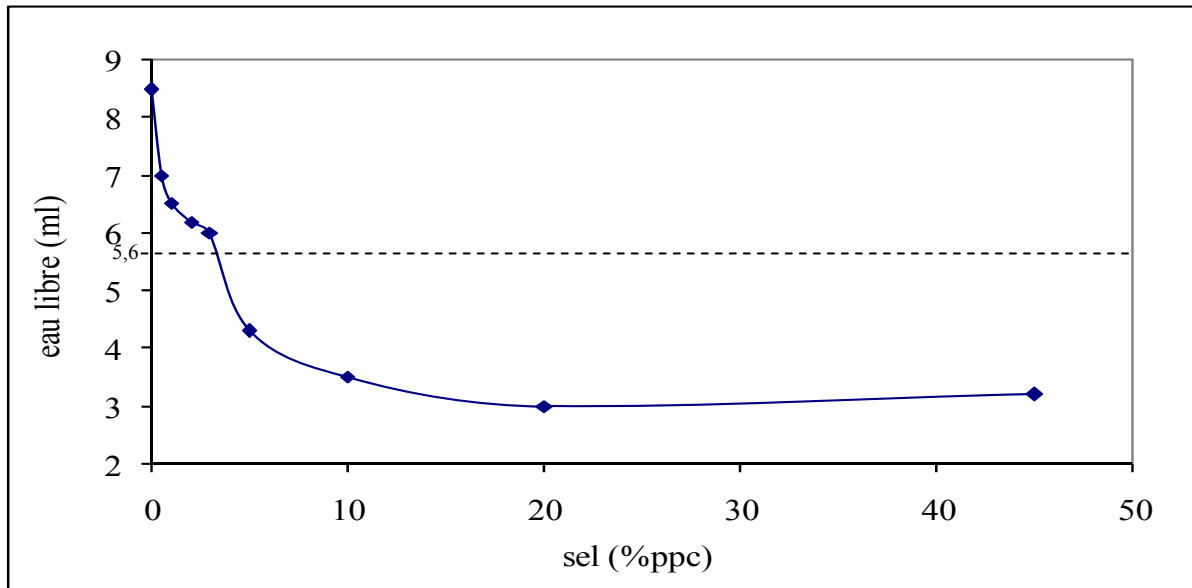


Figure 28: Influence du sel sur l'eau libre d'un laitier de ciment classe G avec 10%ppc de diatomite.

b. Temps de pompabilité :

Il a été montré que l'ajout de NaCl à l'eau de gâchage, à raison de 2% à 4% p.p.c., joue le rôle d'accélérateur de temps de pompabilité dans les ciments classe G et au-delà de 5% il devient retardateur, [36]. Cependant, nos résultats d'essais sur les laitiers de ciment à base de diatomite prolongent l'intervalle d'accélération jusqu'à une concentration de 20%p.p.c.en NaCl (figure 29).

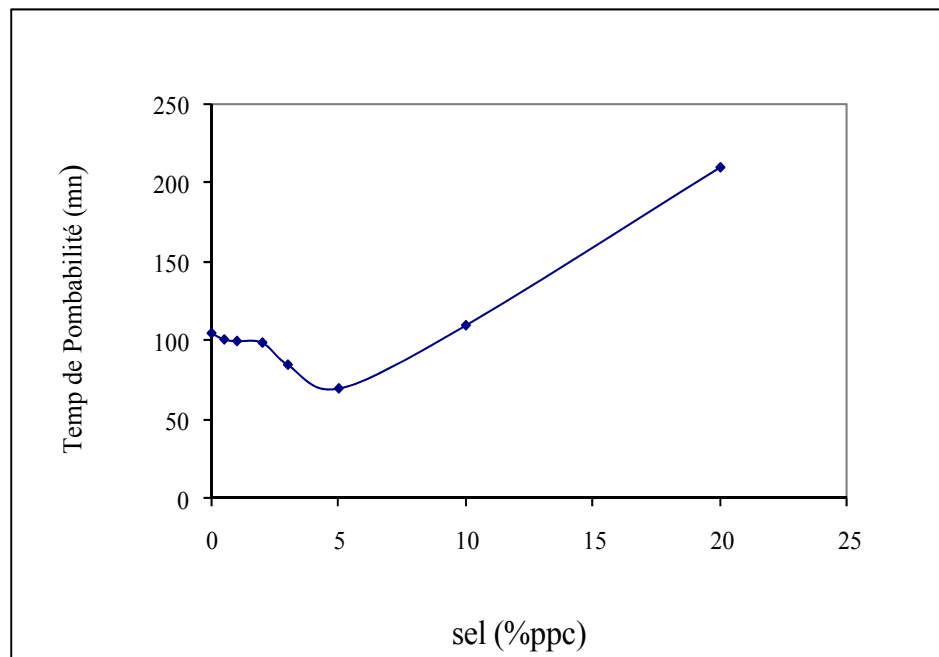


Figure 29: Influence du sel sur le temps de pompabilité avec 10%p.p.c.de diatomite

Ceci est avantageux, d'une part on assure le maximum de salinité au laitier de ciment sans avoir un grand retard de prise et d'autre part, on minimise le temps d'attente pour le forage des phases suivantes.

c. Expansion :

La figure 30 montre une augmentation de l'expansion à faible concentration de NaCl (entre 1 et 5%p.p.c.) lié aux réactions entre la portlandite libérée lors de l'hydratation du ciment et la silice active de la diatomite en présence, formant un gel important d'hydrosilicates de calcium. L'activité de la silice est renforcée par la présence du sel. Au-delà de 5%p.p.c, on constate une diminution d'expansion. Un tel ciment est déconseillé dans les cimentations car des micro-annulaires se créent conduisant à des contaminations de couches par la zone productrice.

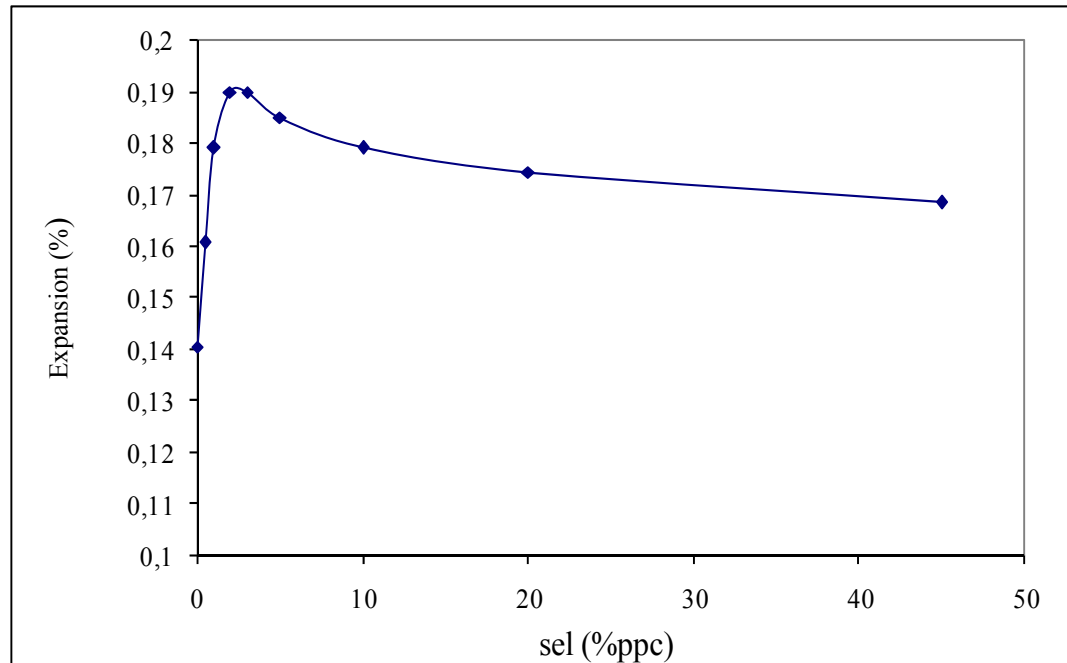


Figure 30: Evolution de l'expansion d'un ciment allégé avec 10%p.p.c. de diatomite en fonction de sel

d. Résistance mécanique à la compression en présence de la Bentonite

Dans les formulations FB6, FB7 et FB8, l'essai de la résistance à la compression n'a pu être effectué à cause de l'excès d'eau libre.

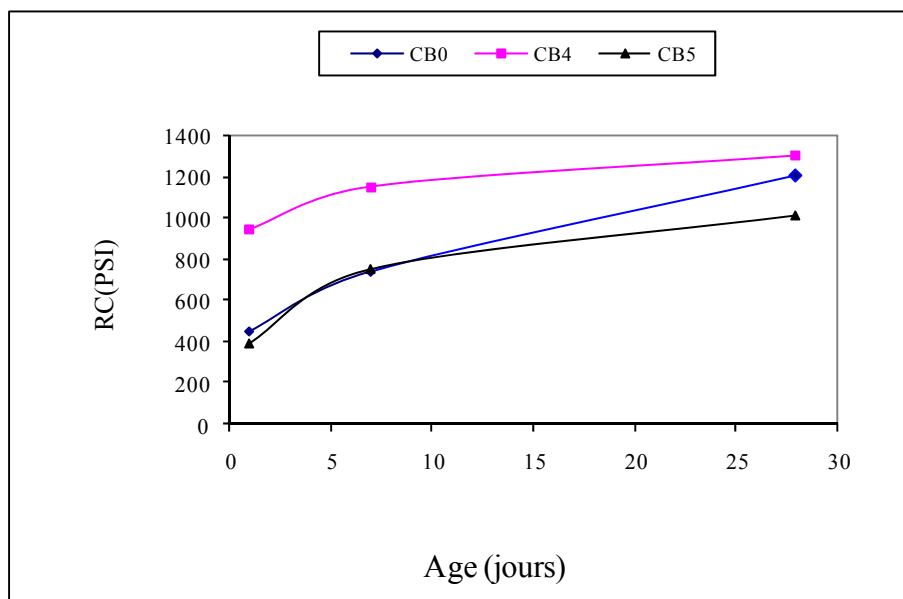


Figure 31: Influence du sel sur les résistances à la compression des ciments allégés avec 20% ppc de bentonite.

Les résultats obtenus, traduits en courbes par La **figure 31**, montrent que les résistances à la compression sont satisfaisantes (la norme API exige au moins 100 Psi à 24heures) ; Il est à signaler qu'avec l'addition du sel à 3% p.p.c.(FB4) qui joue le rôle d'accélérateur, les résistances sont plus importantes que celles ayant trait à l'ajout de sel à 5% p.p.c.(FB5) et aussi à celles sans ajout du sel.

e. **Résistance mécanique à la compression en présence de la Diatomite :**

Les résultats obtenus, montrent des résistances à la compression de ciment FD4 acceptables avant 28jours par rapport aux ciments FD0 et FD6. Cependant, pour FD0 elle augmente et devient plus importante à 28jours. Concernant le ciment FD6, la résistance évolue lentement tout en restant conforme à la norme. Vu la richesse de la diatomite en silice amorphe, on prévoit une amélioration des résistances à long terme. Smith et Carter [37] ont montré que l'addition de matériaux riches en silice, va empêcher la chute des résistances à long terme, en se combinant à la portlandite et à l' α -silicate dicalcique, au fur et à mesure de leur formation dans les ciments.

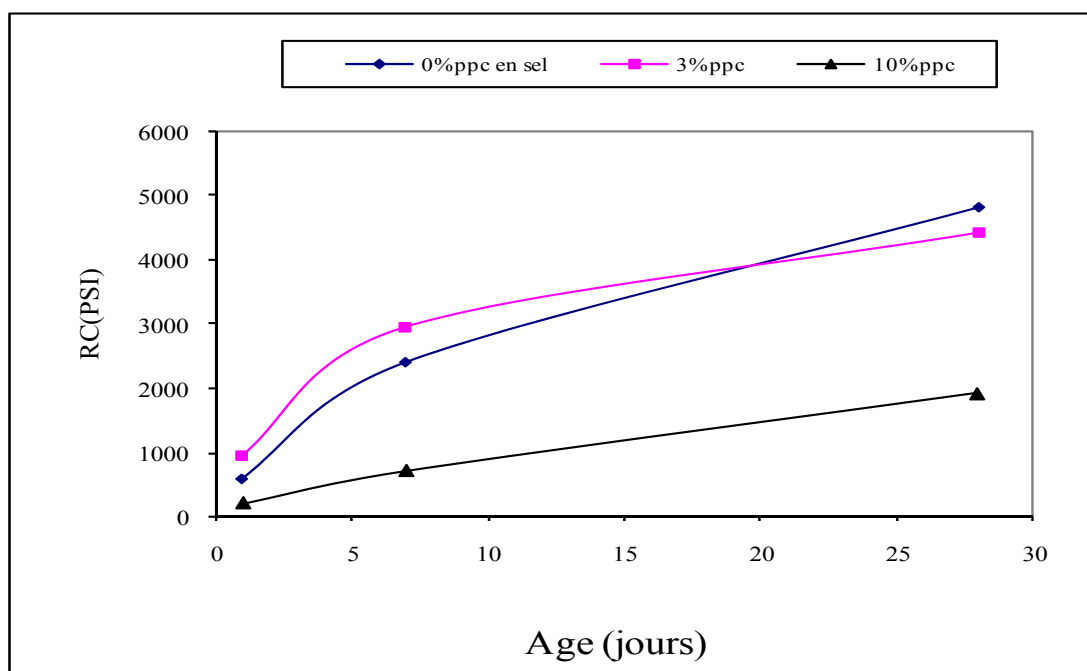


Figure 32: Influence du sel sur les résistances à la compression des ciments allégés 10% p.p.c. de diatomite.

Chapitre VII : Résultats et Discussion « Rhéologie »

7- 1 Etude rhéologique des ciments préparés

7-1-1 Ciment allégé à la bentonite

Paramètres rhéologiques :

La connaissance des paramètres rhéologiques est d'une importance primordiale, car ils déterminent les régimes d'écoulements convenables pour réaliser l'opération de cimentation avec un minimum de risques. Nous donnons dans **le tableau 7** les valeurs de la contrainte de cisaillements (Y_v) et la viscosité plastique (v_P) que nous avons obtenu.

Tableau 7: Contraintes de cisaillements et viscosités plastiques des variantes des laitiers de ciment proposées.

Variante	FB0	FB1	FB2	FB3	FB4	FB5	FB6	FB7	FB8
Y_v (Lbf/100ft ²)	105	75	21	17	12	9	7.5	6	5
V_p (cP)	65	30	18	20	17	12	11	9	8

L'influence de sel sur les caractéristiques rhéologiques du laitier de ciment allégé (à 20% p.p.c.de bentonite) se manifeste par une diminution de la contrainte de cisaillements et la viscosité plastique (**Figure 32 et 33**). D'après les résultats obtenus, on remarque une stabilité des paramètres rhéologiques à partir de 10% p.p.c. de sel. La diminution des valeurs de la viscosité plastique et de contrainte de cisaillements, facilite la pompabilité du laitier de ciment dans l'espace annulaire.

7-1-2 Ciment allégé à la diatomée

Paramètres rhéologiques :

Tableau 8: Contraintes de cisaillements et viscosités plastiques des laitiers de ciment allégés en fonction de sel.

Variante	FD0	FD1	FD2	FD3	FD4	FD5	FD6	FD7	FD8
Y_v (Lbf/100ft ²)	46	45	40	36	29	25	23	22	20
V_p (cP)	41	37	34	33	31	30	27	26	25

Les **figures 34 et 35** ci-dessous traduisent ces résultats en courbes. Malgré la conformité aux normes des valeurs trouvées (la Y_v et la V_p ne dépassent pas 50 lbf/100ft² et 50cP respectivement), on note l'importance de ces valeurs qui causent, en pratique, quelques difficultés lors de l'injection du laitier de ciment dans l'annulaire. Notons aussi la diminution des paramètres rhéologiques en fonction de concentration en NaCl.

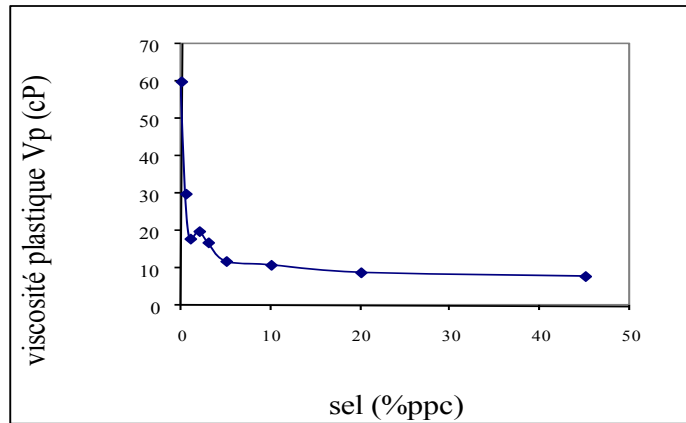


Figure 33: Influence du sel sur la viscosité plastique (ciment classe G avec 20%ppc de bentonite)

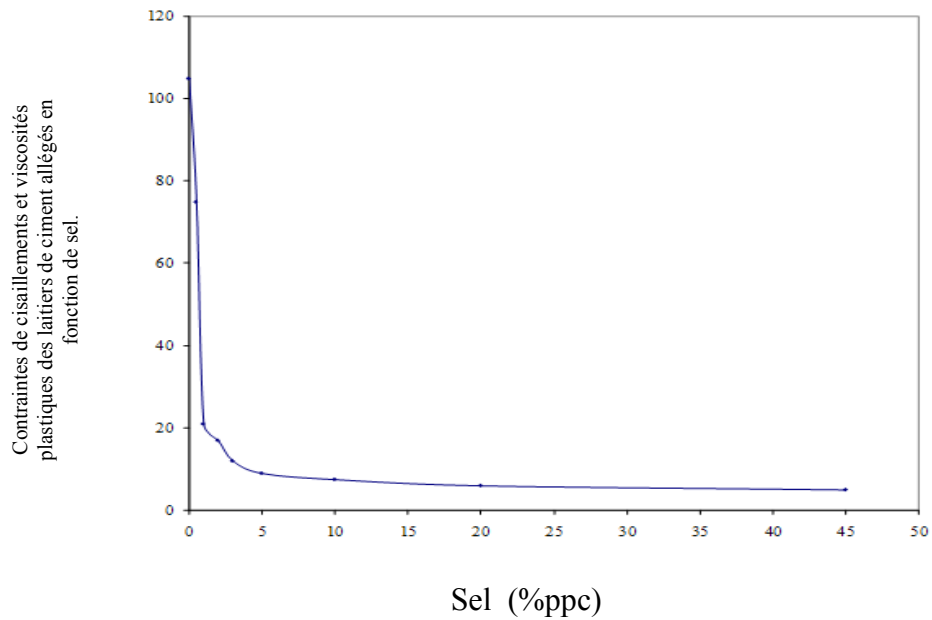


Figure 34: Influence du sel sur la contrainte de cisaillements (Y_v) (ciment classe G avec 20%ppc de bentonite)

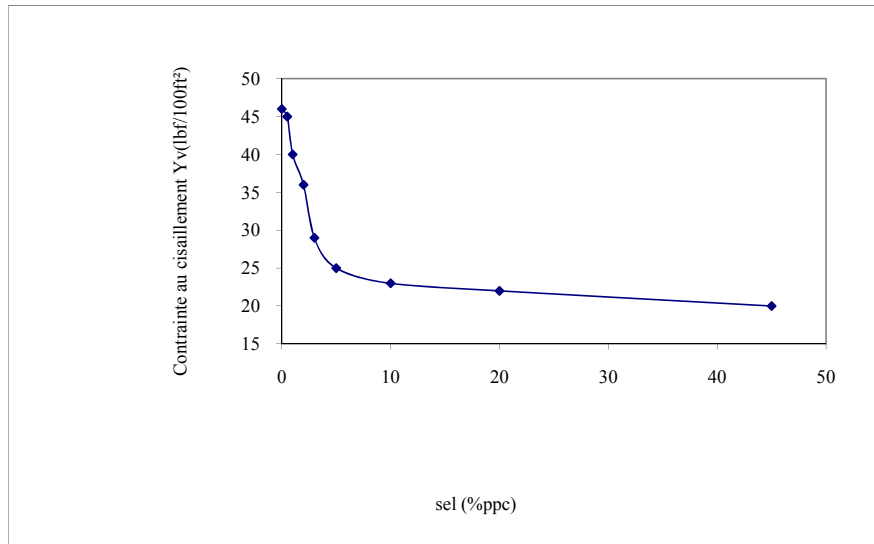


Figure 35: Influence du sel sur la contrainte de cisaillement du laitier avec 10%ppc de diatomite

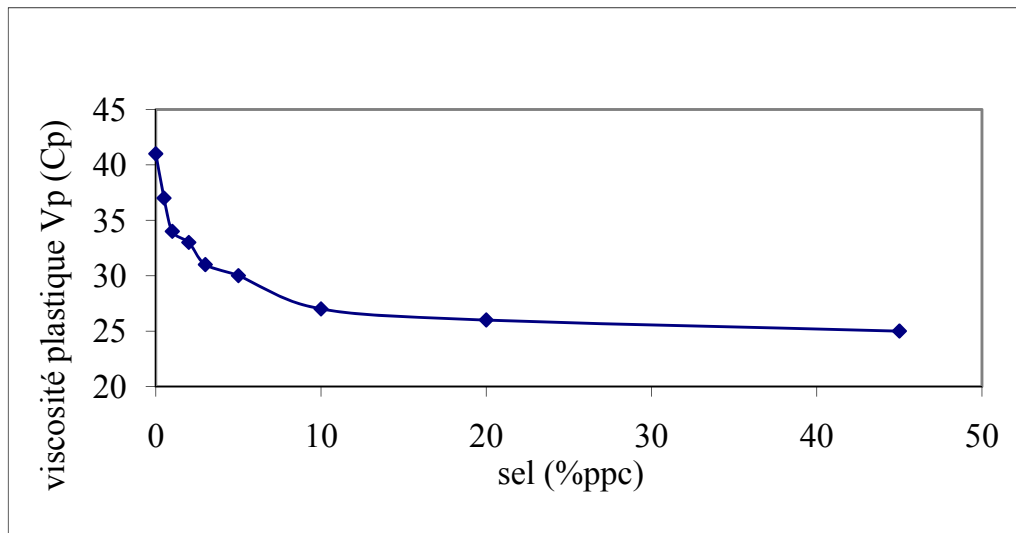


Figure 36: Influence du sel sur la viscosité plastique du laitier avec 10%ppc de diatomite

7- 2 Modélisation rhéologique du laitier de ciment

7-2- 1 Introduction

La cimentation est un facteur primordial pour la bonne conduite d'un forage en matière d'avancement et de cout et reste tributaire des caractéristiques des laitiers de ciment qui doivent répondre aux conditions inhérentes à chaque puits.

Dans ce contexte l'étude du comportement rhéologique des laitiers de ciment par la modélisation nécessaire pour déterminer le modèle qui conviendrait le mieux à la cimentation.

Dans notre étude, les paramètres de modélisation ont été déterminés sur les différentes formulations de ciment classe G, de ciment avec bentonite, diatomée et sel.

7-2- 2 Calcul du coefficient de dispersion

La précision faite entre les valeurs expérimentales et les valeurs théoriques est donné par le coefficient de dispersion.

$$D = 1/N \sum_1^N \sqrt{\frac{\tau_{exp} - \tau_{theo}}{\tau_{exp}}} * 100 \quad (15)$$

Avec

τ_{exp} : contrainte obtenue expérimentalement

$\tau_{théo}$: contrainte obtenue par la modélisation

7-2- 3 Détermination des paramètres rhéologiques par les trois modèles suivant :

- Modèle de Bingham
- Modèle de HershelBulkley :
- Modèle d'Ostwald

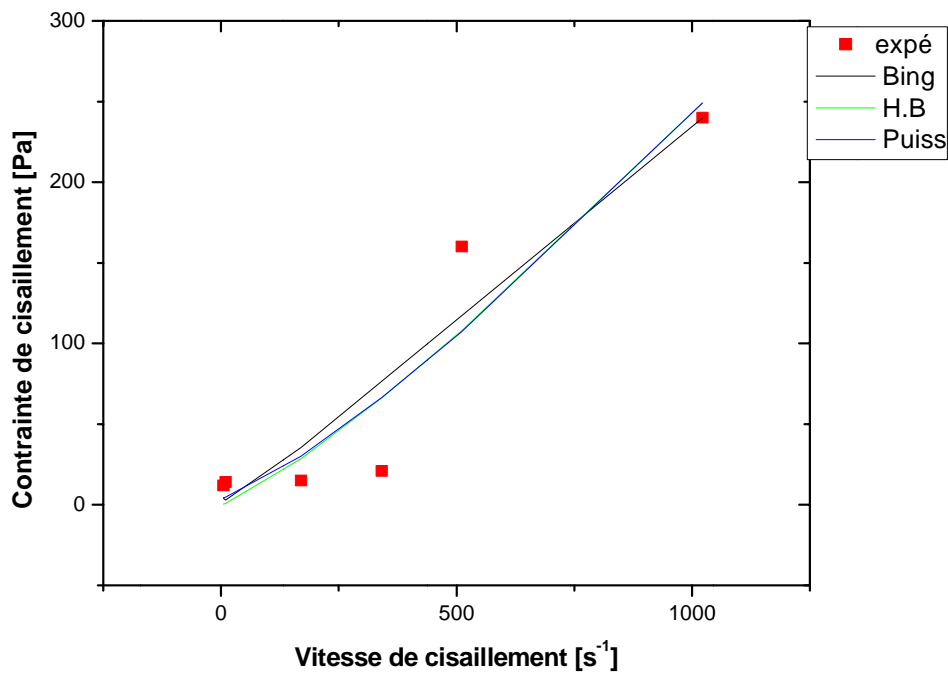
Nous présentons dans ce qui suit les coefficients de dispersion pour les différents modèles rhéologiques considérés pour les différentes formulations de ciment. La détermination des paramètres rhéologiques des différents modèles rhéologiques considérés dans cette étude est effectuée en utilisant le logiciel commercial Sigmaplot 10.0

7-2- 4 Modélisation du comportement rhéologique des différentes formulations de ciment

7-2-4- 1 Formulation ciment classe G seul

Paramètre	HershelBulkley	Oswald	Bingham
K	0.098	0.213	0.388
N	0.670	0.563	0.492
D(%)	2.142	2.845	1.859

Tableau 9: paramètres rhéologiques des modèles considérés

Figure 37: Rhéogramme ($\tau - \dot{\gamma}$) représentant les 03 modèles considérés avec les valeurs expérimentales

7-2-4- 2 Formulation ciment classe G en présence de sel

1er cas 3% de sel			
Paramètre	HershelBulkley	Oswald	Bingham
K	0,3977	0,4259	0,3675
N	0,5989	0,5867	0,6081
D(%)	2,124	2,170	2,060
2ème cas 20% de sel			
Paramètre	HershelBulkley	Oswald	Bingham
K	0,4877	0,5259	0,4673
N	0,6989	0,6667	0,6281
D(%)	2,323	2,070	2,180

Tableau 10: Paramètres rhéologiques des modèles considérés

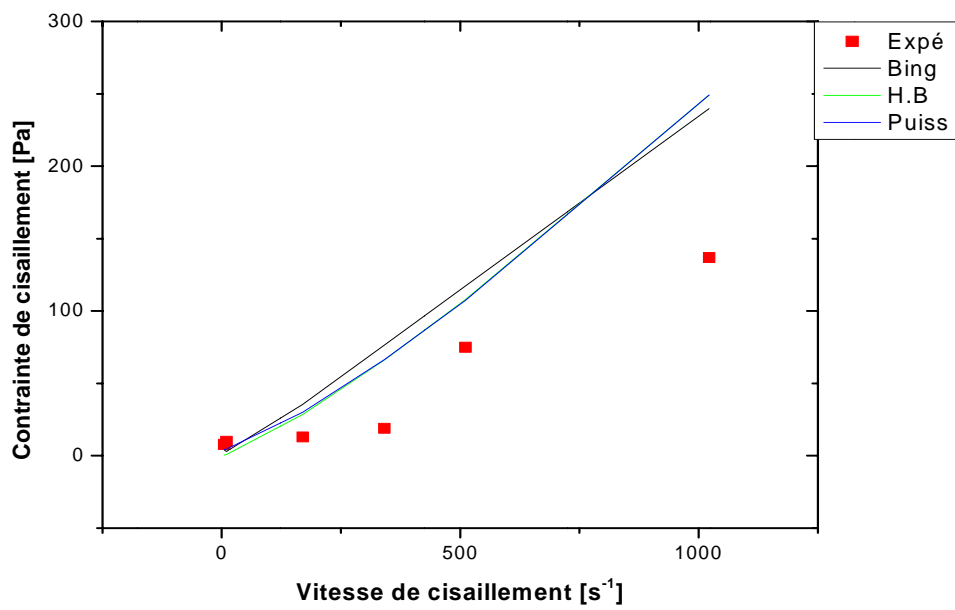


Figure 38: Rhéogramme ($\tau - \dot{\gamma}$) représentant les 03 modèles considérés avec les valeurs expérimentales cas 3% de sel

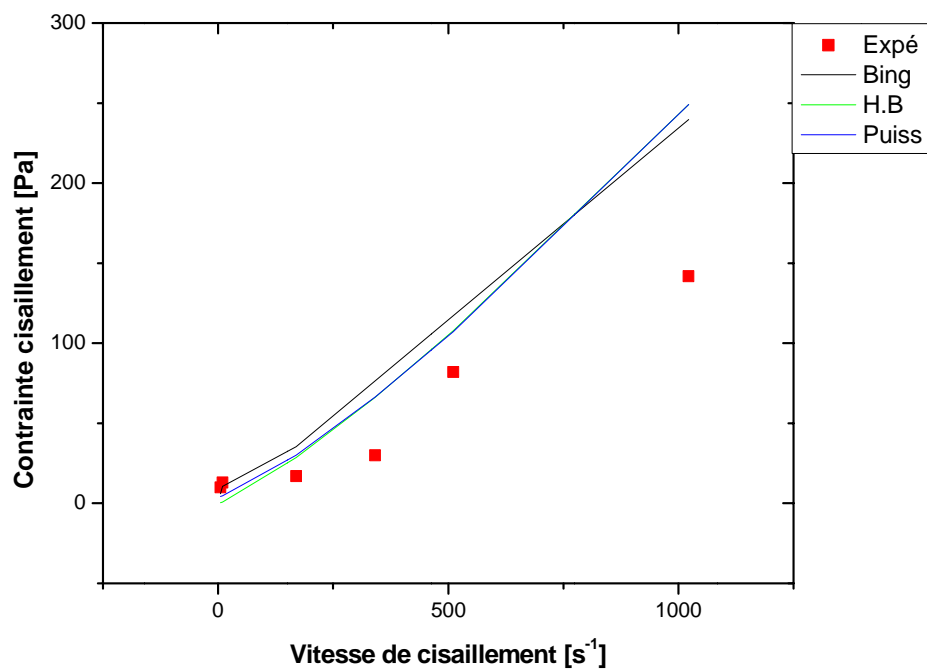


Figure 39: Rhéogramme ($\tau - \dot{\gamma}$) représentant les 03 modèles considérés avec les valeurs expérimentales cas 20% de sel

Discussion

Que ce soit pour la formulation de ciment classe G, ou celles additionnées de sel à 3 et 20%, le modèle rhéologique se rapproche le plus de celui de Bingham dans ces cas de concentration étant donné les facteurs de dispersion obtenu.

7-2-4- 3 Formulation ciment classe G en présence de bentonite

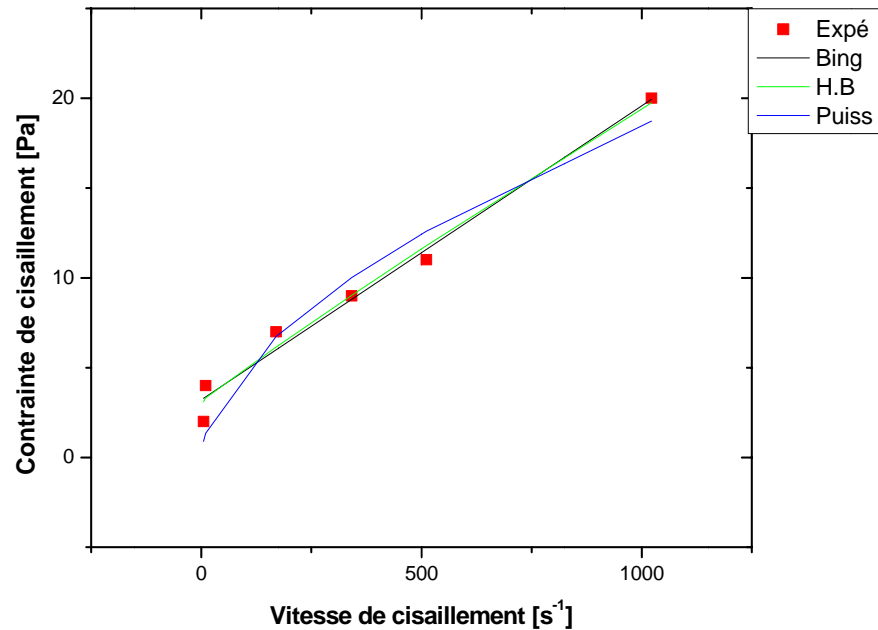
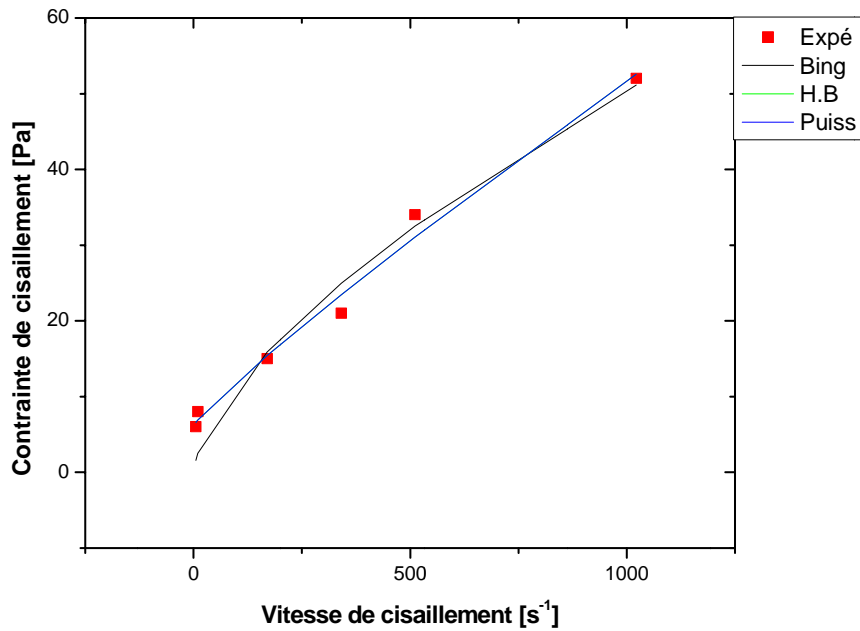


Figure 40: Rhéogramme ($\tau - \dot{\gamma}$) représentant les 03 modèles considérés avec les valeurs expérimentales à 2 % de sel

1^{er} cas bentonite à 2%			
Paramètre	HershelBulkley	Oswald	Bingham
K	0,3972	0,3235	0,5435
N	0,5200	0,5158	0,3839
D(%)	0,958	0,710	1,074
2^{ème} cas bentonite à 20%			
Paramètre	HershelBulkley	Oswald	Bingham
K	0,0043	0,0042	0,0003
N	0,8470	0,8456	0,6782
D(%)	0,9384	0,98895	0,4565

Tableau 11: Paramètres rhéologiques des modèles considérés

Figure 41: Rhéogramme ($\tau - \dot{\gamma}$) représentant les 03 modèles considérés avec les valeurs expérimentales à 20% de sel

Discussion

Les courbes obtenues visualisent pour 2% de bentonite un modèle se rapprochant le plus de celui de Hershel Bulkley, qui se transforme avec l'augmentation de bentonite en un modèle en puissance étant donné les coefficients de dispersion obtenus.

7-2-4- 4 Formulation de ciment classe G en présence de la diatomite

1 er cas 2% de diatomée			
Paramètre	Hershel Bulkley	Oswald	Bingham
K	6,6985	7,3670	7,2810
N	0,1147	0,0730	0,0791
D(%)	1.090	0,9682	1,002
2 ^{ème} cas diatomée à 10%			
Paramètre	HershelBulkley	Oswald	Bingham
K	6,6569	6,9499	6,9918
N	0,1448	0,1502	0,1607
D(%)	0,997	0,992	0,998

Tableau 12: Paramètres rhéologiques des modèles considérés

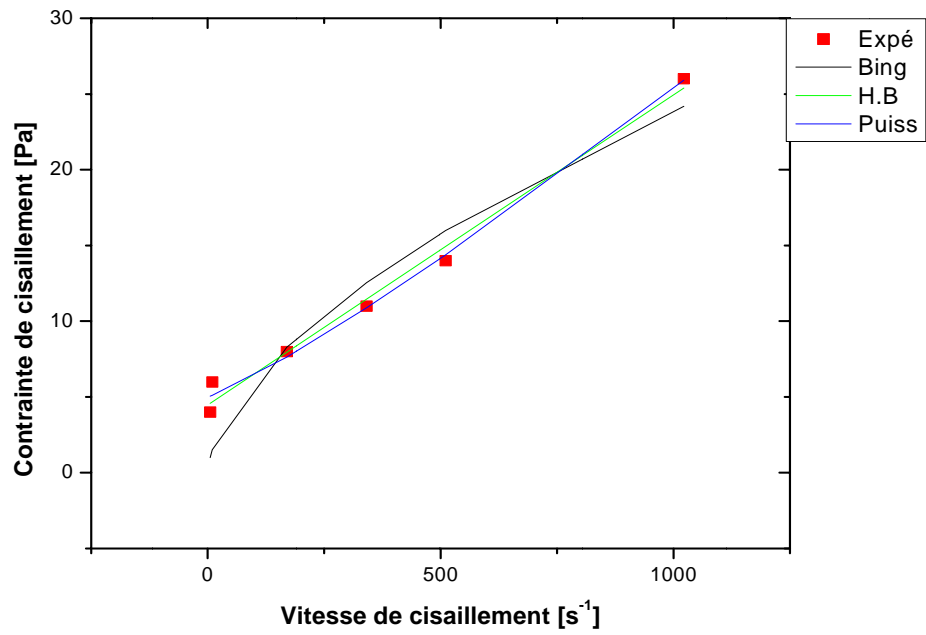


Figure 42: Rhéogramme ($\tau - \dot{\gamma}$) représentant les 03 modèles considérés avec les valeurs expérimentales à 2% de sel



Figure 43: Rhéogramme ($\tau - \dot{\gamma}$) représentant les 03 modèles considérés avec les valeurs expérimentales à 10% de sel

Chapitre VIII : Aperçu sur les plans d'expérience [38] [39]

8-1 Notions de bases

La méthode d'expérimentation choisie doit faciliter l'interprétation des résultats. Elle doit également minimiser le nombre des essais sans toutefois sacrifier la qualité. La théorie des plans d'expériences assure les conditions pour lesquelles on obtient **la meilleure précision possible avec le minimum d'essais**. On a donc le maximum d'efficacité avec le minimum d'expériences et par conséquent le coût minimum.

8-1-1. Analyse des résultats

L'analyse des résultats d'expériences est facilitée par le choix initial des expériences. Les résultats seront faciles à interpréter et riches d'enseignement si l'on a bien préparé les expériences. Grâce aux ordinateurs et aux logiciels la construction des plans d'expériences et les calculs nécessaires à leur interprétation sont devenus très simples. Ces outils favorisent également les représentations graphiques qui illustrent de manière spectaculaire les résultats et améliorent la compréhension des phénomènes.

8-1-2. Acquisition progressive de la connaissance

L'expérimentateur qui entreprend une étude ne connaît pas les résultats, il est donc sage d'avancer progressivement pour pouvoir réorienter les essais en fonction des premiers résultats. Une première ébauche permettra de mieux orienter les essais vers les seuls aspects intéressants de l'étude et d'abandonner les voies sans issues. Une première série d'expériences conduit à des conclusions provisoires ; en fonction de ces conclusions provisoires, on lance une nouvelle série d'essais. L'ensemble des deux séries d'expériences est utilisé pour obtenir un contour précis des résultats d'étude. L'expérimentateur accumule ainsi les seuls résultats dont il a besoin et s'arrête dès qu'il a obtenu ce qu'il cherche.

L'étude d'un phénomène revient souvent à s'intéresser à une grandeur particulière qui dépend d'un grand nombre de variables. On peut écrire sous forme mathématique que la grandeur d'intérêt y appelée également réponse, est une fonction de plusieurs variables x_i appelées facteurs.

On a :

$$y = f(x_1, x_2, x_3, \dots, x_k) \quad (16)$$

L'étude du phénomène se ramène à déterminer la fonction $f(x)$ qui lie la réponse y aux différents facteurs x_1, x_2, \dots, x_k .

On cherche à réaliser le minimum d'expériences tout en réduisant l'influence de l'erreur expérimentale sur les modèles mathématiques.

8-2 Plan factoriel complet

Parmi les différents plans d'expériences, le plan factoriel complet est courant car il est le plus simple à mettre en œuvre. Ce sont des plans dits sans risque, car ils permettent de déterminer tous les effets et toutes les interactions sans ambiguïtés.

Un plan factoriel complet est un plan pour lequel toutes les combinaisons possibles aux limites du domaine d'étude sont réalisées : c'est le nombre maximal d'essais pour un plan d'expériences factoriel. Le nombre d'essais N se calcule d'après la formule suivante :

$$N = 2^k \quad (17)$$

Où k est le nombre de facteurs.

Le nombre d'essais est exactement égal au nombre de coefficients du modèle à déterminer.

8-3 Modèle mathématique

Les plans d'expériences dits factoriels utilisent tous le modèle mathématique suivant qui relie la réponse y aux facteurs $x_1, x_2, \dots, x_i, \dots, x_n$. Il s'agit d'un modèle polynomial.

$$Y = a_0 + a_1 X_1 + a_2 X_2 + \dots + a_n X_n + \sum_{i,j=1}^n a_{ij} X_i X_j + \sum_{i,j,k=1}^n a_{ijk} X_i X_j X_k + \dots \quad (18)$$

Où a_0, a_1, \dots, a_n sont les coefficients du polynôme.

Les termes produits de type par exemple $(a_{ij} x_i x_j)$ correspondent aux interactions [38]

8-4 Analyse statistique

Coefficients de corrélation

Cette statistique est le rapport de la somme des carrés des réponses calculées corrigées de la moyenne à la somme des carrés des réponses mesurées corrigées de la moyenne.

Analyse ANOVA

Cette grandeur est fondamentale de la science statistique, où l'ensemble du modèle s'ajuste mieux qu'une simple moyenne. L'analyse de la variance (ANOVA ou ANalysis Of VAriance) permet de comparer les variances des valeurs calculées par le modèle et les résidus.

- Fisher est le rapport du carré moyen du modèle à celui des résidus. Ce rapport permet de calculer la probabilité que ces deux carrés ne soient pas égaux. En d'autres termes, si le F de Fisher est élevé (faible probabilité que le modèle soit celui de la moyenne), les variations des réponses mesurées sont dues aux variations des facteurs. Si le F de Fisher est proche de 1 (forte probabilité que le modèle soit celui de la moyenne), les variations des réponses mesurées sont comparables à celles des résidus.
- Student: Le p -value est la probabilité qu'un coefficient soit négligeable. On calcule cette p -value à partir du rapport du coefficient à son écart-type (t de Student).
- Résidu r_i se définit comme l'écart entre la valeur expérimentale y_i obtenue pour une valeur x_i et la valeur calculée à partir du modèle \hat{y}_i .

8-5 Mise en œuvre du plan factoriel

Le plan factoriel choisi a pris en compte comme constituants du laitier de ciment la bentonite, la diatomée et le sel avec au préalable la quantité de ciment considérée fixe.

Chaque facteur est délimité par un niveau haut et un niveau bas, qui délimitent, avec les contraintes entre facteurs ce qu'on appelle le domaine d'étude de la réponse.

Les facteurs et leurs niveaux sont rassemblés dans le tableau 13.

Tableau 13: Facteurs retenus et domaine d'étude

Niveau Facteur	Niveau bas (-1)	Niveau haut (+1)
Bentonite (X_1)	NON	OUI
Sel (X_2)	NON	OUI

Niveau Facteur	Niveau bas (-1)	Niveau haut (+1)
Diatomite(X_1)	NON	OUI
Sel (X_2)	NON	OUI

Deux (2) facteurs sont étudiés avec un plan factoriel complet 2^2 . Donc, le plan comporte Quatre (4) essais.

8-6 Plan factoriel

8-6-1 Matrice d'expériences

La matrice d'expériences suivante est fournie avec les résultats expérimentaux obtenus (Tableaux 14 et 15).

Tableau 14: Matrice du plan d'expérience (Sel- Bentonite)

Configuration	SEL	BEN	EAU LIBRE	RC	TP	EX	Yv (lb. /100ft2)
--	-1	-1	4	70	70	0,4	105
++	1	1	2	740	70	0,31	75
+-	1	-1	4,5	200	390	0,2	12
-+	-1	1	0	450,2	90	0,11	7,5

Tableau 15: Matrice du plan d'expérience (Sel- Diatomite)

Configuration	SEL	DIATOMITE	RC	EL	TP	EX	Vp (cP)	Yv(Lbf/100ft2)
--	-1	-1	70	4	70	0,4	41	46
-+	-1	1	471,42	8,5	105	0,14	71	45
+-	1	-1	200	4,5	390	0,19	31	29
++	1	1	940	6	65	0,185	27	23

8-6-2 Modèles mathématiques

Le modèle postulé du plan factoriel complet 2^2 , avec les interactions d'ordre 2, contient 7 coefficients. Dans ce modèle, les lettres ont la signification suivante : les réponses dans chaque équation RC, EL, TP et EX les x sont les niveaux des facteurs, les a sont les effets des facteurs et les a_{ij} sont les interactions entre deux facteurs ou interactions d'ordre 2.

Modèle mathématique cas Bentonite-Sel :

$$Y_{EL}=2,625+0,375X_1+1,625X_2-0,625X_1X_2 \quad (19)$$

$$Y_{RC}=365,05+39,95X_1-230,05X_2-104,95X_1X_2 \quad (20)$$

$$Y_{TP}=155-85X_1+75X_2-75 X_1X_2 \quad (21)$$

$$Y_{EX}=0,255+0,1X_1+0,045X_2 \quad (22)$$

$$Y_{Yv}=49,875-8,625X_1-6,375X_2+40,125X_1X_2 \quad (23)$$

$$Y_{Vp}=27,5-9,5X_1-8X_2+20X_1X_2 \quad (24)$$

Modèle mathématique cas Diatomite-Sel :

$$Y_{EL}=5,76+1,5X_1-0,5 X_2-0,75X_1X_2 \quad (25)$$

$$Y_{RC}=420,355+285,355X_1+149,645X_2+84,95X_1X_2 \quad (26)$$

$$Y_{TP}=157,5-72,5X_1+70X_2-90 X_1X_2 \quad (27)$$

$$Y_{EX}=0,2325+0,0675X_1-0,0375X_2+0,0625X_1X_2 \quad (28)$$

$$Y_{Yv}=35,75-1,75X_1-9,875X_2-1,25X_1X_2 \quad (29)$$

$$Y_{Vp}=42,5+6,5-13,5X_2-8,5X_1X_2 \quad (30)$$

8-6-3 Analyse Statistique

Les tests statistiques permettent d'évaluer la qualité du modèle (descriptive et prédictive), sa validation (analyse de la variance), et la significativité des coefficients (tests de student).

Tableau 16: Linéaire(Facteurs(:SEL), Y(:EL), Y(:RC), Y(:TP), Y(:EX), Y(:Yy), Y(:Vp)) - Bentonite

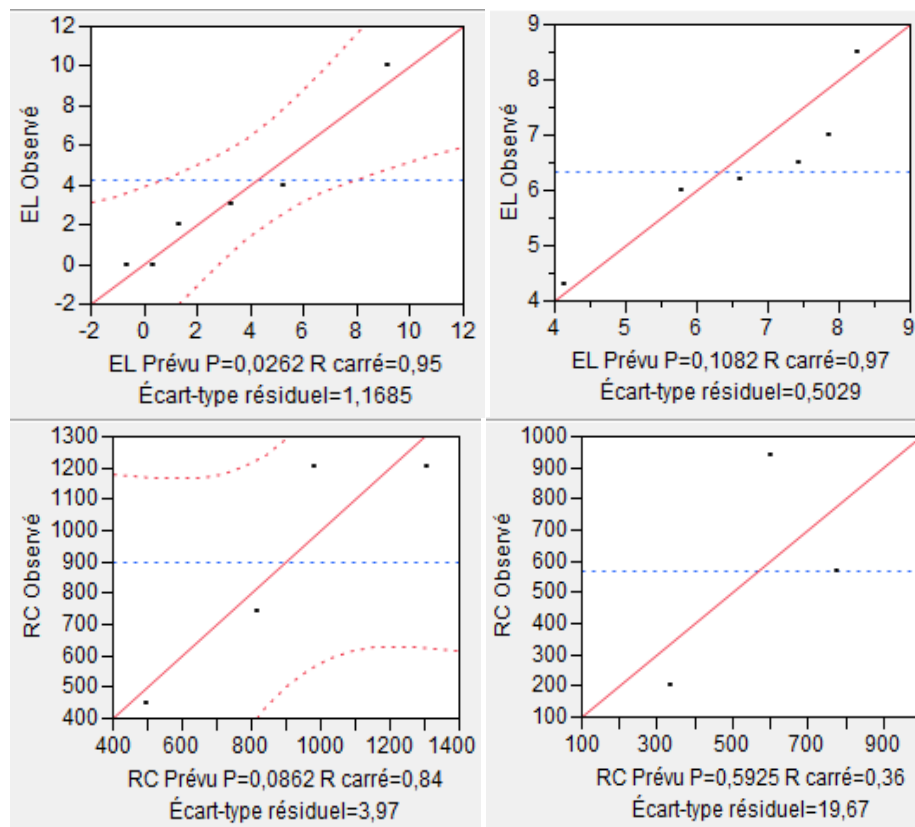
	BENTONITE	SEL	EL	RC	TP	EX	Yv(Lbf/100ft2)	Vp (cP)
1	200	0	0	450,2	90	0,11	105	65
2	200	5	0	.	80	0,21	75	30
3	200	10	2	.	75	0,3	21	18
4	200	20	3	740	57	0,32	17	20
5	200	30	4	1202	70	0,31	12	9
6	200	50	10	1202	205	0,25	9	12
7	200	100	23	.	371	.	7,5	6
8	200	200	27	.	450	.	6	9
9	200	450	40	.	500	.	5	8

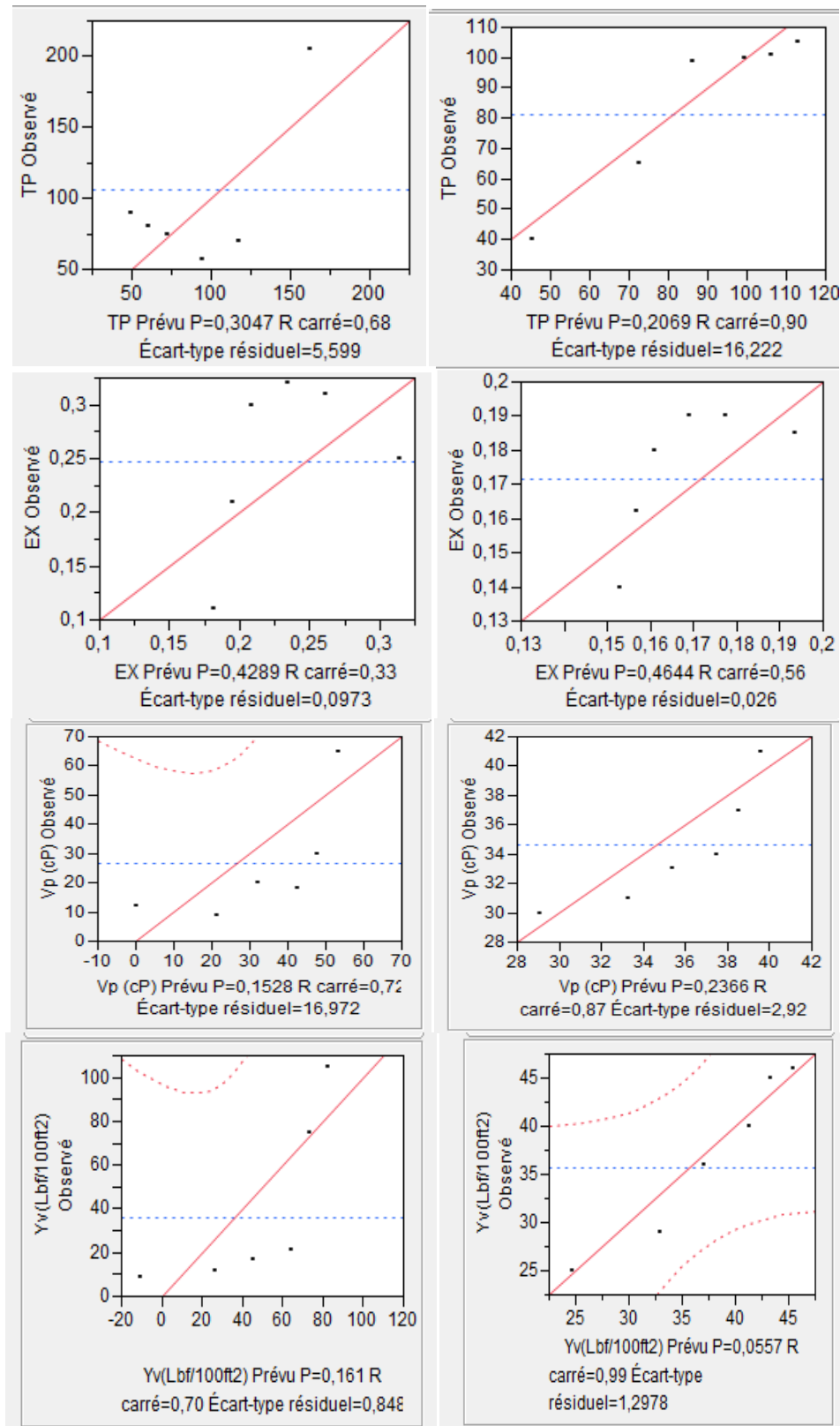
Tableau 17: Linéaire(Facteurs(:SEL), Y(:EL), Y(:RC), Y(:TP), Y(:EX) Y(:Yy), Y(:Vp)) – Dolomite

	DIATOMITE	SEL	EL	RC	TP	EX	Yv(Lbf/100ft2)	Vp (cP)
1	100	0	8,5	571	105	0,14	46	41
2	100	5	7	•	101	0,162	45	37
3	100	10	6,5	•	100	0,18	40	34
4	100	20	6,2	940	99	0,19	36	33
5	100	30	6	•	65	0,19	29	31
6	100	50	4,3	200	40	0,185	25	30
7	100	100	3,5	•	112	0,18	23	27
8	100	200	3	•	210	0,175	22	26
9	100	450	3,2	•	•	0,168	20	25

a) Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues

Les valeurs des réponses observées en fonction des réponses prévues par les modèles EL, TP, RC, Yy, Vp et EX sont données dans les figure 44 (a, b).





(a)

(b)

Figure 44: Valeurs observées en fonction des valeurs prévues a-(Sel- Bentonite)& b-(Sel- Diatomite)

Les figures 36 (a, b) montrent que les points expérimentaux sont proches des points calculés pour la majorité des modèles. Aussi, les valeurs élevées de R^2 pour confirment que les modèles d'ajustement choisis décrivent correctement les performances du ciment allégé à la bentonite ou Diatomite en fonction de la concentration du sel.

b) Analyse de la variance et diagramme Pareto

L'analyse de la variance correspond Figures 37 respectivement pour les paramètres EL, TP, RC, Yy, Vp et EX.

Chaque tableau comporte cinq (5) colonnes :

La première colonne est la source de variation où on y trouve le modèle, les résidus et les réponses mesurées.

La deuxième colonne indique les degrés de liberté (ddl) de chaque somme de carrés. La somme des ddl du modèle et des résidus est égale aux ddl des réponses mesurées.

La troisième colonne donne les sommes des carrés des écarts à la moyenne, on remarque également que la somme des carrés des réponses mesurées est égale à la somme des deux autres sommes de carrés.

La quatrième colonne représente les carrés moyens qui sont les sommes des carrés divisées par les ddl, la racine du carré moyen des résidus sert à calculer l'écart type permettant de tester les coefficients.

La cinquième colonne indique le F de Fisher qui est le rapport du carré moyen du modèle à celui des résidus, ce rapport permet de calculer la probabilité.

Le diagramme de Pareto permet de réaliser une approche globale sur l'effet de chaque facteur et interaction en les classant par ordre décroissant selon leur importance. Les figures 38 représentent le diagramme de Pareto des réponses : EL, TP, RC, Yy, Vp et EX

Ce diagramme permet d'évaluer la significativité des coefficients on parle de test de student.

Figure 45 : Analyse ANOVA (Sel-Bentonite)

Figure 46: Diagramme Pareto (Sel-Bentonite)

Terme	Estimation	t
Constante	2,625	
SEL	1,625	
BEN	0,375	
SEL*BEN	-0,625	

Terme	Estimation	Erreur-type relative	Pseudo-rapport t	Pseudo-p-value
SEL	1,625	0,5	1,73	0,3331
SEL*BEN	-0,625	0,5	-0,67	0,6257
BEN	0,375	0,5	0,40	0,7578

EL

Terme	Estimation
Constante	365,05
SEL	-230,05
BEN	39,95
SEL*BEN	-104,95

Terme	Estimation	Erreur-type relative	Pseudo-rapport t	Pseudo-p-value
SEL	-230,05	0,5	-1,46	0,3820
SEL*BEN	-104,95	0,5	-0,67	0,6257
BEN	39,95	0,5	0,25	0,8418

RC

Terme	Estimation
Constante	155
SEL	75
BEN	-85
SEL*BEN	-75

Terme	Estimation	Erreur-type relative	Pseudo-rapport t	Pseudo-p-value
BEN	-85	0,5	-0,76	0,5881
SEL	75	0,5	0,67	0,6257
SEL*BEN	-75	0,5	-0,67	0,6257

TP

Terme	Estimation
Constante	0,255
SEL	0,045
BEN	0,1
SEL*BEN	0

Terme	Estimation	Erreur-type relative	Pseudo-rapport t	Pseudo-p-value
BEN	0,1	0,5	1,48	0,3780
SEL	0,045	0,5	0,67	0,6257
SEL*BEN	0	0,5	0,00	1,0000

EX

Terme	Estimation
Constante	49,875
SEL	-6,375
BEN	-8,625
SEL*BEN	40,125

Terme	Estimation	Erreur-type relative	Pseudo-rapport t	Pseudo-p-value
SEL*BEN	40,125	0,5	3,57	0,1740
BEN	-8,625	0,5	-0,77	0,5836
SEL	-6,375	0,5	-0,57	0,6718

Yv (Ib. /100ft2)

Terme	Estimation
Constante	27,5
SEL	-8
BEN	-9,5
SEL*BEN	20

Terme	Estimation	Erreur-type relative	Pseudo-rapport t	Pseudo-p-value
SEL*BEN	20	0,5	1,40	0,3941
BEN	-9,5	0,5	-0,67	0,6257
SEL	-8	0,5	-0,56	0,6743

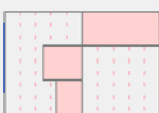
Vp(cP)

Figure 47: Analyse ANOVA (Sel-Dolomite)

Terme	Estimation
Constante	5,75
SEL	-0,5
DIATOMITE	1,5
SEL*DIATOMITE	-0,75

Figure 48: Diagramme Pareto (Sel-Dolomite)

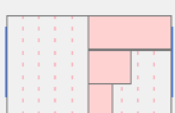
Terme	Estimation	Erreur-type relative	Pseudo-rapport t	Pseudo-p-value
DIATOMITE	1,5	0,5	1,33	0,4097
SEL*DIATOMITE	-0,75	0,5	-0,67	0,6257
SEL	-0,5	0,5	-0,44	0,7338



EL

Terme	Estimation
Constante	420,355
SEL	149,645
DIATOMITE	285,355
SEL*DIATOMITE	84,645

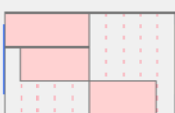
Terme	Estimation	Erreur-type relative	Pseudo-rapport t	Pseudo-p-value
DIATOMITE	285,355	0,5	1,27	0,4243
SEL	149,645	0,5	0,67	0,6257
SEL*DIATOMITE	84,645	0,5	0,38	0,7704



RC

Terme	Estimation
Constante	157,5
SEL	70
DIATOMITE	-72,5
SEL*DIATOMITE	-90

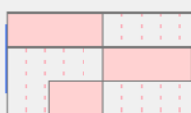
Terme	Estimation	Erreur-type relative	Pseudo-rapport t	Pseudo-p-value
SEL*DIATOMITE	-90	0,5	-0,83	0,5599
DIATOMITE	-72,5	0,5	-0,67	0,6257
SEL	70	0,5	0,64	0,6359



TP

Terme	Estimation
Constante	0,2325
SEL	-0,0375
DIATOMITE	-0,0675
SEL*DIATOMITE	0,0625

Terme	Estimation	Erreur-type relative	Pseudo-rapport t	Pseudo-p-value
DIATOMITE	-0,0675	0,5	-0,72	0,6027
SEL*DIATOMITE	0,0625	0,5	0,67	0,6257
SEL	-0,0375	0,5	-0,40	0,7578



EX

Terme	Estimation	Erreur-type	Pseudo-rapport t	Pseudo-p-value
Constante	42,5			
SEL	-13,5	0,5	-1,06	0,4818
DIATOMITE	6,5	0,5	0,51	0,6999
SEL*DIATOMITE	-8,5	0,5	-0,67	0,6257

Vp(cP)

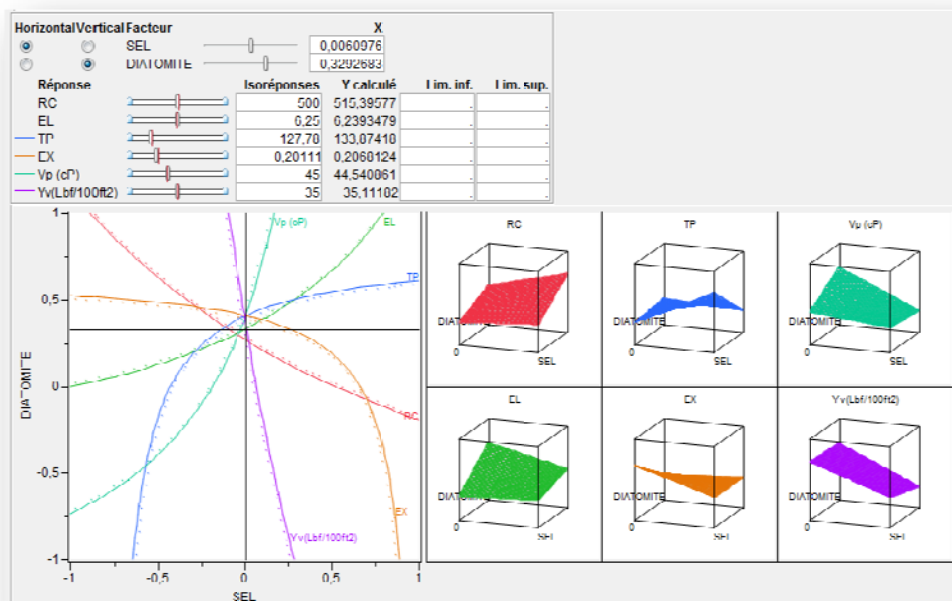
Terme	Estimation	Erreur-type	Pseudo-rapport t	Pseudo-p-value
Constante	35,75			
SEL	-9,75	0,5	-4,33	0,1444
DIATOMITE	-1,75	0,5	-0,78	0,5792
SEL*DIATOMITE	-1,25	0,5	-0,66	0,6772

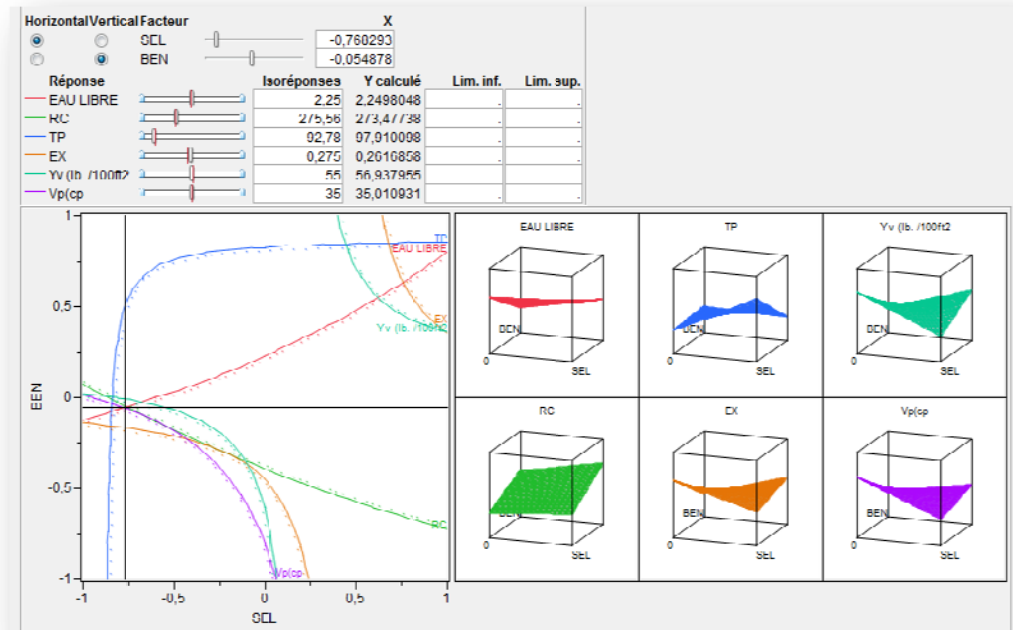
Yv (Ib. /100ft2)

D'après le diagramme Pareto, on note que pour le mélange Bentonite –Sel la présence de sel influe sur EL et RC par contre les valeurs de TP, Yy et Vp dépendent du mélange

Pour le second mélange Diatomite-Sel, on note que El et Rc sont plus sensible à la présence de la Dolomite qu'au sel par conte les valeurs de TP, Yy et Vp sont en fonction du sel

Figures49: Profileur d'iso-réponse

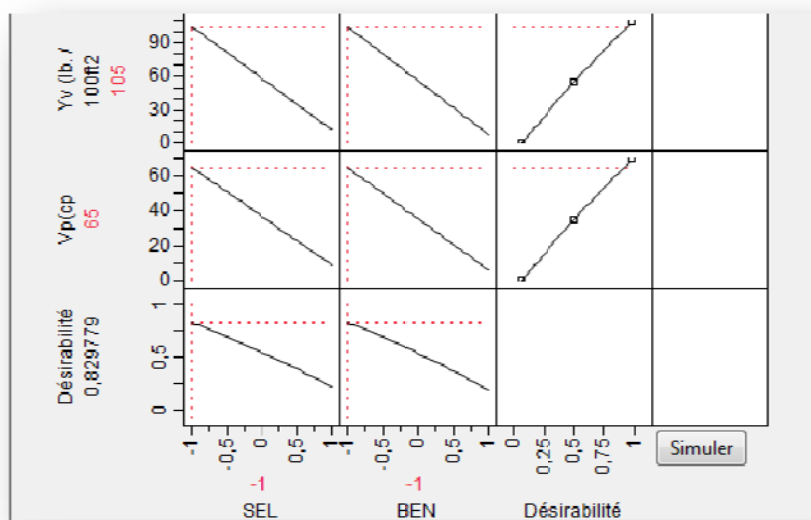
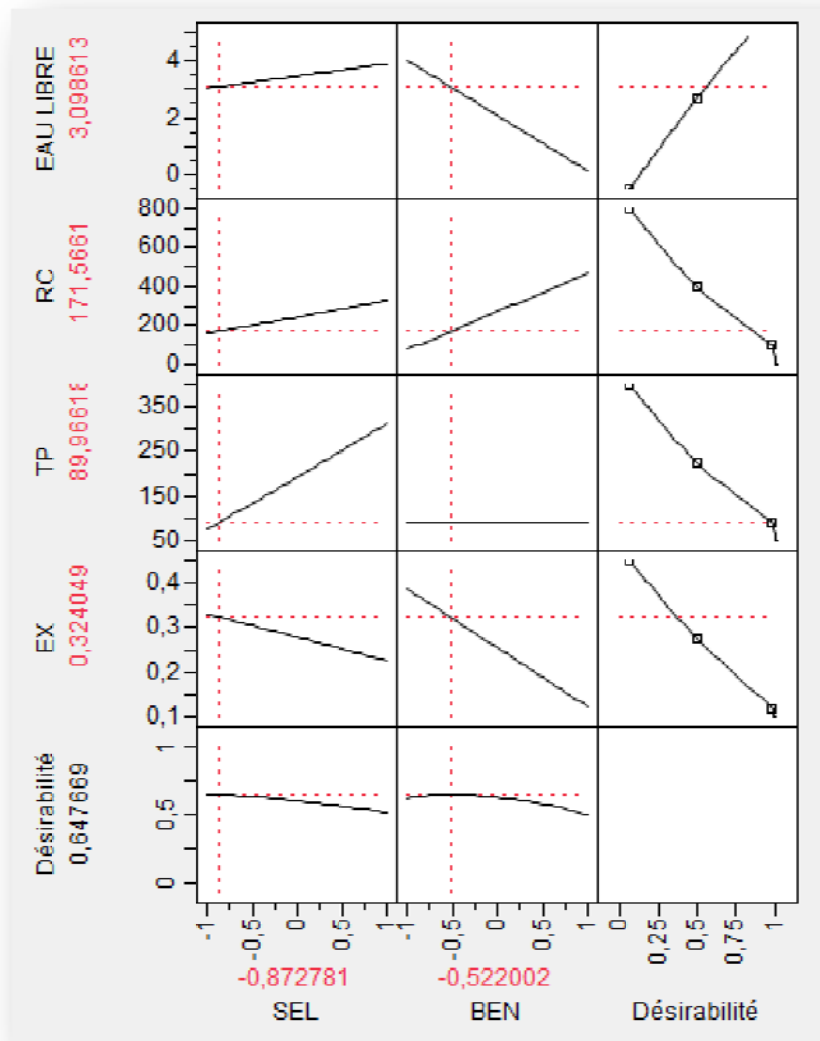


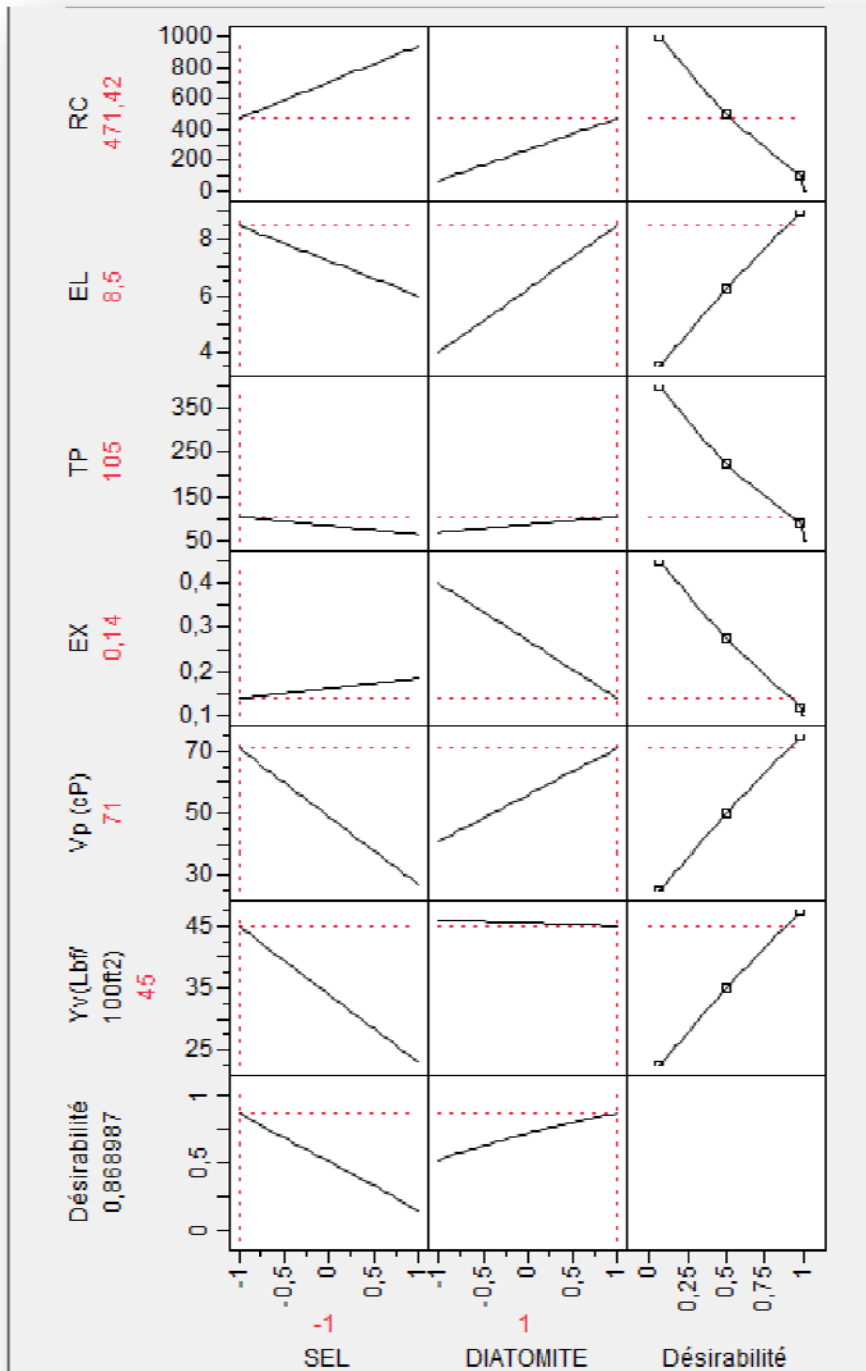


8-6-4 Optimisation par profileur de prévision

Le profileur de prévision indique les effets principaux des facteurs, c'est-à-dire les coefficients des termes du premier degré du modèle.

Il permet d'étudier les effets de chaque facteur considéré sur la EL, RC, TP, Yv, Vp et EX en utilisant la fonction de la désirabilité. Cette fonction varie de 0 à 1. La valeur 1 correspond à une satisfaction maximale et la valeur 0 à un refus complet. Elle permet de trouver rapidement les bonnes conditions opératoires pour une réponse ciblée. Les figures 50 et 51 donnent le profileur de prévision.





Figures 50 & 51: Optimisation des résultats

Il ressort des figures 44 et 43 et après la maximisation de la désirabilité que le ciment allégé par la bentonite ou la dolomite en présence de sel à 3% donne les meilleures performances dont les résultats sont illustrés dans le tableau ci-dessous

Tableau 18: Résultats de l'optimisation

Sel + Bentonite		
réponse	Valeur optimisée	Norme exigée
Expansion	0,32	0,12 minimums
Eau Libre	3,09	5,9 maximums
Résistance mécanique à la compression	171,56	100 minimums
Temps de pompabilité	89,96	90 minimums
Sel+Dolomite		
réponse	Valeur optimisée	Norme exigée
Expansion	0,14	0,12 minimums
Eau Libre	8,5	5,9 maximums
Résistance mécanique à la compression	471,42	100 minimums
Temps de pompabilité	105	90 minimums

CONCLUSION

Ce travail s'est axé sur trois volets à savoir :

L'élaboration de ciments allégés à base de matériaux locaux en l'occurrence la bentonite d'une part et la diatomée d'autre part. Les résultats ont montré la bonne performance de la diatomée par rapport à la bentonite dans les formulations de laitiers de ciment préparés surtout après contamination par les sels (confirmé par l'augmentation de volume d'eau libre dans le ciment allégé à base de bentonite en fonction de la concentration du sel). En effet, nonobstant l'amélioration des paramètres rhéologiques, accélération de prise et augmentation des résistances aux faibles concentrations, les quantités importantes d'eau libre dans les ciments allégés à base de bentonite qui dépassent la valeur exigée par la norme ainsi le retard important causé par les concentrations élevées de NaCl sont les problèmes majeures qui opposent l'utilisation de bentonite dans les ciments allégés en présence de sel.

Grâce à son pouvoir absorbant d'eau et sa richesse en silice, la diatomite a montré des résultats satisfaisants, contrairement à ceux trouvés avec la bentonite. L'influence de sel, dans ce cas, a été l'inverse, c'est-à-dire l'augmentation de concentration en sel a conduit à la diminution de l'eau libre et l'amélioration des propriétés rhéologiques de laitiers de ciment allégé, l'accélération du temps de prise aux faibles concentrations en sel (temps de pompabilité 2 heures jusqu'à une concentration de 10% p.p.c. de diatomite) et des résistances mécaniques acceptables. Nous recommandons néanmoins, une étude de durabilité des ciments allégés avec la diatomite et la bentonite, étant donné le milieu agressif du milieu d'utilisation (zones salifères).

Par ailleurs, une modélisation du comportement rhéologique a montré que selon la formulation du ciment (bentonite, diatomée, sel), le laitier peut suivre différents modèles pour le ciment en présence de diatomée c'est le modèle en puissance qui prime.

En dernier lieu, un plan d'expériences factoriel a été utilisé pour modéliser les comportements et optimiser les résultats. L'analyse statistique a permis d'élaborer des équations pour expliquer le comportement des différents facteurs (sel, bentonite et diatomée) sur les paramètres (cas de la concentration optimale en sel de 3%).

Résumé

Les puits pétroliers présentant des couches salifères peuvent rencontrer de sérieux problèmes pendant et après leur cimentation. C'est pourquoi le sel est additionné préalablement dans le laitier de ciment (saturation du laitier par le sel). Cette étude consiste à évaluer les performances d'un système constitué de ciment, 2 à 20% de bentonite ou de ciment et 10% de diatomée en milieu salifère. Des essais préliminaires montrent que l'addition de sel augmente la résistance du ciment et les paramètres rhéologiques et le temps de prise sont directement liés au caractère thixotrope de la bentonite.

D'autres part, une modélisation du comportement rhéologique des différentes formulations de laitiers a été effectuée, suivi par l'utilisation d'un logiciel de plans d'expériences qui a permis de réduire les essais et d'établir des équations de calculs des paramètres en fonction des facteurs régissant les différentes formulations de ciment.

- [1] Jean-Paul, N. : «Technique d'exploitation pétrolière, Le forage», Éditions TECHNIP, 1993.
- [2] Colin R. Gagg « Cement and concrete as an engineering material: An historic appraisal and case study analysis », *Engineering Failure Analysis*, Volume 40, May 2014, Pages 114-140
- [3] Mehmet Gesoglu, Erhan Güneyisi, Ali H. Nahhab, Halit Yazıcı: “ The effect of aggregates with high gypsum content on the performance of ultra-high strength concretes and Portland cement mortars », *Construction and Building Materials*, Volume 110, 1 May 2016, Pages 346-354
- [4] Hentz, A. et Motard, P. : «Forage rotary, Tubage et cimentation», groupe II leçon 4, Éditions TECHNIP, 1972.
- [5] Barret, P., Bertrandie, and Ménétrier, D. : « Comparative study of C-S-H formation from supersaturated solutions and C3S solution mixtures, »*Proc.*, Seventh Intl. Cong. Chem. Cement, Paris, (1980)2, II/261-II/266.
- [6] Older, I. and Skalny, J. : « Hydration of tricalcium silicate at elevated temperatures, » *J. Appl. Chem. Biotechnol.* (1973)**23**, 661-667.
- [7] Older, I. and Skalny, J. : « Influence of calcium chloride on paste hydration of tricalcium silicate, » *J. Amer Ceramic Soc.* (1971) **54**, 362-364.
- [8] Barnes, P.: *Structure and performance of cements*, Applied Science Publishers Ltd., London (1983).
- [9] Lecoq, X. (1993), « Etude de l'hydratation à concentration contrôlée du silicate tricalcique Ca_3SiO_5 et des caractéristiques de ses produits de réaction », *Thèse*, Université de Bourgogne.
- [10] Nachbaur L. (1997), Etude de l'influence d'électrolytes sur l'hydratation et la prise du silicate tricalcique, composant principal du ciment Portland. Caractérisation des interactions à l'origine de la prise, *Thèse*, université de Bourgogne.
- [11] Nachbaur L., Nkinambanzi P.C., Nonat A. et Mutin J.C. (1998), Electrokinetic properties which control the coagulation of silicate cement suspensions during early age hydration, *Journal of Colloid and Interface Science*, **202**, 261-268.
- [12] Ramachandran, V. S. and Beaudoin, J. J. : « Hdration of C_4AF + gypsium : stady of various factors, » *Proc.*, Seventh Intl. Cong. Chem. Cement, Paris, (1980)2, II/25-II/30.
- [13] Bentur, A., Berger, R.L., Kung J.H., Milestone, N.B., and Young, J.F. : « Structural properties of calcium silicate pastes-Pt. 2 : Effect of curing temperature, » *J. Amer Ceramic Soc.* (1979) **62**, 362-366.
- [14] l'Institut Français de Pétrole (IFP) : *Ciments et cimentations*, titre à part du numéro 65 de la revue : Forages, avec remise à jour partielle. Editions TECHNIP, janvier 1982.
- [15] American Petroleum Institute : *Recommended practice for core-analysis procedures*, first edition, API pub. RP40, API, Dallas (1960).
- [16] Edwards, G.C. and Angstadt, R.L. : « The effect of some soluble inorganic admixtures on the early hydration of portland cement, » *J. Appl. Chem.* (1966) **16**, 166-168.
- [17] American Petroleum Institute : *Spesifications for materials and testing for well cements*, fourth edition, API Spec 10, API, Dallas (1988).
- [18] Metzner, A.B., « Non newtonian technology : fluid mechanics, mixing and heat transfer ».
- [19] Peinado, M., : *Etude du comportement des ciments dans les sondages* (Revue de l'institut français de pétrole, hors série 1963).
- [20] Howard, C.C., Clark J.B. « Factors to be considered in obtaining proper cementing of casing ».
- [21] Caillere, S., Hennin, S. et Ratur, M., « Structure et propriétés physico-chimiques des argiles », Edition MASSON, Tome 1(1982).
- [22] Baver, al. (1972) : « The viscosity and swelling of soil colloids ». *Soil Physics*, vol. 1. (54-70) Jhon Wiely.
- [23] Erik, K. Nelson, « Well Cementing », Schlumberger Educational Services (1990).
- [24] Ottensten, J., *Gaz chromatogr. Sci.* 9, 673 (1971).
- [25] Rajab M. Abousnina, Allan Manalo, Weena Lokuge, “Physical and Mechanical Properties of Cement Mortar Containing Fine Sand Contaminated with Light Crude Oil », *Procedia Engineering*, Volume 145, 2016, Pages 250-258
- [26] Boularas, Y., Tedjini, C., « Etude géologique de l'occurrence de kieselguhr de Ouillis », ENOF, Mostaganem, Juin(1998).
- [27] Beaudoin J.J., Ramachandran V.S. et Feldman R.F. (1990), Interaction of chloride and C-S-H, *Cement and Concrete Research*, **20**, 875-883.
- [28] Bensted, J., (1976), «examen de l'hydratation des ciments de laitier et de ciments pouzzolanique par spectrométrie infrarouge », *II Cements*,73,4,209-214 (en anglais).
- [29] Bravinok, M. S., Komokhov, P. S., and Bondareva, N. F. : « Effect of temperature and additives on the early hardening stage, »*Proc.*, Sixth Intl. Congr. Chem Cement, Paris (1976)**2**, 151-155.
- [30] Alina Kaleta, Stefania Grzeszczyk, « The Influence of Chosen Factors on the Rheological Properties of Cement Paste », *Procedia Engineering*, Volume 108, 2015, Pages 568-574
- [31] Parker, P.N., Wahl. W.W., « Expanding cement. A new development in well cementing », J.P.T., May, 1966.

- [32] Smith, D.K. : Cementing, monograph series, N°4,SPE, Richardson, TX(1987)47.
- [33] Reza Saleh Ahari, Tahir Kemal Erdem, Kambiz Ramyar , « Thixotropy and structural breakdown properties of self consolidating concrete containing various supplementary cementitious materials », *Cement and Concrete Composites*, Volume 59, May 2015, Pages 26-37
- [34] Jianguo Han, Kejin Wang, « Influence of bleeding on properties and microstructure of fresh and hydrated Portland cement paste », *Construction and Building Materials*, Volume 115, 15 July 2016, Pages 240-246
- [35] BOUZIANI TAYEB. « Elaboration de ciments allégés pour la cimentation dans les zones salifères », 2002, UMBB
- [36] Ludwig, N. C. « Effect of sodium chloride on the setting properties of oil-well cements », *Drill. And Prod. Parc.*, API (1951)20.
- [37] Smith D. K., et Carter G., *Trans. A.I.M.E.*, 213-20 (1958).
- [38] SANDRINE,KARAM, « application de la méthodologie des plans d'expériences et de l'analyse de données à l'optimisation des processus de dépôt »,39-2006
- [39] Muhammad Zulqarnain, Mayank Tyagi , « Development of simulations based correlations to predict the cement volume fraction in annular geometries after fluid displacements during primary cementing », *Journal of Petroleum Science and Engineering*, Volume 145, September 2016, Pages 1-10