

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de L'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
UNIVERSITE M'HAMED BOUGERA BOUMERDES
Faculté des sciences de l'ingénieur



Mémoire de Master

En vue de l'obtention du Diplôme de Master en :

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie des Polymères

Présenté par :

MERIDJA Imane

Thème

**Etude rhéologique des formulations à base de polymère hydrosoluble et bentonite
purifiée appliquées dans les boues de forage**

Soutenu le 09/07/2019 devant le jury composé de :

Présidente :	Mme. N. OUSLIMANI	M.C.A	U.M.B.B
Promoteur:	Mr. B. KOUINI	M.C.A	U.M.B.B
Examineur:	Mr. H. AKSAS	M.C.A	U.M.B.B
Invitée:	Mme K. MALEK	Reservoir Engineer	SH/DLAB
Invité:	Mr. R. SAIDI	mudding engineer	SH/AVA

Année universitaire : 2018/2019

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de L'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
UNIVERSITE M'HAMED BOUGERA BOUMERDES
Faculté des sciences de l'ingénieur



Mémoire de Master

En vue de l'obtention du Diplôme de Master en :

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie des Polymères

Présenté par :

MERIDJA Imane

Thème

**Etude rhéologique des formulations à base de polymère hydrosoluble et bentonite
purifiée appliquées dans les boues de forage**

Soutenu le 09/07/2019 devant le jury composé de :

Présidente :	Mme. N. OUSLIMANI	M.C.A	U.M.B.B
Promoteur:	Mr. B. KOUINI	M.C.A	U.M.B.B
Examineur:	Mr. H. AKSAS	M.C.A	U.M.B.B
Invitée:	Mme K. MALEK	Reservoir Engineer	SH/DLAB
Invité:	Mr. R. SAIDI	mudding engineer	SH/AVA

Année universitaire : 2018/2019

Remerciements

Remerciements

Ce travail est le résultat d'un parcours de près de deux ans. En préambule je veux adresser tous mes remerciements aux personnes avec lesquelles j'ai pu échanger et qui m'ont aidé pour réaliser ce mémoire.

Je remercie tout d'abord Dieu le plus puissant et miséricordieux, qui ma donnée la force et la patience d'accomplir ce travail.

Un grand merci à Monsieur Dr. B. KOUINI de m'avoir encadré et pour ses précieux conseils, la patience, l'orientation et sa disponibilité qui ont constitué un apport considérable sans lequel ce travail n'aurait pas pu être mené au bon port. Qu'il trouve dans ce travail un hommage vivant à sa haute personnalité.

Nous adressons nos sincères remerciements à Madame N. OUSLIMANI pour avoir bien acceptée d'être présidente de jury.

Nous exprimons nos remerciements à Mr. H. AKSAS et Mr. R. SAIDI pour avoir accepté d'être membre de jury.

Nous souhaitons remercier tout le personnel de Division Laboratoire-SONATRACH en particulier :

Mr. FERFARA pour l'accueil et la prise en charge

A Mr. FEDALLA pour son aide et sa disponibilité

Mme K. MALLEK pour ses éclaircissements et conseils.

Et enfin Merci !

Dédicace

Je dédie ce mémoire à :

Mes chers parents, que nulle dédicace ne puisse exprimer mes sincères sentiments, pour leur patience illimitée, leur encouragement contenu, leur aide en témoignage de mon profond amour et respecter pour leurs sacrifices.

Mes chers frères et sœurs : Sara, Samir, Mohcene et Khadidja, pour leur grand amour et leur soutien et sans leur encouragement ce travail n'aura jamais vu le jour.

Mes chères amies : Siham, Noudjoud et Dounya.

A toute ma famille et à ceux que j'aime.

Et à toute la promo de Génie des Polymères année 2018/2019

MERIDJA Imane

Sommaire

Sommaire

Résumé	
Remerciement	
Dédicace	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Introduction générale.....	1

Partie bibliographique

Chapitre I : Les fluides de forage

Introduction	3
I-1 Généralité sur le forage pétrolier	3
I-2 Historique	4
I-3 Définition.....	5
I-3-1 Cycle de fluide de forage	6
I-3-2 Les fonctions du fluide de forage	7
I-4 Types de fluides de forage.....	8
I-4-1 Fluide à base d'huiles	8
I-4-2 Fluides à base d'eau	9
I-4-3 Fluides gazeux.....	9
I-5 Le choix du fluide de forage.....	9
I-5-1 Les composants de la boue de forage et leurs rôles	10
I-5-2 Formulations des fluides de forage	10
I-6 Propriétés physico-chimiques des fluides de forage.....	11

Chapitre II : Généralité sur les Argiles et la Montmorillonite

Introduction	15
II-1 Définition	15
II-2 Classification et structure chimique des argiles	16

II-2-2 Structure	17
II-2-2 Classification.....	17
II-3 La bentonite (Montmorillonite)	18
II-3-1 Gisement de la montmorillonite	19
II-3-2 Structure de la montmorillonite	19
II-3-2-1 Structure chimique de la montmorillonite	21
II-3-2-2 Microstructure de la montmorillonite.....	21
II-4 Propriétés et caractéristiques de la montmorillonite	23
II-5 Champs d'application de la montmorillonite	24

Chapitre III : Les polymères

Introduction	25
III-1 Historique.....	25
III-2 Définition	26
III-3 Classification des polymères.....	
III-3-1 Classification générale.....	26
III-3-2 Classification des polymères dans les fluides de forage.....	29
III-4 Les polymères cationique, anioniques et non ionique	30
III-5 Polymères utilisés dans les fluides de forage.....	
III-5-1 La gomme de xanthane.....	31
III-5-2 Le polyacrylamide partiellement hydrolyse	33
III-5-3 Les cellulose polyanionique(PAC) et la carboxyméthylcellulose(CMC).....	34
III-5-4 Le glycol	35
III-6 Relation entre les fonctions des polymères et leurs structures générales	35
III-7 Mode d'action des polymères avec les particules argileuses	36

Partie pratique

Chapitre IV : Méthodes et matériels

IV-1 purification de la bentonite	37
---	----

IV-2 technique de caractérisation.....	
IV-2-1 diffraction par rayon X	38
IV-2-2 analyse par fluorescence des rayons X.....	38
IV-2-3 granulométrie à diffraction laser	39
IV-2-4 Microscopie électronique à balayage	39
IV-3 formulations préparées.....	40
IV-4 tests et matériels.....	
IV-4-1 viscosimètre ofite modèle 900.....	41
IV-4-2 filtre presse API.....	42
IV-4-3 test de solubilité.....	43
IV-4-4 pH	43
IV-4-5 test de vieillissement	44

Chapitre V : Résultats et discussions

V-1 Caractérisation de la bentonite	
V-1-1 Analyse par diffraction des rayons X	45
V-1-2 Analyse par fluorescence des rayons X	46
V-1-3 Granulométrie à diffraction laser	47
V-1-4 Microscopie électronique à balayage.....	48
V-2 Etude de conformité de la bentonite	49
V-3 Etude rhéologique	52
V-4 La solubilité.....	61
V-5 pH.....	62
V-6 test de vieillissement	62

Conclusion générale

Références bibliographiques

Annexe

Résumé :

Notre travail porte sur l'étude rhéologique des formulations à base de polymère hydrosoluble et bentonite purifiée appliquées dans les boues de forage.

Les paramètres les plus importants dans l'étude des fluides de forage sont la rhéologie et la filtration afin d'amener l'opération de forage du puit à terme sans aucun problème. Ces caractéristiques vont permettre de maîtriser les propriétés des fluides de forage à base de bentonite purifiée et de polymères biodégradables. Le choix a été porté sur ce type de fluide pour des raisons environnementales en vue de leur généralisation sur nos sites de forage.

Mots clés : boue de forage, bentonite purifiée, rhéologie, polyacrylamide, filtration

Abstract:

Our work focuses on the rheological study of formulations based on water soluble polymer and purified clay applied in drilling muds.

The most important parameters in the study of drilling fluids are rheology and filtration in order to bring the drilling operation of the well term without any problem. These characteristics will make it possible to control the properties of drilling fluids based on purified clay and biodegradable polymers. The choice was focuses on this type of fluid for environmental reasons for their generalization on our drilling sites.

Key words: drilling muds, purified clay, rheology, polyacrylamide, filtration.

الملخص

يركز عملنا على الدراسة الريولوجية للتركيبات القائمة على البوليمر القابل للذوبان في الماء والطين المنقى المطبق في طين الحفر.

اهم العوامل في دراسة سوائل الحفر هي الريولوجيا والترشيح من اجل جعل عملية الحفر من البئر على حالها دون أي مشكلة. هذه الخصائص ستجعل من الممكن التحكم في خواص سوائل الحفر المعتمدة على البوليمرات القابلة للتحلل والطين المنقى. تم التركيز على هذا النوع من السوائل لأسباب بيئية لتعميمها على مواقع الحفر لدينا.

الكلمات المفتاحية

سوائل الحفر, الطين المنقى, الريولوجيا, بولي اكريلاميد, الترشيح

Liste des figures

Liste des figures

Partie théorique

Chapitre I : Les fluides de forage

Figure I-1 processus de forage pétrolier.....	4
Figure I-2 cycle de fluide sur le site de forage.....	7

Chapitre II : Généralité sur les Argiles les la Montmorillonite

Figure II-1 : présente les constituants en général de l'argile.....	16
Figure II-2 : Représentation des couches octaédrique et tétraédrique.....	17
Figure II-3 : représentation et composition chimique du feuillet de la montmorillonite.....	19
Figure II-4 : Microstructure de la Montmorillonite.....	21

Chapitre III : Les polymères

Figure III-1 : Représentation de la chaîne de polymère linéaire.....	27
Figure III-2 : représentation schématique d'un polymère bidimensionnel (Carbone graphite).....	28
Figure III-3 : représentation schématique d'un polymère tridimensionnel.....	28
Figure III-4 : structure de la gomme de xanthane.....	32
Figure III-5 : structure chimique du polyacrylamide partiellement hydrolysé et sa forme de sel de sodium correspondante.....	33
Figure III-6 : structure chimique de la CMC.....	34

Partie pratique

Chapitre IV : Méthodes et Matériels

Figure IV-1 : représente la bentonite purifiée Bn.p.....	37
Figure IV-2 : filtre-presse API.....	43

Chapitre V : Résultats et Discussion

Figure V-1 : Diffractogramme DRX de la bentonite naturelle Bn.1	45
Figure V-2 : Diffractogramme DRX de la bentonite purifiée Bn.p	46
Figure V-3 : test de granulométrie de Bn.1 et Bn.p.....	48

Liste des figures

Figure V-4 : représente la bentonite brute(Bn.1) par MEB.....	49
Figure V-5 : représente la bentonite purifiée par MEB.....	49
Figure V-6 : contrainte en fonction de la vitesse de cisaillement.....	53
Figure V-7 : viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement.....	53
Figure V-8 : contrainte en fonction de la vitesse de cisaillement à différentes températures...54	
Figure V-9 : viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement à différentes températures.....	54
Figure V-10 : contrainte en fonction de la vitesse de cisaillement à différentes températures...56	
Figure V-11 : viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement à différentes températures.....	56
Figure V-12 : contrainte en fonction de la vitesse de cisaillement à différentes températures...57	
Figure V-13 : viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement à différentes températures...58	
Figure V-14 : contrainte en fonction de la vitesse de cisaillement à différentes températures...59	
Figure V-15 : viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement à différentes températures...59	
Figure V-16 : contrainte en fonction de la vitesse de cisaillement.....	60
Figure V-17 : viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement.....	61
Figure V-18 : test de solubilité de polymère.....	61
Figure V-17 : viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement.....	
Figure V-19 : pH en fonction du temps.....	62
Figure V-20 : solution de PAM+eau avant vieillissement.....	63
Figure V-21 : après 24h dans l'étuve à 110°C.....	63
Figure V-22 : après 72h dans l'étuve à 150°C.....	64
Figure V-23 : solution (2%PAM+1%KCl) avant le vieillissement.....	64
Figure V-24 : après 48h à 110°C.....	65
Figure V-25 : après 72h dans l'étuve à 150°C.....	65

Liste des figures

Figure V-26 : solution PAM+ZnCl₂ avant vieillissement.....66

Figure V-27 : après 24h à 110°C.....66.

Figure V-28 : après 48h à 150°C.....66

Liste des tableaux

Liste des tableaux

Partie théorique

Chapitre I : Les fluides de forage

Tableau I-1 : les catégories des composants utilisés dans les fluides de forage.....	10
Tableaux I-2 : additifs utilisés dans la formulation des fluies de forage.....	11

Chapitre Iii :Les Polymères

Tableau III-1 : groupements polaires.....	29
Tableau III-2 : Caractéristiques et fonctions de différents polymères.....	35

Partie pratique

Chapitre IV : Méthodes et Matériels

Tableau IV-1 : formulations PAM diluées dans l'eau.....	40
Tableau IV-2 : formulations PAM modifiées par KCl.....	40
Tableau IV-3 : formulations PAM modifiées par NaCl.....	40
Tableau IV-4 : formulations PAM modifiées par $ZnCl_2$	41
Tableau IV-5 : formulation de PAM modifiée par la bentonite purifiée.....	41

Chapitre V : Résultats et Discussion

Tableau V-1 : la composition élémentaire de la bentonite brute et purifiée.....	47
Tableau V-2 : test de conformité de la bentonite brute.....	50
Tableau V-3 : test de conformité de la bentonite purifiée.....	51

Introduction générale

Le succès du forage d'un puit de pétrole dépend essentiellement du bon choix de la qualité des fluides de forage utilisés. L'optimisation d'une bonne formulation de ce dernier permet de réduire d'une manière significative le coût global de forage. A cet effet la boue de forage est choisie en fonction de la nature des formations traversées, de l'architecture du puit, des objectifs de sondage et des contraintes environnementales et économiques

Plusieurs types de fluides de forage peuvent être utilisés lors d'un forage. Le choix d'un type par rapport à l'autre dépend essentiellement de la formation traversée. A cet effet on peut utiliser des fluides à base d'eau, à base d'huile ou bien gazeux. L'industrie pétrolière fait appel à des matières naturelles et synthétiques dans la formulation des fluides de forage afin d'assurer le bon déroulement des opérations de forage notamment le contrôle des propriétés physico-chimiques et rhéologiques des fluides à savoir la contrainte de seuil (yield point), la viscosité plastique et la thixotropie.

Parmi les substances utilisées dans le contrôle rhéologique lors de la circulation de la boue de forage pétrolier on cite la bentonite. Cette dernière qui est un minéral argileux est constituée principalement de la montmorillonite. Elle se caractérise par trois propriétés principales : leur forme et leur surface spécifique, leur capacité d'adsorption et de gonflement et leurs multiples possibilités d'échange cationiques.

Afin de protéger l'environnement, les boues de forage à base d'eau sont de plus en plus utilisées. Elles contiennent des polymères hydrosolubles qui sont particulièrement coûteux et peu résistants notamment aux fortes températures rencontrées dans les puits profonds.

Les capacités de nettoyage du puits et du maintien des déblais en suspensions de ces fluides dépendent des conditions du forage : telles que la température, la salinité, les contraintes de cisaillement, la conformation et la rigidité du polymère.

Dans le cadre de la préparation de ce mémoire de fin d'étude, nous avons effectué un stage au niveau de la division Laboratoire (DLAB, ex CRD-Boumerdes).

Ce travail est subdivisé en deux grandes parties :

- Partie théorique : dans laquelle, nous avons évoqué des généralités sur les boues de forage, généralité sur les argiles et la montmorillonite et aussi les polymères.

- Partie pratique : dans laquelle, nous avons exposés notre travail au laboratoire, les résultats obtenus et leurs interprétations.

On termine avec une conclusion générale et perspective.

Chapitre I

Introduction

Les boues de forage sont des fluides utilisés durant le creusement des opérations de génie civil, de construction et de forage de pétrole et de gaz. Leur principale mission est de permettre un forage plus sûr et rapide. Elles sont en général utilisées comme fluides à base aqueuse ou huileuse. Ces boues ne doivent pas être toxique, ni corrosive, ni inflammables.

Elles doivent être inertes en cas de pollution provoquée par des sels solubles ou minéraux, ainsi que dans le cas de développement de bactéries. De plus, elles doivent être stables sur le plan thermique et garder leurs propriétés quelles que soient les conditions de forage.

I-1 Généralité sur le Forage Pétrolier

Le forage pétrolier est l'ensemble des opérations permettant d'atteindre les roches poreuses et perméable du sous-sol, susceptibles de contenir des hydrocarbures liquides ou gazeux

L'implantation d'un forage pétrolier est décidé à la suite des études géologiques et géophysiques effectuées sur un bassin sédimentaire. Ceci nous permet de nous faire une idée sur la constitution de sous-sol et les possibilités de gisement, sans pour autant préciser la présence d'hydrocarbures. L'opération de forage peut alors confirmer les hypothèses faites et mettre en évidence la nature des fluides contenus dans les roches (figure I-1).[1]

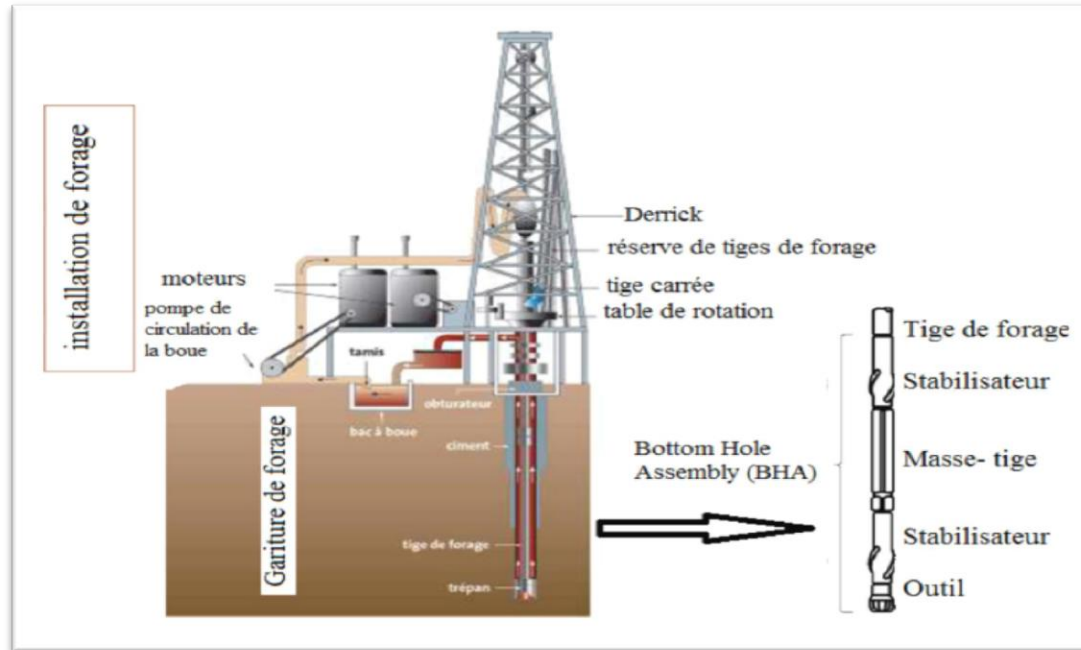


Figure I-1 processus de forage pétrolier [2]

I-2 Historique

La tradition rapporte que c'est sur le champ de SPINDLETOP, près de BEAUMONT (Texas) que la boue de forage fut utilisée pour la première fois par le capitaine LUCAS. Cependant, l'évolution s'est faite au fur et à mesure des problèmes rencontrés et des possibilités de la technique et bien avant 1901 on utilisait déjà un mélange d'eau et d'argile.

On peut diviser l'histoire de la boue en 4 périodes :

- Avant 1901 : période artisanale ;
- De 1901 à 1928 : période empirique ;
- De 1928 à 1955 : période expérimentale ;
- A partir de 1955 : période technique

Avant 1901, les fluides de forage étaient constitués essentiellement d'eau et l'on n'attachait aucune importance à ces fluides. Le capitaine LUCAS passe pour être le premier homme qui s'intéressa à la constitution de la boue. Cependant, jusqu'à 1928 la littérature est pauvre en articles concernant la boue et il semble que jusqu'à cette époque on n'attachait d'importance qu'à la densité (mesurée par pesée directe à l'aide d'une balance ordinaire), à

la viscosité (appréciée visuellement) et l'eau libre surnageant. Mais, déjà en 1920 on utilisait le sulfate de Baryum pour alourdir et s'opposer aux éruptions d'huile ou de gaz.

A partir de 1928, de nombreux chercheurs se penchent sur l'étude expérimentale des fluides et les progrès deviennent très vite sensibles. La première société de service de boues se crée aux Etats-Unis en 1929, on commence à employer les bentonites pour augmenter la viscosité et les phosphates pour la diminuer.

En 1930 et 1931, le viscosimètre MARSH fait son apparition sur les chantiers et le viscosimètre STOMER dans les laboratoires.

L'emploi du tanin de Quebracho commence à se généraliser et la boue au silicate de soude est employée pour forer les argiles gonflantes.

En 1935, les premiers elutriomètres permettant de mesurer la concentration en sable de la boue et la première boue à l'huile est utilisée pour forer une zone productrice.

En 1944, apparaît la carboxyméthylcellulose (CMC) comme réducteurs de filtrat non fermentescible.

En 1949, apparaît le viscosimètre FANN qui améliora l'interprétation des caractéristiques rhéologiques des boues de forage.

A partir de 1955, les progrès sont très rapides et les produits dont on dispose actuellement permettent de faire face à peu à tous les problèmes.

I-3 Définition

Il existe plusieurs définitions à ce terme parmi eux était en 1975 par American Petroleum Institute (API) qui définit le fluide de forage comme fluide en circulation continue durant toute la durée de forage, aussi bien dans le sondage qu'en surface.

Le fluide de forage appelé aussi boue de forage, est un système composé de différents constituants liquides (eau, huile) et /ou gazeux (air ou gaz naturel) contenant en suspension d'autres additifs minéraux et organiques (argiles, tensioactifs, déblais, ciments, ect). C'est un fluide non newtonien, visqueux ou viscoélastique. [3]

La composition du fluide de forage dépend des conditions particulières du forage correspondant. Etant donné que les puits traversent un grand nombre de formations différentes, les modifications des caractéristiques du fluide de forage sont faites au fur et à mesure de l'avancement du trou, afin de répondre aux conditions rencontrées.

De plus, la composition de ce dernier peut varier énormément et en conséquence le terme 'boue' désigne un simple mélange d'eau et d'argile prête à confusion [4]

I-3-1 Cycle du fluide de forage

La majeure partie des boues utilisées dans une opération de forage est recyclée en continu dont le cycle est résumé dans les étapes suivantes et exprimé par la figure ci-dessous :

- ✚ Le fluide de forage est mélangé et conservé dans le bassin de décantation ;
- ✚ Une pompe achemine le fluide dans la tige qui descend jusqu'au fond de puit ;
- ✚ Il sort de l'extrémité de la tige et tombe au fond du puits où le trépan est en train de forer la formation rocheuse ;
- ✚ Le fluide de forage emprunte ensuite le chemin inverse en remontant à la surface les morceaux de roche appelés déblais, qui ont été arrachés par le trépan ;
- ✚ Le fluide de forage remonte jusqu'à l'espace annulaire entre la tige de forage et les parois du puit. Le type de diamètre d'une tige de forage est d'environ 10 centimètres (04 pouces). Au bas d'un puit profond, le puit peut mesurer 20 centimètres (08 pouces) de diamètre ;
- ✚ A la surface, le fluide de forage circule dans la conduite d'aspiration de fluide de forage, une tige qui mène au tamis vibrant ;
- ✚ Les tamis vibrants se composent d'un ensemble de crépines métalliques vibrantes servant à séparer le fluide de forage des déblais, le fluide de forage s'égoutte dans les crépines et est envoyé vers le bassin de décantation ;
- ✚ Les déblais de la roche glissent le long de la glissière du tamis pour être rejetés. En fonction des impératifs environnementaux. Notamment, ils peuvent être lavés avant leur rejet. Une partie des déblais est prélevée pour être examinée par les géologues afin d'étudier les propriétés des roches souterraines présentes au fond du puits. [5]

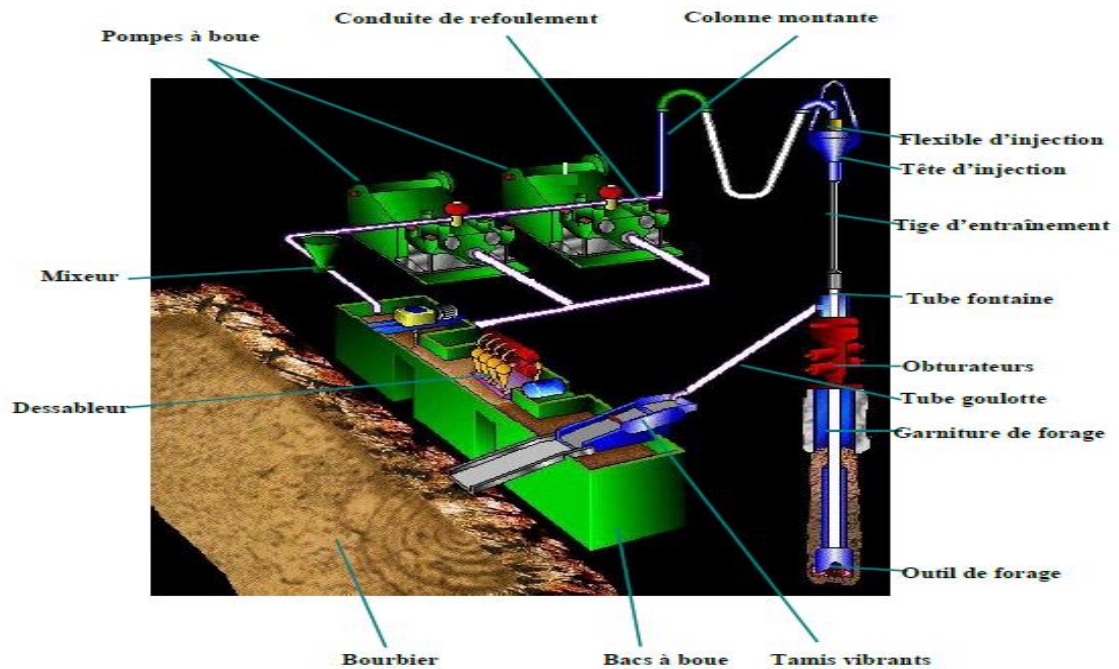


Figure I-2 cycle de fluide sur le site de forage [6]

I-3-2 Les fonctions du fluide de forage

Lors du forage pétrolier ; fluide de forage possède environ 10 à 20 fonctions. En général ; les principaux rôles du fluide de forge sont les suivants :

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

- Par conséquence, cette différence de pression va filtrer le fluide dans les formations perméables avec un dépôt d'un film sur les parois appelé » cake de filtration ». Ce gâteau permet de réduire la perméabilité des parois et d'isoler le fluide de forage de la formation à moins que ce film ne devient pas épais afin d'éviter une diminution du diamètre nominal du trou et un risque de coincement de l'outil.
- Remonter les informations géologiques sur les formations traversées lors du forage en raison de l'évolution des propriétés physico-chimiques du fluide (température, pH, teneur en gaz, chlore...)
- La boue ne doit pas être corrosive, ni abrasive pour l'équipement, ni toxique ou dangereuse pour le personnel et ne risque pas de provoquer des incendies. [7]

I-4 Types de fluides de forage

Plusieurs classifications des types de boues peuvent être adoptées. Il est cependant habituel de présenter les boues en fonction de la phase continue, on distingue :

- Fluide à base d'huile (Oil Based Mud);
- Fluide à base d'eau (Water Based Mud);
- Fluide à gaz.

I-4-1 Fluide à base d'huile

Les boues à l'huile sont choisies pour leur stabilité à des hautes températures, lubrification et attributs stabilisants le trou du puit, bien qu'elles aient des propriétés particulières, il est difficile de les assurer qu'avec des boues à l'eau, leurs utilisations occasionnent quelques difficultés telles que la manipulation spéciale et les problèmes environnementaux. [8]

Les boues à base d'huile sont des émulsions inverses dont la phase continue est l'huile (pétrole brut, gaz oil, ...) et la phase dispersée est une solution aqueuse. Des agents viscosifiants, émulsifiants, stabilisants fluidifiants et alourdissant. Ces boues présentent une insensibilité aux contaminants (NaCl, KCl, argile...), une réduction de frottement de la garniture sur les parois du puits et en endommagement limité de la formation, d'où une meilleure reproductivité, à moins qu'ils posent des problèmes écologiques (pollution), mais ils peuvent contaminer le laitier de ciment et ils sont coûteux.

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

I-4-2 Fluide à base d'eau

Ces fluides sont les plus utilisés dans le domaine du forage. Ils sont généralement constitués d'une phase continue qui est l'eau avec des suspensions d'argiles (bentonite...), des solides inertes (carbonates...) dont les caractéristiques rhéologiques sont corrigées par addition de polymères viscosifiants (Xanthane). Des réducteurs de filtrat entre également dans la composition (CMC, polymères synthétiques) [9]

Ces fluides sont moins coûteux et moins polluants. La dégradation thermique des polymères utilisés dans ces formulations présente un inconvénient majeur pour le bon déroulement d'une opération de forage (domaine de stabilité thermique du Xanthane 120 – 138°C)

Il est possible de classer ce type de fluide en 03 classes :

- Boue douce.
- Boue salée.
- Boue salée saturée.

I-4-3 Fluides gazeux

Ce sont des fluides dont la phase continue est du gaz mélangé avec de l'eau en proportions variables provenant de la formation traversée ou ajoutés intentionnellement. Le gaz peut être de l'air, du gaz naturel de la mousse ou du brouillard. [10]

I-5 Le choix du fluide de forage

Pour choisir le fluide de forage, il faut prendre en considération les conditions géologiques et les contraintes de forage. Chaque phase de forage doit consommer un type de fluide de forage avec une densité différente. La boue à base d'eau est employée dans la première phase de forage ; tandis que la boue à base d'huile est utilisée dans les phases suivantes, mais avec un rapport huile/eau différent d'une phase à l'autre [11]

I-5-1 Les composants de la boue de forage et leur rôle

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

Il est possible de classer grossièrement ces composants en 20 catégories [12] présentés dans le tableau I-4 :

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

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

I-5-2 Formulation des fluides de forage

Les problèmes rencontrés dans le forage ont conduit à l'amélioration des propriétés des fluides de forage. Leurs formulations ont connu une évolution continue, passant d'un simple mélange (eau-argile) à des formulations complexes, renfermant plusieurs substances dans le but d'améliorer les propriétés rhéologiques de ces fluides et afin d'optimiser la capacité de production du gisement. Une multitude d'additifs est identifiée dans les formulations des fluides de forage.

Le tableau suivant résume quelques additifs utilisés dans les formulations des boues de forage :

Tableaux I-2 : additifs utilisés dans la formulation des fluies de forage.

Additif	Substance utilisée	Fonction
Viscosifiant	Argiles naturelles (bentonite).	Augmentation de la viscosité.
Réducteur de filtrât	Amidons, carboxy-méthyl-celluloses (CMC), celluloses polyanioniques (PAC), résines.	Consolidation de la perméabilité du cake.
Inhibiteur de gonflement	KCl, glycérol, silicates, polymères (polyacrylamide partiellement hydrolysé « PHPA », les polyalkylèneglycols « PAG »).	Empêchement du gonflement du fluide de forage.
Alourdissant	Barite, calcite, hématite.	Augmentation de la densité du fluide.
Colmatant	Granulés (coquille de bois), fibres (fibre de bois, canne à sucre), lamellaires (céréales).	Prévention contre les pertes de fluides lors de la circulation.
Lubrifiant	Huiles désaromatisées, éthers.	Lubrification des outils de forage.
Mouillant	Acides sulfoniques, amides, polyamides.	Diminution des tensions interfaciales.
Emulsifiant	Chaux (Hydroxyde de calcium), métaux lourds.	Stabilisation des émulsions.

I-6 Propriétés physico-chimiques des fluides de forage

a- La densité

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

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

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

Avec :

P : pression de formation en Kgf/cm²

h : profondeur de la couche traversés en m

d : densité de la boue

10 : pesanteur

b- Les paramètres rhéologiques

La rhéologie étudie la déformation des matériaux (cas des solides) ou leur écoulement (cas des liquides) sous l'effet d'une contrainte.

L'objectif principal des études rhéologiques est de caractériser et de quantifier les effets des interactions entre particules sur les propriétés macroscopiques des suspensions.

- **La viscosité plastique**

Si on veut définir ce que représente la viscosité. On peut dire, en premier approche, que c'est une estimation de la résistance à l'écoulement d'un fluide ou encore une estimation des forces de frottements internes du fluide considéré.

La viscosité dépend avant tout de la teneur en solides contenue dans la boue et de la présence des polymères. Une augmentation de viscosité ne pourra donc être combattue que par l'élimination de solides. D'un point de vue pratique, on définit deux types de viscosité (exprimées en Cp) : une viscosité apparente (VA) et une viscosité plastique (VP) souvent liée à la taille des particules, et à leur forme :

$$VA=L600/2$$

$$VP=L600-L300$$

Ou L600 et L300 représentent respectivement les lectures à 600 et 300 tr/min sur le rhéomètre.

- **La contrainte de seuil (yield point)**

Les solides présents dans la boue de forage influencent un paramètre autre que la viscosité, qui est la contrainte seuil (exprimée en Pa ou en lb/100 ft²), plus connue sous le nom de « yield value » ou « yield point ».

$$YP=L300-VP= (VA/VP).2$$

La contrainte seuil représente la résistance initiale à vaincre, pour que le fluide s'écoule. Cette résistance est due aux forces électrostatiques attractives localisées à la surface des particules. C'est une mesure dynamique. La contrainte seuil dépend du type des solides présents et leurs charges de surface respectives, de la concentration de ces solides, et du type et de la concentration des autres ions ou sels éventuellement présents.

- **Gels et Thixotropie**

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

La thixotropie est une propriété souhaitable dans les boues de forage, afin de tenir en suspension les particules dispersées, pendant les arrêts de circulation. Le degré de thixotropie dépend de la composition de la boue.

Le caractère thixotrope d'une boue est évalué en mesurant le « gel 0 » et le « gel 10 ». Le gel 0 représente la résistance du gel aussitôt après agitation de la boue. Ils sont mesurés à l'aide du viscosimètre à une vitesse de 3tr/min et exprimé en lb/100ft². Le gel 10 représente la résistance du gel après un repos de la boue de 10 minutes.

- **La filtration**

- Principe fondamental de la filtration**

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

Chapitre II

Introduction

Depuis longtemps, l'argile a été utilisée dans beaucoup de domaines en dehors de son utilisation comme matériau de construction. C'est une matière que l'on trouve dans l'élaboration des cosmétiques, en pharmacie, dans l'élaboration des matériaux polymères, dans le raffinage des huiles alimentaires et également dans la préparation des boues de forage.

C'est un minéral prédominant dans l'écorce terrestre et en tant que constituant dans les boues de forage, elle permet de contrôler les caractéristiques rhéologiques tels que la viscosité

Dans ce chapitre, on va parler sur l'origine et la structure des argiles en basant sur la montmorillonite ainsi que ses propriétés.

II-1 Définition

Les argiles sont des roches sédimentaires constituées d'une variété de minéraux cristallites très fines (généralement inférieur à 2 microns) ; plus ou moins bien définis, et dont la forme est généralement aplatie. Ils sont constitués par des minéraux spécifiques dits : Argileux ; mais on trouve aussi des espèces dont les plus fréquentes sont : la silice ; des silicates en générale d'alumine plus ou moins hydraté à structure feuilletées (phyllosilicates) ou structure fibreuse sépiolite qui explique leurs qualités d'adsorption et leur plasticité [13] ; des oxydes ; des hydroxydes cristallisés ou amorphes [14].

De point de vu chimique ; l'argile est essentiellement constituée de silicate d'alumine hydratés dans lesquels sont imbriqués en quantités réduites des oxydes d'alumine, de titane, de magnésium, de potassium et de sodium (figure II-1).

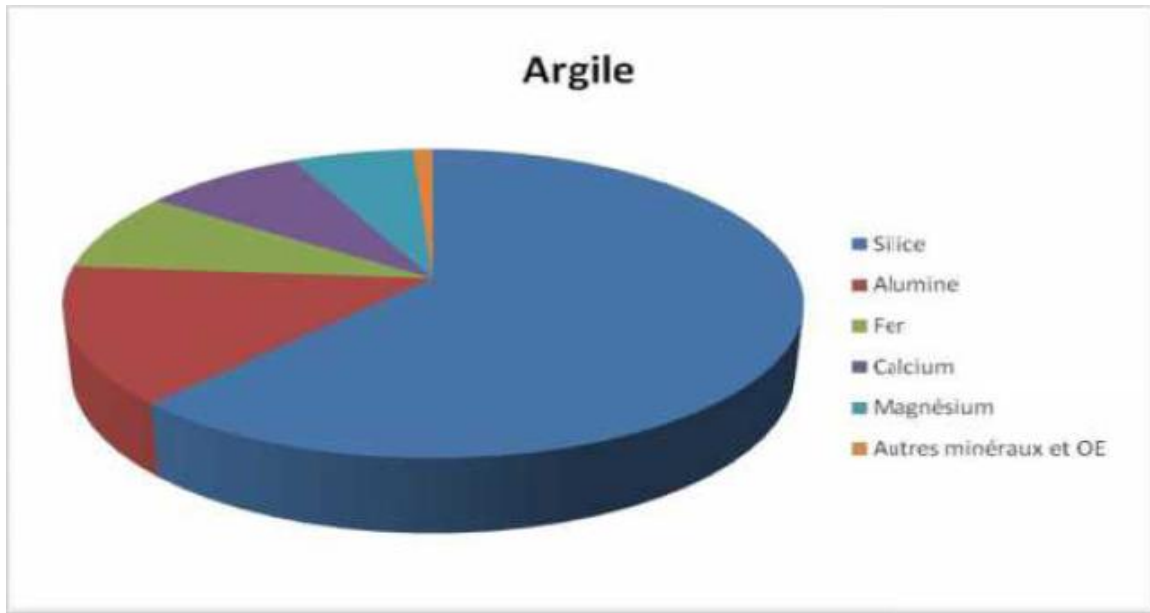


Figure II-1 : présente les constituants en général de l'argile. [15]

Origine

Les minéraux argileux proviennent de l'érosion de roches silicatées en particulier de la désagrégation des minéraux composant de granite : mica et feldspath. Les minéraux argileux les plus connus : La Kaolinite, l'halloysite, la montmorillonite, l'illite et la vermiculite sont de très fines particules. Elles peuvent rester soit sur place (argiles résiduelles ex. : argile à silex, argile de décalcification) soit être transportées de longues distances par les cours d'eau jusqu'au fond de la mer (Ex. les argiles océaniques).

Les différents types de minéraux argileux sont influencés par la fonction de la roche mère ainsi que le milieu climatique (chaud, froid et milieu tempéré).

II-2 Classification et structure chimique des argiles

II-2-1 Structure

La cellule de base des minéraux argileux est appelées cristallite. Elle est constituée d'un feuillet et un interfeuillet appelé aussi espace interfoliaire.

Chaque feuillet est lui-même formé de la superposition de deux ou trois couches cristallisées. L'interfeuillet est constitué d'eau qui assure la liaison électrochimique entre les feuillets. Il existe différents types de liaisons interfeuillets liées notamment à des phénomènes de substitution isomorphiques à la structure des cristallites.

Suivant la composition des cristallites, on distingue de types de couches cristallisées :

- **La couche tétraédrique** est formé d'un atome central principalement du silicium qui est entouré de quatre atomes d'hydrogène. Chaque tétraèdre est lié aux autres tétraèdres voisins en partageant trois angles. La formation d'une cavité hexagonale est due à l'association de six tétraèdres. L'épaisseur de la couche tétraédrique est de 4,6 Å et la charge est -1. [16]
- **La couche octaédrique** : est formé d'un atome central souvent d'aluminium qui est entouré des atomes d'oxygènes et des groupements hydroxyles. Chaque octaédrique est lié aux autres octaèdres en partageant uniquement les arrêts entre eux. L'épaisseur de la couche est de 5,05 Å et la charge est +1. [16]

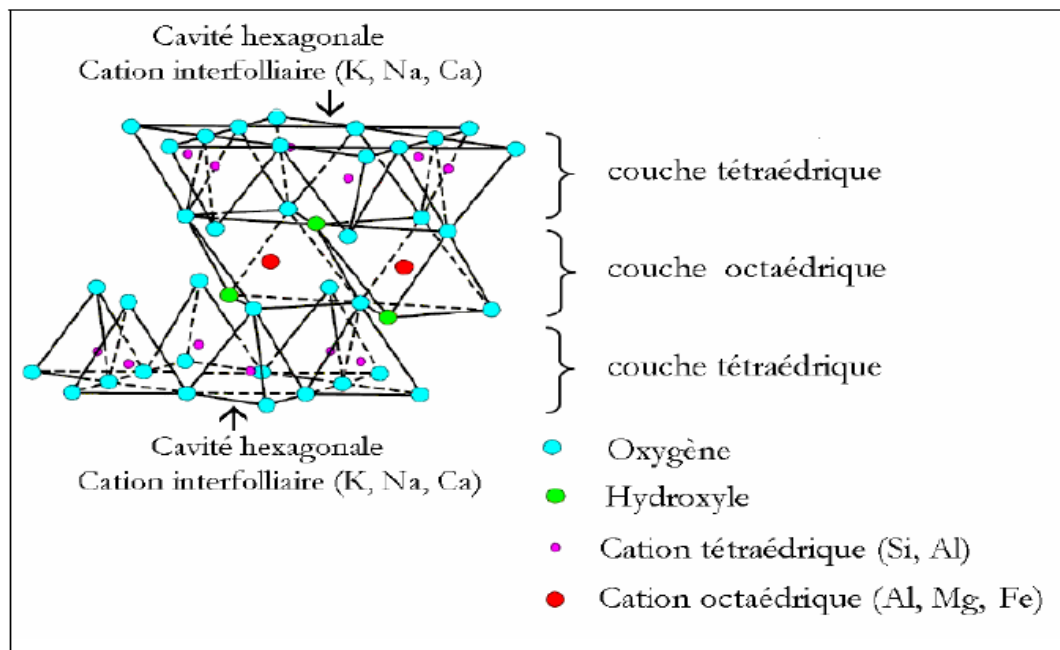


Figure II-2 : Représentation des couches octaédrique et tétraédrique. [17]

Suivant l'ordre d'empilement des couches octaédriques (O) et les couches tétraédriques (T), les minéraux argileux sont classés en deux types :

- **Le type de feuillet TO ou 1 :1** formé d'une couche tétraédrique T et d'une couche octaédrique O. ces argiles, dont l'unité structurale de base est dissymétrique, sont représentées par le groupe des Kaolinites et des serpentites, ces dernières étant beaucoup plus rares.

- **Le type de feuillet TOT ou 2 :1** formé d'une couche octaédrique O entouré de deux couches tétraédriques T. ces argiles présentent une structure de base symétrique comportent de nombreux groupes (illites, smectites, chlorites, vermiculites) dont la structure et les propriétés sont très variables.

II-2-2 Classification

La classification des minéraux argileux est généralement basée sur la distance entre les feuillets [18] Selon l'épaisseur du feuillet ou sa constitution, on distingue trois familles principale des argiles : [13]

- **Minéraux à 7 Å** : Le feuillet est constitué d'une couche tétraédrique et d'une couche octaédrique. il est qualifié de T : O ou type 1 :1. Son épaisseur est d'environ 7 Å.
- **Minéraux à 10 Å** : Le feuillet est constitué de deux couches tétraédriques et 'une couche octaédrique. Il est qualifié de T : O : T ou de type 2 :1. Son épaisseur est d'environ 10 Å.
- **Minéraux à 14 Å** : Le feuillet est constitué de l'alternance de feuillet T : O : T et de couches octaédriques interfoliaires.
- **Minéraux interstratifiés** : l'épaisseur du feuillet est variable. Ces minéraux résultent du mélange régulier ou irrégulier d'argile appartenant aux précédents groupes.

II-3 La bentonite (Montmorillonite)

II-3-1 Gisement de la montmorillonite

L'origine de la bentonite vient de l'altération et la transformation hydrothermale de cendres de tufs volcaniques riches en verre dans des eaux douces ou salées entraînant la néoformation des minéraux argileux qui font partie principalement du groupe des smectites. Les roches argileuses ainsi formées portent le nom bentonite et qui vient d'après le gisement situé près du Fort Benton (Wyoming, Etat Unis) qui contient plus de 75% de montmorillonite. Cette dernière fut découverte pour la première fois en 1847 par Damour et Salvétat pour rappeler le nom de la montagne Montmorillon près de Vienne (France).

En Algérie, les gisements de bentonite les plus importants économiquement se trouvent dans l'oranie (ouest algérien). On relève en particulier la carrière de Maghnia (Hammam Boughrara) dont les réserves sont estimées à un million de tonnes de celle de Mostaganem avec des réserves de deux millions de tonnes. [19]

D'après la thèse de G. Millot, la montmorillonite caractérise les milieux sédimentaires relativement riches en bases, particulièrement en Mg et le pH légèrement ou nettement alcalin.

II-3-2 Structure de la montmorillonite

L'établissement de sa structure a fait l'objet de nombreuses études. La plus connue est celle de Hofmann & Endelet Wilm.

La montmorillonite est une argile de type smectites constituée d'un empilement de feuillets unitaires. Ces feuillets sont constitués d'une couche octaédrique d'aluminium emprisonnée entre deux couches tétraédriques de silice (T.O.T ou 2 :1) selon la représentation schématique suivante :

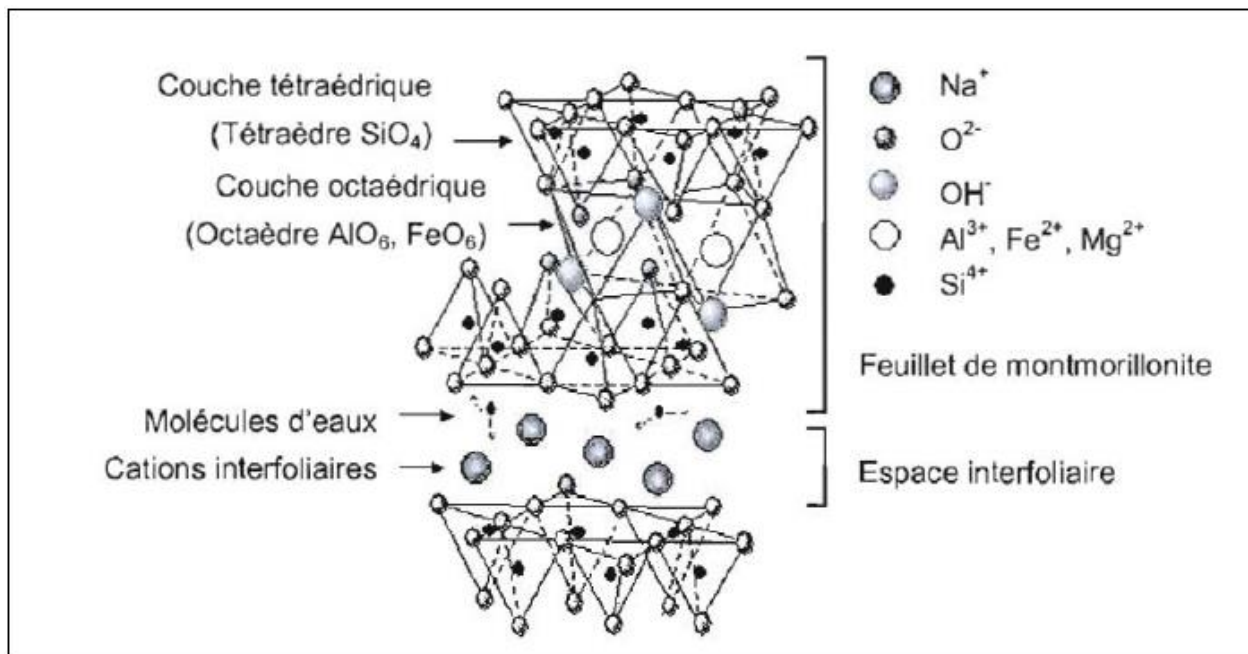


Figure II-3 : représentation et composition chimique du feuillet de la montmorillonite. [20]

Une partie des ions Al^{3+} sont remplacés par Mg^{2+} ou Fe^{2+} qui ont une charge inférieure. Pour que le cristal soit neutre ; une adjonction correspondante aux cations de sodium.

L'eau dans la montmorillonite existe sous différentes formes. L'eau absorbée qui est attachée à la montmorillonite par des attractions faibles. Ces molécules d'eau se trouvent à la surface de la montmorillonite dans le site défectueux ou sur les bordures des liaisons rompues de la structure

de silicate. Ce type d'eau se trouve en général en faible quantité et peut être éliminé après chauffage de 80 -90°C. l'eau liée qui est associée e structure géométrique autour d'un cation. Elle se trouve entre les feuillets de la smectites et elle peut être éliminé après chauffage à 100-200°C. l'eau cristalline qui se trouve à l'intérieur des feuillets sous forme (OH) ; elle est fortement liée à la structure et une température de plus de 500°C est nécessaire pour l'éliminer. [21]

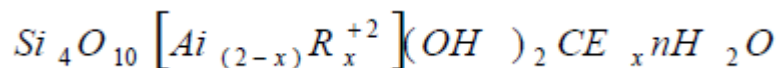
Structure selon Hofmann & Endelet Wilm

La montmorillonite est composée d'unité constituées de deux couches de silicium tétraédrique et d'une couche centrale d'aluminium octaédrique. Elles sont disposées de telle sorte que les atomes d'oxygène des sommets de chaque tétraèdre de silicium et un des plans d'hydroxyles sont formes par quatre atomes d'oxygène relies à l'atome de silicium central ainsi qu'aux atomes d'oxygène des octaèdres par des liaisons covalentes. Les octaèdres ont par contre leurs sommets occupés par quatre atomes d'oxygène et de deux atomes hydroxyles de la couche octaédrique placée directement en dessous des cavités hexagonales du réseau d'oxygène de la couche tétraédrique.

Le cristal anhydre présent une épaisseur de l'ordre de 9,6 Å.sa structure dérive de la pyrophyllite. [20]

II-3-2-1 Structure chimique de la montmorillonite

La formule générale de la montmorillonite :



Avec :

R^{2+} : Mg^{+2} , Fe^{+2} , Mn^{+2} .

Al : peut-être Fe^{+3} , Cr^{+3} .

X : charge du Feuillet.

CE : cations interfoliaires : Na^+ , K^+ , Ca^{+2} , Mg^{+2} ...

R : constitué de Magnésium(Mg) dans les montmorillonites types, aussi il existe un nombre de variétés chimiques ou R est remplacé par différents cations divalent Fe, Mn, Cr [22].

II-3-2-2 Microstructure de la Montmorillonite

La montmorillonite a plusieurs représentations structurales par rapport à la méthode de mesure de leur échelle(figure) :

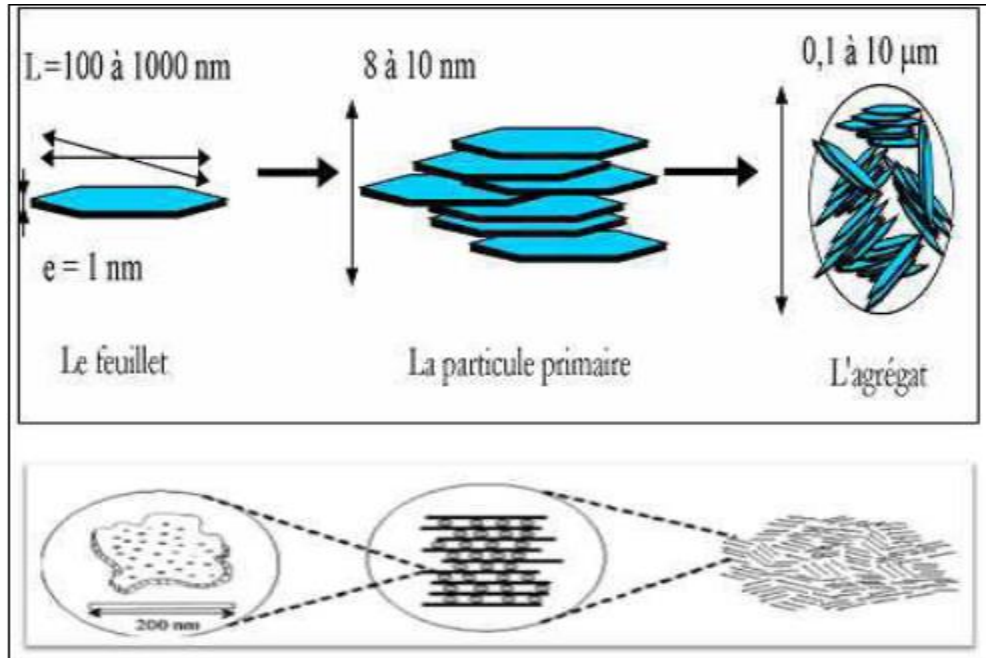


Figure II-4 : Microstructure de la Montmorillonite [23]

- **Le feuillet**

Le feuillet est un empilement horizontalement successif dans les directions X et Y pour la demi-maille. Il a la forme d'un disque ou d'une plaquette avec des dimensions d'environ 100 à 1000 nm de longueur et de $10 \text{ \AA}$; ces plaques sont souples et déformables surtout en présence d'eau. Dans la famille des smectites la charge d'un feuillet varie de 0,2 à 0,6 électron par maille, selon le taux d'occupation des couches octaédriques et à partir de la localisation des substitutions.

Les cations qui compensent la montmorillonite sont en général des cations de calcium ou de sodium ; les montmorillonites composées par les cations de calcium sont appelées des montmorillonites calciques, et celles composées par les cations de sodium sont appelées montmorillonite sodique.

- **La particule primaire**

Elle se compose au maximum de dix feuillets empilés grâce à des forces électrostatiques attractives entre les ions compensateurs et les feuillets, l'épaisseur est d'environ de 8 à 10 nm. Donc on peut constater que lors du gonflement de la montmorillonite ; l'espace interfoliaire augmente. Les feuillets se présente irrégulièrement sur le plans (X ; Y) mais sont toujours perpendiculaire à la direction Z.

- **L'agrégat**

L'agrégat est un groupement de particule primaire orienté dans toutes les directions, sa taille est d'environ 0,1 à 10 μm .

Grace à l'agrégat on peut voir différents niveaux de porosité à partir de formation ou d'empilement structurale multi-échelle de la montmorillonite ce qui explique leur aptitude au gonflement.

II-4 Propriétés et caractéristiques de la montmorillonite

a- La capacité d'échange cationique(CEC)

La capacité d'échange cationique d'une argile résulte de la substitution iso-morphique des atomes d'aluminium de la couche octaédrique par des atomes de Mg^{2+} et Fe^{3+} et de la substitution de Si^{4+} par Al^{3+} dans la couche tétraédrique induisant un déficit en charge du feuillet qui est compensé par la présence des cations compensateurs.

Les liaisons entre les feuillets sont faibles et encore plus avec la présence des molécules d'eau, ce qui permet aux cations compensateurs interfoliaires ou superficiels de s'échanger avec les cations des solutions mises en contact avec l'argile. Es cations sont appelés « cations échangeables » [24]

b- Hydratation interne ou gonflement :

L'une des propriétés les plus remarquables de la bentonite est le gonflement considérable dans l'eau pour former des masses visqueuse et gélatineuse. Pour qu'une argile soit vraiment une bentonite au sens commercial du terme. Elle doit gonfler au moins cinq (05) fois l'équivalent de son volume au contact de l'eau. Il est admis que le gonflement des montmorillonites est principalement dû au fait que l'absorption de l'eau par la structure de la molécule s'effectue entre les feuillets et écart les uns des autres.

L'absorption de l'eau est une réaction exothermique qui implique la formation de liaison d'hydrogène entre les molécules d'eau et les groupements hydroxyles de la montmorillonite et l'hydratation des cations échangeables. Le gonflement de la montmorillonite est un processus réversible. Autrement dit, la montmorillonite peut être séchée et gonflée à nouveau autant de fois que l'on voudra sans que ses propriétés soient modifiées ; pourvu que l'eau utilisée soit pure et que le séchage n'ait pas été fait à une température élevée [25].

c- Colloïdalité

Cette propriété est d'une grande importance pour le procédé de purification des argiles. Elle est liée à la présence de charges négatives à la surface de chaque grain d'argile. Le caractère colloïdal se traduit par le recouvrement de chaque grain d'argile par une double couche d'ions hydrosolubles de charges opposées.

I-5 Champs d'application de la montmorillonite

Du fait des propriétés de la montmorillonite, elles connaissent un champ d'application très variés :

- Au début elles sont utilisées comme matière première par les potiers, les Montmorillonite ont de nombreux débouchés dans l'industrie grâce à leurs caractéristiques chimiques (adsorption et absorption des molécules, composition) et physique (taille des particules) [26].
- Dans l'industrie pétrolière, notamment dans le domaine de la catalyse [27] : la Montmorillonite traitée par acide est utilisée dans nombreuses réactions telles que la dimérisation des acides gras insaturés en acide dicarboxyliques et l'alkylation des phénols.

La montmorillonite échangée par les cations sont aussi des catalyseurs efficaces, nous donnons par exemple : les montmorillonites échangées par Al et Cr sont utilisées dans des réactions de lactonisation, nous notant aussi les montmorillonites échangées par Fe et Co qui servent à la protonation de plusieurs espèces organiques. La bentonite sodique échangée par des cations avec une densité de charge élevée tels que Al, Cu, Fe et Cr, sont des catalyseurs efficaces et sélectifs pour la production de l'acétate éthylique à partir de l'éthylène et l'acide acétique.

- Dans le forage comme fluide de forage.

- Dans le domaine de la dépollution, la bentonite connaît un vaste champ d'application visant soit la dégradation des composés organiques polluants soit leur transformation en des produits moins nocifs.
- Exploite comme charge minérale, l'argile joue un rôle important dans la papeterie et l'industrie du caoutchouc.

Chapitre III

Introduction

Les polymères comme les autres substances, leur ajout dans les fluides de forage est devenu indispensable pour améliorer les performances techniques des fluides de forage ; ainsi que leur diversité d'usage.

Plusieurs travaux de laboratoire ainsi que des observations sur chantier ont montré que l'avancement du forage est affecté quand le fluide renferme des polymères. L'introduction de polymère synthétiques depuis les années 1990 dans le domaine des WBM et OBM est une bonne alternative pour la résolution des problèmes rencontrés dans le forage avec les boues classiques.

III-1 Historique [28]

L'utilisation des polymères dans les fluides de forage a commencé pour la première fois en 1930 lorsque l'on ajouta de l'amidon de maïs à la boue bentonitique pour contrôler les caractéristiques de filtration.

Ce développement fut suivi assez rapidement par l'introduction des carboxyméthyl cellulose, tannin, quebrachos et lignosulfonate, qui furent tous régulièrement utilisés à partir de 1945.

L'utilisation initiale était pour améliorer les propriétés d'un système simple à base d'argile et de protéger la bentonite de la floculation du sel. Les substances utilisées se produisaient naturellement ou étaient extraites par des procédés simples.

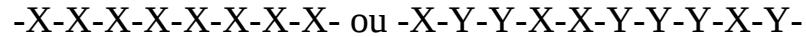
Depuis cette époque, les polymères sont devenus beaucoup plus sophistiqués et sont souvent conçus spécialement pour une situation de forage particulières, dans certains cas ils peuvent même remplacer totalement les argiles, spécialement pour le forage des zones argileuses sensibles à l'eau ou des zones productrices d'eau et d'hydrocarbures. Le nombre et la variété des polymères est en croissance avec des propriétés particulières pour une situation spécifique qui permettra de résoudre tous les problèmes de forage à l'avenir.

III-2 Définition

Un polymère est une grande molécule (macromolécule) constituée d'unités fondamentales appelées monomères reliés entre eux par des liaisons covalentes.

Ils peuvent se présenter :

- ❖ Une chaîne linéaire avec une répétition linéaire n fois du même motif X (Homopolymère) ou de deux ou plusieurs motifs (copolymère)



- ❖ En chaîne non linéaire : branchés en étoile ou en réseau.

Lorsque ces polymères présentent des groupements chargés positivement (cationique) ou négativement (anionique), on les appelle les polyélectrolytes.

III-3 Classification des polymères [29]

III-3-1 Classification générale

✓ Selon l'origine

On peut les classer en trois catégories :

a) Les polymères naturels

Sont issus des règnes végétaux ou animaux, les exemples les plus connus : la famille des polysaccharides (cellulose, amidon...), celle des protéines (laine, soie...), le caoutchouc naturel, ect.

b) Les polymères artificiels

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

c) Les polymères synthétiques

Totalement issus du génie de l'homme, sont obtenus par une réaction de polymérisation des monomères, ainsi que leur variété est extrême.

✓ Selon le domaine d'application

On peut trouver les polymères dans différents secteurs, tant la variété des propriétés a multiplié les applications des polymères, comme matériaux en particulier. Il est cependant possible de regrouper les polymères en trois catégories :

- Les **polymères de grande diffusion** (encore appelé **polymère de commodité**), dont la production annuelle s'évalue en million de tonnes, sont devenus d'un emploi quotidien. Ils présentent une importance économique considérable (PE, PS, PVC...)
- Les **polymères techniques** ont des caractéristiques mécaniques qui leur permettent de se substituer de plus en plus aux matériaux traditionnels (métaux, céramique...) dans de nombreuses applications ; les polyamides...ect.
- Les **polymères spéciaux** (ou polymères de fonction) présentent généralement une propriété spécifique qui induit leur utilisation pour une application particulière (polymères conducteurs, photoactifs, thermostables, adhésifs, ect)

✓ Selon la structure

On peut encore les regrouper en trois catégories :

- Les **polymère linéaires (Monodimensionnels)** pour lesquels chaque chaîne macromoléculaire est constituée d'un nombre élevée et fini d'unités monomères. Une chaîne linéaire est représentée par un trait continu, dont l'ensemble de chaînes polymère est constitué de longueur variable « notion de dispersité » (figure)

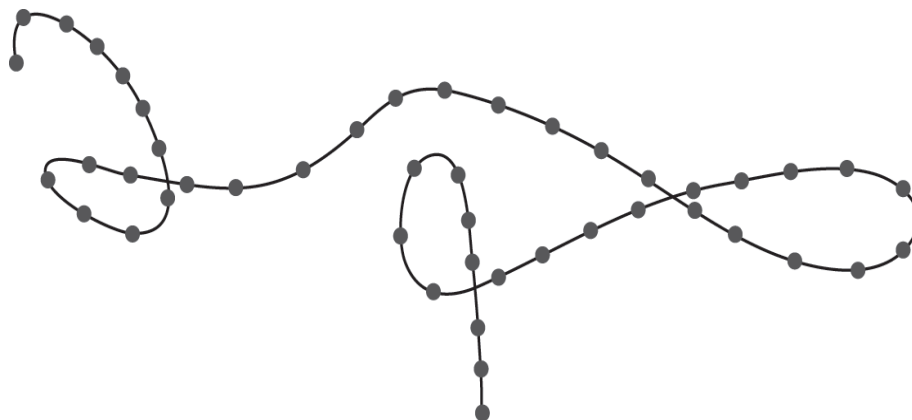


Figure III-1 : Représentation de la chaîne de polymère linéaire

- Les **polymères bidimensionnels**, dont certains peuvent être produits par la nature (carbone, graphite, kératine...) ; ils se présentent sous forme de feuillets bidimensionnels d'épaisseur comparable à celle des molécules simple (figure.)

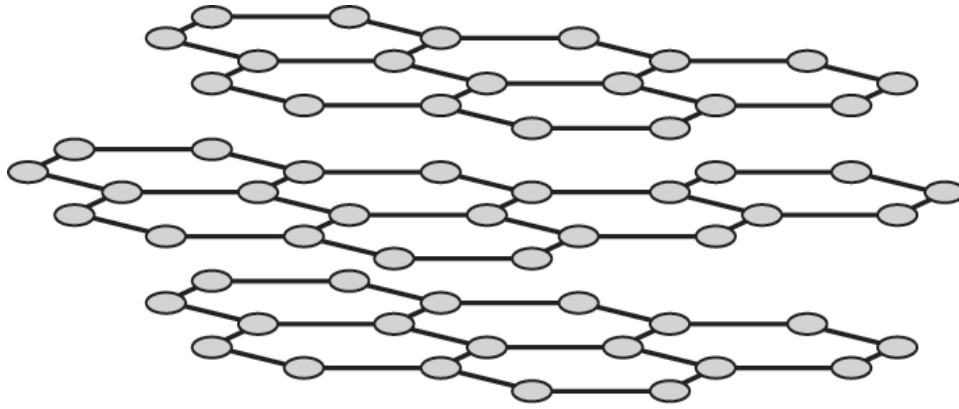


Figure III-2 : représentation schématique d'un polymère bidimensionnel (Carbone graphite)

- Les **polymères tridimensionnels**, peuvent être obtenus par la réticulation (formation d'un réseau tridimensionnel), par voie physique ou chimique de polymère linéaire. Leur dimension moléculaire peut être considéré comme infinie puisque toutes les unités monomères sont liées de façon covalente dans les trois dimensions (figure)

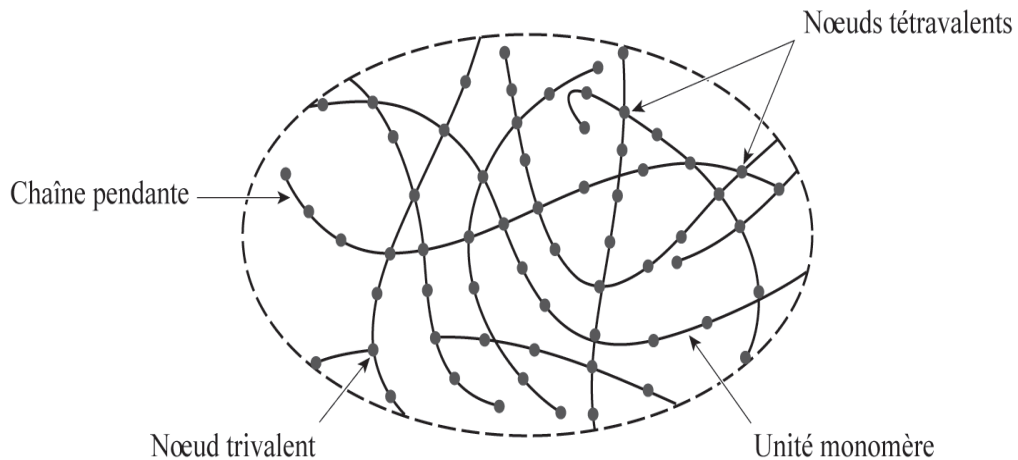


Figure III-3 : représentation schématique d'un polymère tridimensionnel.

III-3-2 Classification des polymères dans les fluides de forage

✓ Selon leur chimie

La réactivité chimique dépend essentiellement du type de groupe qui sont attachés à la molécule et de leur nombre. Il y'a souvent plus d'un type de groupes réactifs. La distribution des groupes sur le polymère affecte aussi la réactivité et les propriétés. Souvent en raison de la nature complexe des polymères on ne connaît pas les détails de la structure ; mais les diverses conditions de réaction peuvent produire des différences dans la structure qui peut influencer sur les performances de polymères [30]

Les groupes qui peuvent être reliés aux polymères sont divisée en 03 :

- Non ionique.
- Cationique ou chargés positivement.
- Anionique ou chargés négativement.

Tableau III-1 : groupements polaires [31]

Classe	Groupe	
	Nom	Formule
Non ionique	- Hydroxyle,	O-H
	- liaison-ether	R-O-R
	- OH phénolique	-O-CH ₃
Anionique	- Carboxyle	C ₆ H ₅ OH-C ₆ H ₅ O-
		COOH-COO-
	- sulfonique	-SO ₃ H- -SO ₃ -
	- phosphate	-PO ₃ H- -PO ₃ -
Cationique	-amine	-NH ₃ - -NH ₄ ⁺)

- ✓ **Leur fonction** : telle que des additifs : viscosifiant ou réducteur de filtrat.
- ✓ **Leur origine** : naturel, naturel modifié ou synthétique.

III-4 Les polymères Cationique, Anionique et non ionique

a) **Les polymères cationiques** (PHPA, amine...) ont été développées comme alternative aux sels minéraux pour des raisons suivantes :

- i. Pour augmenter les sites d'échange car le KCl possède un seul site.
- ii. Pour des raisons de restrictions environnementales contre l'utilisation des sels (sensibilité aux ions K^+ et aux chlorures).

Aux faibles poids moléculaires ($M < 10\ 000$), ces polymères sont de bon inhibiteur de gonflement des argiles, ils rentrent dans les pores ; viscosifiant les filtrats et retardent leur invasion dans les argiles.

Les hauts polymères ($M > 10000$) n'ont pas l'aptitude de pénétrer dans les pores mais peuvent agir par encapsulation. C'est le cas qui du PHPA qui s'absorbe sur plusieurs sites des argiles et réduit la désintégration des cuttings. Dans les fluides de forage à base d'eau on trouve le polyacrylamide et le chlorure de potassium qui protègent les argiles et réduisent les problèmes liés à la stabilité du puits.

Les amines simples sont utilisées dans plusieurs régions pour des applications spécifiques. Les amines quaternaires évitent le gonflement et la dispersion des argiles par échange d'ions. Leurs inconvénients sont leur coût élevé, leur toxicité ainsi que leur incompatibilité avec les additifs anioniques généralement utilisés dans les fluides.

Un autre exemple de composés inhibiteurs (Organic Cationic Materials ou OCM), ces molécules à plusieurs fonctions ont montré une bonne efficacité technique (stabilité thermique, compatibilité avec les autres additifs et la biodégradabilité) et économique pour l'inhibition du gonflement des argiles.

b) **Les polymères anioniques (PAC...) et non ioniques (polyols, glycérols, glucosides...)**

Ces polymères agissent par encapsulation et/ou réduction de l'activité de la phase limitant la pénétration de l'eau dans les argiles ; mais ils sont peu efficaces par rapport aux polymères cationiques.

III-5 Polymères utilisés dans les fluides de forage

III-5-1 La gomme de Xanthane

Dans les fluides de forage, le xanthane est largement utilisé en tant que viscosifiant vu sa qualité rhéologiques résistance vis-à-vis de la salinité, sa bonne stabilité thermique et sa biodégradabilité.

Le xanthane est un polysaccharide produit par une bactérie appelée « *Xanthomonas campestris* » intervenant dans le métabolisme de certains végétaux. L'obtention du xanthane suit un processus complexe. Les différentes étapes de mise en œuvre conditionnent les propriétés finales du polymère : composition finale de la poudre, masse moléculaire, composition chimique du motif, rhéologie, ect.

Sa formule brute moyenne est ($C_{67}H_{102}O_{56}$) avec $n=830$ à 2800 . La structure primaire de la gomme xanthane consiste en une chaîne principale de cellulose. Deux groupements carboxyliques confèrent à la gomme de xanthane un caractère anionique. Les contre-ions les couramment rencontrés sont Na^+ , K^+ , Ca^{2+} .

Trois fonctions apparaissent sur les cycles de la chaîne latérale du motif (un motif acétate sur le cycle le plus proche du squelette principal, un acide glucuronique sur le cycle intermédiaire et un acide pyruvique sur le cycle terminal). En milieux aqueux (les atomes Na^+ et K^+) se dissocient de la molécule de xanthane qui acquiert alors une charge négative due aux ions carboxyliques (COO^-) (figure III-4).

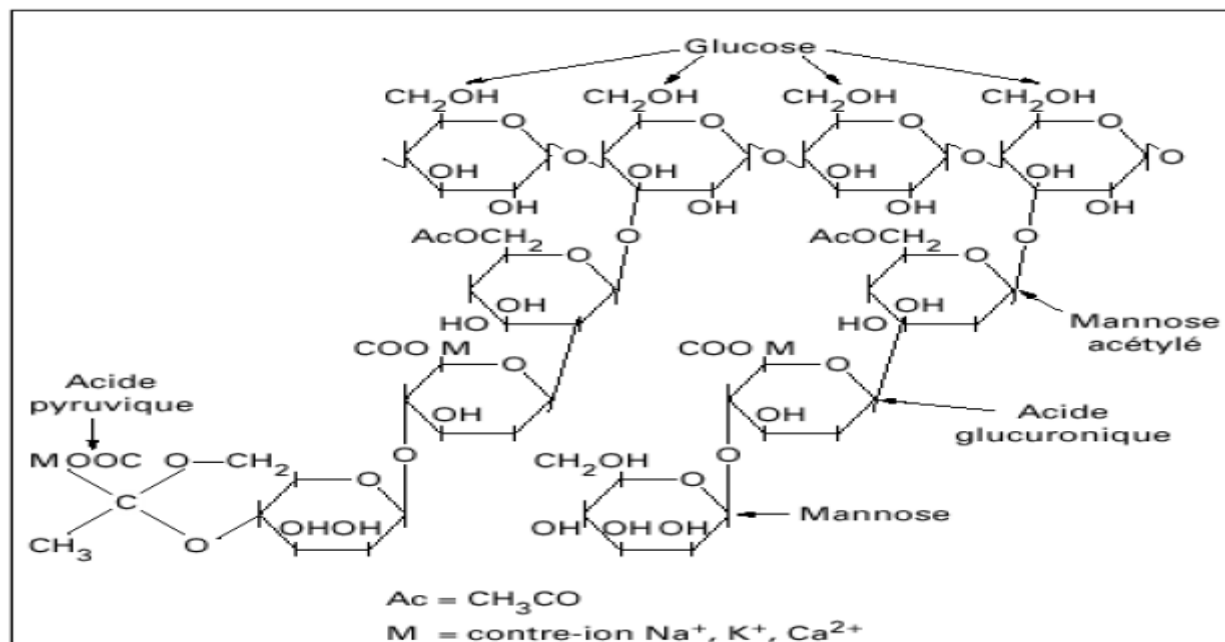


Figure III-4 : structure de la gomme de xanthane [32]

De point de vu rhéologique, le xanthane forme des solutions visqueuses qui sont fortement pseudo-plastique ou fluidifiantes par cisaillement et faiblement épaississante par cisaillement. Ce comportement est dû à la formation de structure en bobines qui s'agglomèrent étroitement entre elle à des faibles taux de cisaillement. Une conséquence importante de ce phénomène est que les solutions de polymère xanthane ont d'excellentes propriétés de suspension qui ne peuvent être comparées à d'autre polymères à des concentrations équivalentes.

En solution, la viscosité du polymère est dû aux interactions eau/polymère ou polymère/polymère ; suivant la température, la salinité et l'histoire de l'échantillon ; ils peuvent avoir trois conformations possibles. Les inconvénients de ce polymère qui limitent leur efficacité : colmatage des milieux poreux, dégradation thermique et microbienne.

III-5-2 Le polyacrylamide partiellement hydrolysé

Le PHPA est parmi les polymères les plus utilisés dans le domaine pétrolier et surtout le PHPA hydrolysé à 30%. C'est un polymère linéaire, anionique ou les chaines de polyacrylamide hydrolysés contiennent des groupes carboxyle et amide. Ils peuvent être préparés par polymérisation d'acrylamide et d'acrylate ou par hydrolyse de polyacrylamide. Le poids moléculaire et le rapport des groupes acides/amide peuvent varier.

Les polymères à poids moléculaire élevés avec environ 30% de groupes acides se sont révélés efficaces en tant qu'agents stabilisants des argiles sensibles à l'eau. Ils peuvent être aussi utilisés comme flocculant dans les fluides de forage d'eau claire lorsque les poids moléculaires dépassent 2 millions et que les groupes carboxyles représentent moins de 10% des groupes. Les substances à poids moléculaire intermédiaire (150 000 - 250 000 avec 60 à 70% de groupes acides) sont utilisées pour un contrôle efficace du filtrat. Dans les boues à faible quantité de solide, le PHPA agit avec les concentrations minimales de la bentonite pour lier les particules ensemble et pour améliorer la rhéologie sans augmentation de la charge des solides colloïdaux [33]. Ses inconvénients sont dus à la contamination par les solides et n'a pas la bonne stabilité thermique [34].

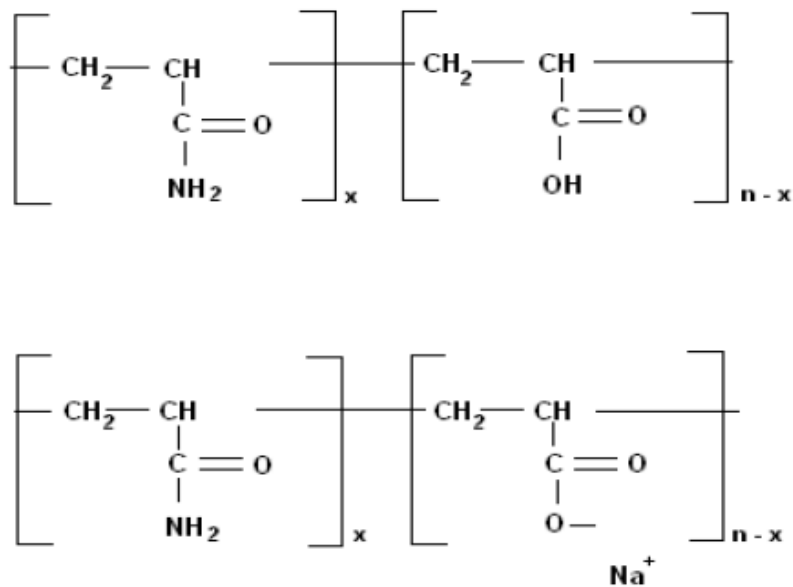


Figure III-5 : structure chimique du polyacrylamide partiellement hydrolysé et sa forme de sel de sodium correspondante [35]

III-5-3 Les cellulose polyanioniques(PAC) et la carboxyméthylcellulose (CMC)

La première utilisation de la CMC dans divers fluides de forage à base d'eau a été en 1947 comme réducteur de filtrat et viscosifiant. La molécule de base a été synthétisée en 1930 en Allemagne durant la première guerre mondiale. Pour assurer l'inhibition des argiles le caractère anionique

des molécules a été changé et par conséquent il a eu l'apparition des celluloses polyanioniques (PAC) dans les fluides de forage à base d'eau.

La CMC est un polymère anionique linéaire à base de cellulose partiellement greffé par des groupes $-OCH_2COO^-$ (Figure) ; selon un certain degré de substitution (DS).

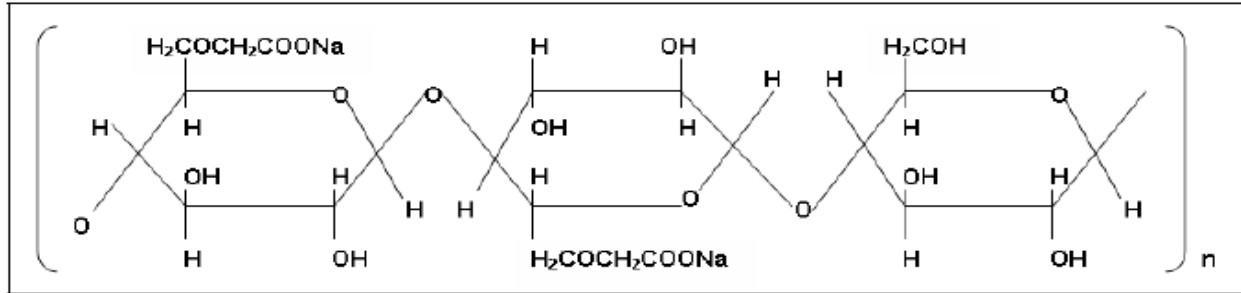
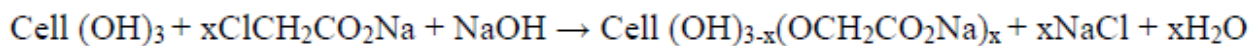


Figure III-6 : structure chimique de la CMC

Mode d'obtention

La CMC est préparée par modification chimique de la cellulose naturelle. Cette dernière est insoluble dans l'eau même en solution diluée parce que les atomes d'hydrogènes des groupements hydroxyles forment des liaisons intra et intermoléculaires qui rendent impossible la dissociation des chaînes. Cependant, l'éthérification (carboxymethylation) partielle apporte un groupement chargé $-OCH_2COO^-Na^+$; et confère un caractère de polyélectrolyte au polymère. La substitution écarte les chaînes ; affaiblissant les interactions et rend la molécule soluble dans l'eau, et cela par l'obtention des dérivés de type carboxymethylcellulose :



Avec x : le degré de substitution du produit.

Le polyanionique de cellulose est employé comme réducteur de filtrat dans les boues à base d'eau douce et à d'eau de mer, mais il agit également comme viscosifiant. Il est disponible dans les grandes et faibles viscosité en donnant le même degré de réduction de filtrat et différents degrés de viscosité. la stabilité thermique du PAC est environ $149^\circ C$, et il ne présente pas une dégradation bactérienne [36].

III-5-4 Le glycol

Dans le domaine des boues de forage, le polyéthylène glycol(PEG) ou polyglycol(PG) définit comme un ensemble de composés à base de glycol ou de glycol. La première utilisation dans ce domaine été en 1940 par Canon pour le contrôle du gonflement des argiles.

Actuellement, les poly-glycérols et les poly-glycols sont généralement utilisé pour le forage des argiles.

III-6 Relations entre les fonctions des polymères et leurs structures générales

Tableau III-2 : Caractéristiques et fonctions de différents polymères.

Fonction	Caractéristiques principales
Viscosité	Poids moléculaire élevé
Caractéristiques de viscosité et de gélation	Poids moléculaire élevé et structure à haut agent de ramification ou réticulation
Viscosité dans des solutions salées	Poids moléculaire élevé et types non-ioniques ou anioniques à haute substitution
Défloculation, dispersion, ou fluidification	Poids moléculaire faible, chargé négativement à des valeurs de pH alcalines
Floculation	Poids moléculaire élevé avec groupes chargés pour adsorption aux argiles
Surfactant	Groupe hydrophobe et groupes hydrophiles sur la même molécule
Additif de filtrat	particules à forme colloïdale.

III-7 Mode d'action des polymères avec les particules argileuses

Les polymères classés comme polysaccharides représentent le groupe le plus utilisé dans les fluides de forage. L'unité de base est le glucose qui contient seulement des atomes de Carbone, Hydrogène et Oxygène.

Le type et la nature des polymères conditionnent leur action en tant que viscosifiant ou réducteur de filtrat :

➤ **Viscosité ou fluidification**

Dans les systèmes argileux, les polymères réagissent par les charges négatives sur les particules qui présentent des charges positives.

L'utilisation de polymères comme le xanthane qui présente des conformations en bateau menant à l'enchevêtrement de ses molécules et formant ainsi une couche rigide et visqueuse. de même que le polymère de type PHPA va engendrer par effet de masse (masse moléculaire élevée) un épais film visqueux.

➤ **Mécanisme de réduction de filtrat**

Il est lié à la présence de particules colloïdales comme celles de l'amidon qui se compriment et bouchent les pores du cake empêchant la filtration. Par ailleurs, les molécules du PAC ou CMC déflocculent les particules de bentonite formant un cake tassé ayant une couche mince imperméable. [37]

Chapitre IV

IV-1 purification de la bentonite

La bentonite utilisée dans cette méthode provient du gisement de Maghnia, contient des impuretés. Le but de ce traitement consiste à débarrasser tous les impuretés.

Avant de commencer, la bentonite a passé par un traitement physique (concassage, broyage, ... ect).

Mode opératoire

Nous avons mis 100gr de bentonite naturelle dans l'eau distillée sous une agitation de 20 minutes, puis la solution obtenue est laissée en repos pour une sédimentation complète de la bentonite et la séparée de l'eau de lavage.

La fraction récupérée est mise dans une solution de HCl (0,05 mol/l) sous une agitation pendant 4 heures afin de détruire les carbonates dans les particules d'argile, ensuite la solution a été filtrée.

Le solide récupéré est dispersé dans un litre d'eau oxygéné (H_2O_2 :10 volumes) pendant 8 heures à l'aide d'une agitation mécanique ; puis nous avons chauffé à 70°C pendant 30min afin d'éliminer la matière organique [38].

Le solide est récupéré à nouveau puis séché à l'aire libre et broyé à l'aide d'un mortier puis tamisé afin d'obtenir une poudre homogène (**figureIV-1**).

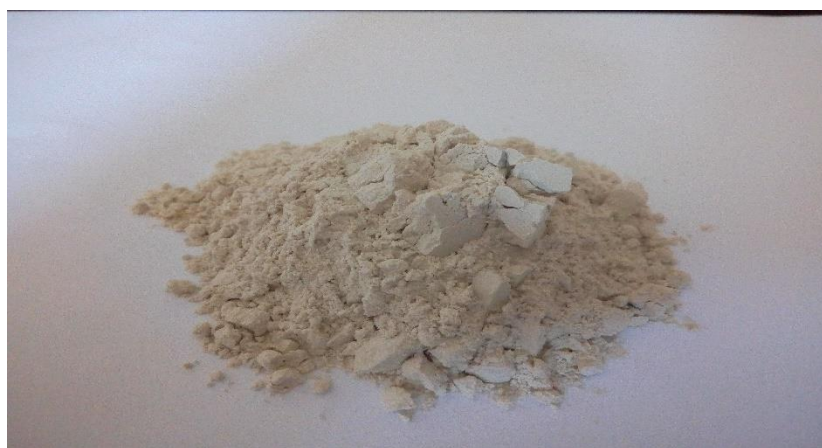


Figure IV-1 : représente la bentonite purifiée Bn.p

IV-2 Techniques de caractérisation**IV-2-1 Diffraction par rayons X****Principe d'analyse**

Les échantillons solides finement broyés, sont montés sur des portes échantillons adéquats, puis soumis à un faisceau des rayons X (bombardement) pour être diffractés par les plans réticulaires des phases cristallines présentes ; En effet il existe une relation entre l'angle du faisceau diffracté et la distance réticulaire séparant les plans d'atomes au sein d'un réseau cristallin ; Celle-ci est régie par la loi de Bragg :

$$n\lambda = 2 d_{hkl} \sin\theta$$

Où :

d_{hkl} : la distance entre 2 plans d'indice de Miller en Å.

θ : angle de Bragg en rad.

λ : la longueur d'onde du faisceau de rayon X utilisé en Å.

IV-2-2 Analyse par Fluorescence des Rayon X

La fluorescence X est une propriété spectrale es atomes exploitée couramment en analyse pour obtenir des renseignements qualitatifs ou quantitatifs sur la composition élémentaire de toute sorte de mélange.

Principe d'analyse

En spectrométrie de fluorescence X, les sources de rayonnements X habituellement utilisées sont les tubes à rayon X ou les sources radioactives. Du fait de leur énergie importante ; les photons X émis par un tube ont la capacité d'arracher des électrons situés sur les couches proches du noyau des atomes. L'atome alors ionisé va tendre à revenir à l'état d'équilibre : un électron d'une couche plus extrême va venir combler la lacune laissée par l'électron qui a été éjecté. Cette transition électronique s'accompagne d'une libération d'énergie sous forme d'un photon X d'énergie caractéristique de l'atome.

IV-2-3 Granulométrie à diffraction laser

La granulométrie laser est une technique basée sur la diffraction de la lumière.

Principe

Elle s'appuie sur 02 théories :

- Théorie de Fraunhofer considère des particules sphériques, non poreuses et non opaques ; ces particules ont un diamètre supérieur à la longueur d'onde. Lorsqu'un faisceau laser éclaire une particule on observe des franges de diffraction. Selon Fraunhofer, l'intensité du rayonnement diffracté et l'angle de diffraction sont en fonction de la taille des particules est grosse, plus elle dévie de lumière et plus l'angle de déviation par rapport à la propagation sera faible.
- Théorie de Mie : consiste aux particules ayant un diamètre inférieur à la longueur d'onde. On suppose que le faisceau est non seulement diffracté par les particules, mais qu'il est également réfléchi et diffusé. La lumière va se propager jusqu'à ce qu'il y ait une variation dans l'indice de réfraction du milieu de propagation.

Cette variation va créer une réfraction du faisceau monochromatique, le laser arrivera sur le détecteur en ayant subi plusieurs variations de sa direction de propagation. Par conséquent, la théorie de Mi nécessite une connaissance des propriétés optiques des particules et du milieu de dispersion.

IV-2-4 Microscopie électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique puissante d'observation de la topographie des surfaces. Cette technique est fondée principalement sur la détection des électrons secondaires émergents de la surface sous l'impact d'un très fin pinceau d'électrons primaires qui balaye la surface observée. Elle permet d'obtenir des images avec un pouvoir séparateur souvent inférieur à 5nm et une grande profondeur de champ. Les différentes parties de l'instrument sont décrites : les sources d'électrons, la colonne électronique et les différents détecteurs.

IV-3 Formulations préparées :

On a préparé 3 solutions à base de polyacrylamide dilué dans l'eau à différentes concentrations suivant le tableau suivant :

Tableau IV-1 : formulations PAM diluées dans l'eau.

Formulations	F1	F2	F3
PAM (%)	0,6	1,2	2
Volume H ₂ O	1000 ml		

Pour étudier le comportement rhéologique de ces 3 formulations, on les caractérise par le rhéomètre à différentes températures (ambiante, 40°C, 60°C). La solution F3 a présenté un comportement rhéofluidifiant (en augmentant le taux de cisaillement, la viscosité diminue)

Le polyacrylamide a subi plusieurs modifications qui sont représentées dans les tableaux suivants :

Tableau IV-2 : formulations PAM modifiées par KCl

Formulations	K1	K2	K3
KCl(%)	1	3	5

Tableau IV-3 : formulations PAM modifiées par NaCl

Formulations	N1	N2	N3
NaCl(%)	1	3	5

Tableau IV-4 : formulations PAM modifiées par ZnCl_2

Formulations	Z1	Z2	Z3
$\text{ZnCl}_2(\%)$	1	3	5

- Autre série de formulations consiste à incorporer la bentonite purifiée à différentes concentrations avec le polyacrylamide à température ambiante (tableau IV-5) :

Tableau IV-5 : formulation de PAM modifiée par la bentonite purifiée.

Formulations	Bn1	Bn2	Bn3
bentonite purifiée(%)	10	20	30

VI-4 Tests et matériels

Rhéologie et étude de conformité

IV-4-1 Viscosimètre ofite modèle 900

C'est un appareil normalisé par l'API à cylindre coaxial true Couette, à 12 vitesses (600,300,200,100,60,30,20,10,6,3,2 et 1 tr/min), le rotor est entraîné par un moteur électrique.

Mode d'emploi

Prendre la boue et l'agiter pendant 5 min à l'aide d'un agitateur, puis remplir le godet du viscosimètre. Immerger les cylindres coaxiaux (l'appareil est muni d'un système de coulisse avec une mollette de blocage) jusqu'à ce que le trait repère du rotor affleure la surface de la boue. Faire tourner le rotor à 600 tr/min. Lire la déviation sur le cadran.

Sans arrêter l'entraînement du rotor, régler la vitesse de rotation à 3000 tr/min. lire la déviation de la graduation. Faire le même pour les autres vitesses.

IV-4-2 Filtre presse API**Définition**

Une des propriétés importantes de la boue de forage est le taux de filtration ou le filtrat qui donne une indication de la perte de fluide subie sous une pression donnée en fonction de la formation préalable et sur la quantité de cake déposé sur les parois de la formation préalable. Les filtre-presses sont des instruments qui répondent aux spécifications de l'API pour la mesure de la filtration, la pression de gaz qui est de 7 bar (100 psi) est fournie par une source d'azote.

Le principe de fonctionnement

La procédure opératoire de l'essai de filtration est la suivante :

- Assembler les parties du filtre-presses après les avoir nettoyées et séchées au moyen de papier sec : le joint caoutchouc, le tamis, le papier filtre puis le joint caoutchouc au-dessus
- Fixer l'embase au cylindre ;
- Remplir le réservoir de boue jusqu'à environ 1 cm du bord supérieur ;
- Monter le couvercle muni de son joint caoutchouc, placer l'ensemble dans la boîte et visser à l'aide du volant ;
- Disposer une éprouvette graduée sous l'ajutage du filtre-presses ;
- Appliquer une pression de 7 bar en déclenchant le chronomètre lire le volume d'eau recueilli dans l'éprouvette après 30 min de filtration (le volume s'exprime en centimètres cubes) (figure IV-2)
- Purger le circuit du gaz comprimé, démonter l'appareil et recueillir le papier-filtre qui est recouvert d'une couche d'un solide « le cake ». Après un lavage superficiel mesurer l'épaisseur de ce cake, exprimer en millimètre.

Détermination du filtrat

Le calcul du volume de filtrat est : volume filtrat, $\text{cm}^3 = 2 V_c$

Où V_c = volume de filtrat collecté entre 7,5 et 30 min.

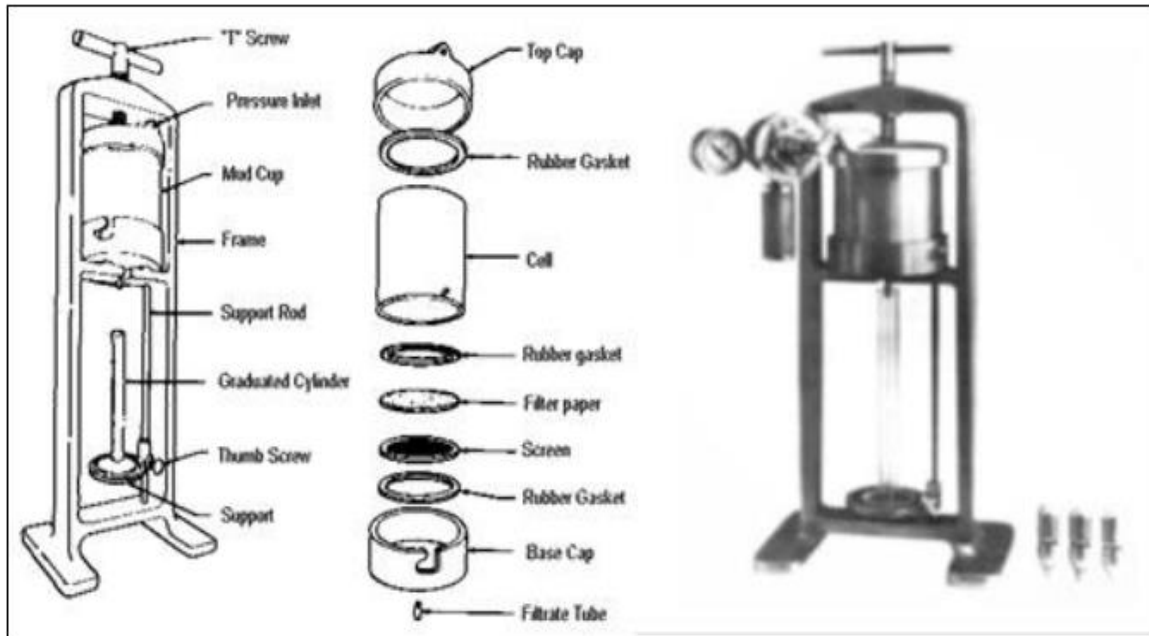


Figure IV-2 : filtre-presse API

IV-4-3 Test de solubilité

La solubilité est la quantité maximale d'un soluté qui peut se dissoudre dans un volume de solvant jusqu'à l'obtention d'une solution saturée. À une température donnée cette dernière est influencée par d'autres facteurs :

- La structure du composé.
- La nature du solvant.

IV-4-4 pH

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

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

Le pH est mesuré :

- Soit par une méthode calorimétrie (papier pH ou indicateurs colorés) ;
Soit par une méthode électrométrie (pH-mètre), au moyen d'électrode en verre.

IV-4-5 Test de vieillissement

Correspond à une évolution lente et irréversible d'une ou plusieurs propriétés du matériau dès la fin de cycle de fabrication. Cette évolution peut résulter des modifications structurales, il se traduit par une altération des propriétés fonctionnelles liées à une utilisation donnée

Les différents mécanismes responsables du vieillissement peuvent être des vieillissements physiques ou chimiques.

Chapitre V

V-1 caractérisation de la bentonite

V-1-1_Analyse par diffraction des rayons X

Une analyse par diffraction des rayons X a été utilisée pour identifier les phases minéralogiques qui constituent la bentonite naturelle et purifiée. Les résultats de l'analyse sont présentés dans le diffractogramme suivant :

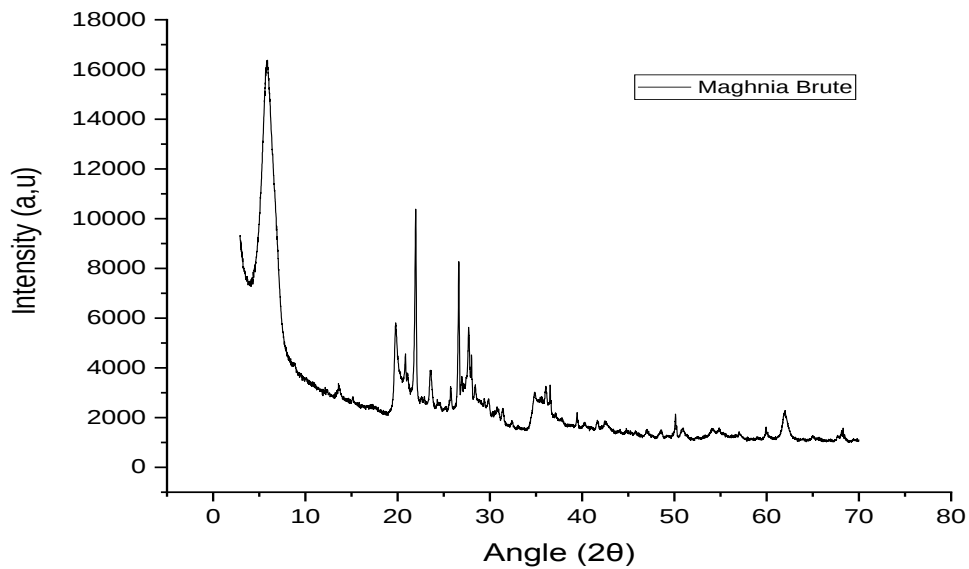


Figure V-1 : Diffractogramme DRX de la bentonite naturelle **Bn.1**.

L'étude de ce diffractogramme montre que les phases minérales présentes dans l'échantillon **Bn.1** sont :

- La montmorillonite caractérisée par un pic d'intensité élevée situé à ($d = 15,12 \text{ \AA}$, $2\theta = 5,84^\circ$).
- De la silice représentée par le quartz qui est caractérisé par un pic intense ($d = 3,88 \text{ \AA}$, $2\theta = 22,89^\circ$)
- Il présente aussi de la matière organique ($d = 4,26 \text{ \AA}$, $2\theta = 20,84^\circ$)
- Il présente aussi : albite, orthoclase et calcite. Ces derniers présentent en faible quantité.

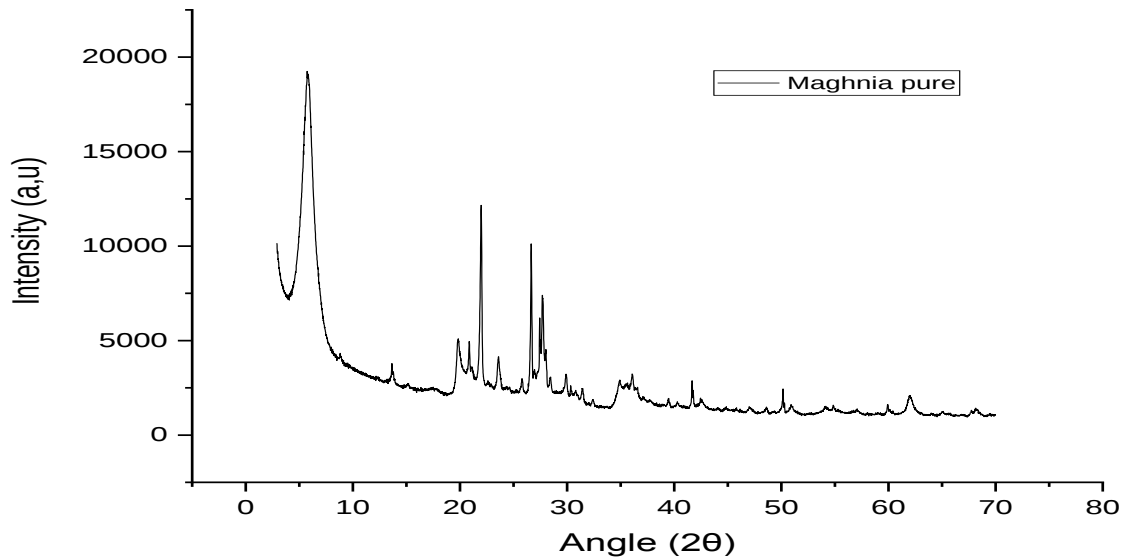


Figure V-2 : Diffractogramme DRX de la bentonite purifiée **Bn.p**.

L'étude de ce diffractogramme montre que les phases minérales présentes dans l'échantillon **Bn.p** sont :

- La montmorillonite caractérisée par un pic d'intensité plus élevée par rapport à celle de la bentonite brute situé à ($d=15,15\text{\AA}$, $2\theta=5,69^\circ$).
- De la silice représentée par le quartz qui est caractérisé par un pic intense ($d=4,04\text{\AA}$, $2\theta=21,99^\circ$)
- On observe une diminution de l'intensité du pic de la matière organique ce qui explique par l'élimination durant la purification.

V-1-2 Analyse par Fluorescence des rayons X

Le tableau ci-dessous représente la composition élémentaire des deux bentonite (brute et purifiée)

Tableau V-1 : la composition élémentaire de la bentonite brute et purifiée

éléments chimiques %											
Désignation	Na ₂ O	AlO ₃	SiO ₂	SO ₃	SrO	ZrO ₂	PbO	Cl	Nb ₂ O ₆	CaO	PAF
Argile brute	3,51	14,05	60,17	0,21	0,0065	0,0092	0,0096	0,30	0,0086	1,05	15,33
Argile purifiée	1,22	14,54	61,23	0,03	0,0057	0,0089	0,0091	0,08	0,0068	0,89	14,33

Interprétation

L'examen de ces résultats montre que le traitement de la bentonite par HCl et H₂O₂ a fait un changement dans les teneurs des éléments chimiques, on observe :

- Une diminution de la teneur en Na₂O qui passe de 3,51 pour la bentonite brute à 1,22 pour la bentonite purifiée.
- Une diminution du chlore dont la teneur est ramenée de 0,30 à 0,08 due à l'élimination du chlore durant la purification.
- Une diminution de la perte au feu (PAF) de la bentonite purifiée par rapport à la bentonite brute, ceci est due essentiellement à l'élimination de la matière organique lors de la purification.
- Ainsi qu'une diminution de la teneur de SO₃, SrO, ZrO₂, PbO, Nb₂O₆, CaO

V-1-3 granulométrie à diffraction laser

Les résultats du test de granulométrie laser est présentés dans la figure ci-dessous :

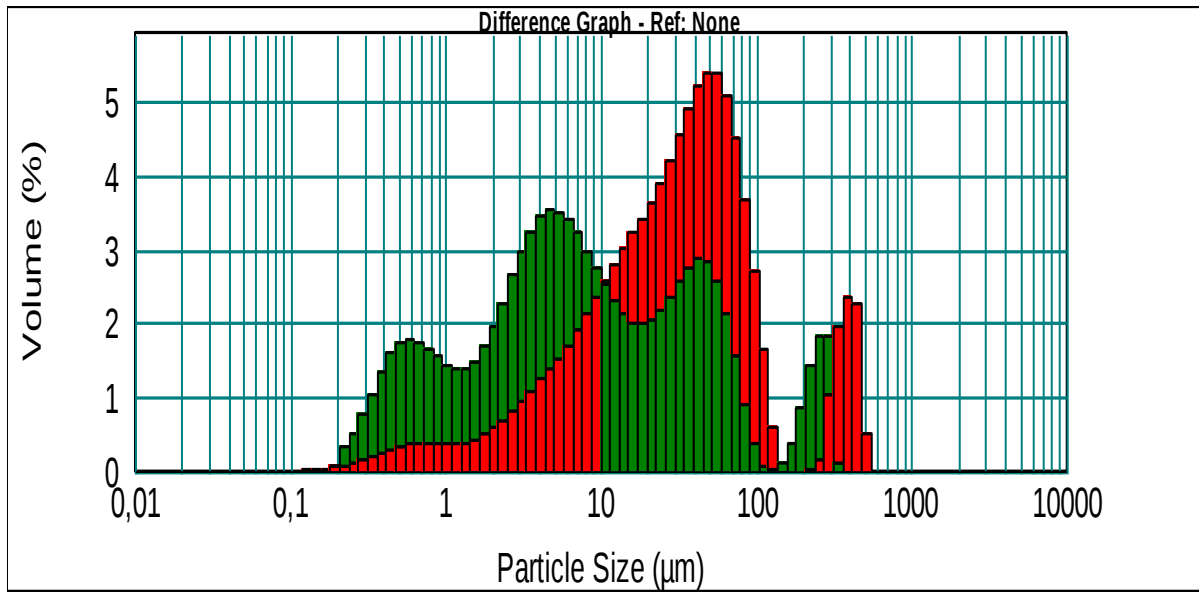


Figure V-3 : test de granulométrie de Bn.1 et Bn.p.

Où :

 : argile purifiée (Bn. p)

 : argile brute (Bn.1)

D'après les résultats de granulométrie laser, on observe :

- La taille des particules de la bentonite brute est d'environ 80µm.
- Par contre, la taille des particules de la bentonite purifiée a diminué est-elle atteinte environ 5 µm

V-1-4 Microscopie électronique à balayage

Dans cette étude on remarque que dans la bentonite brute il a la présence de la montmorillonite sous forme de feuillets.

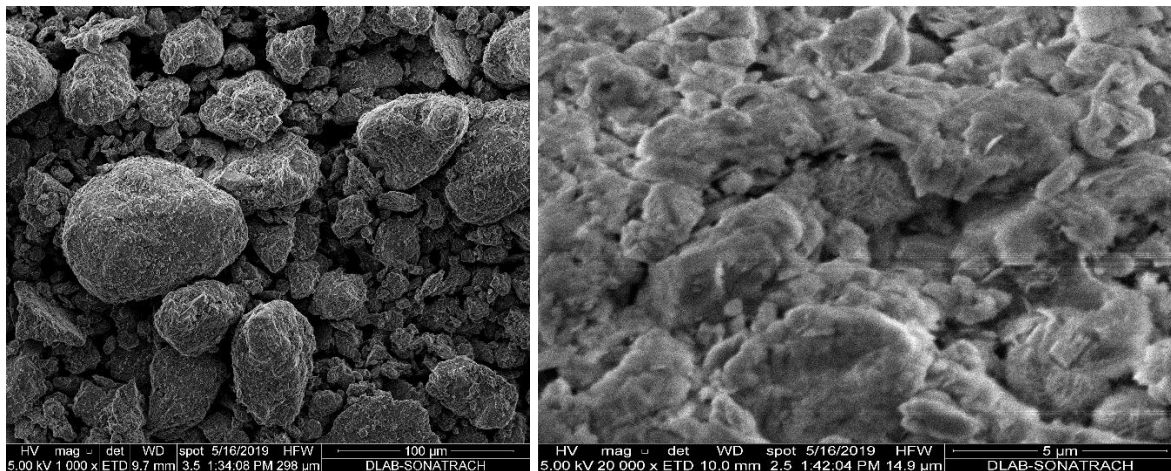


Figure V-4 : représente la bentonite brute(Bn.1) par MEB.

Au niveau de la bentonite purifiée on observe le quartz avec une surface lisse et une couleur plus claire ainsi que la montmorillonite.

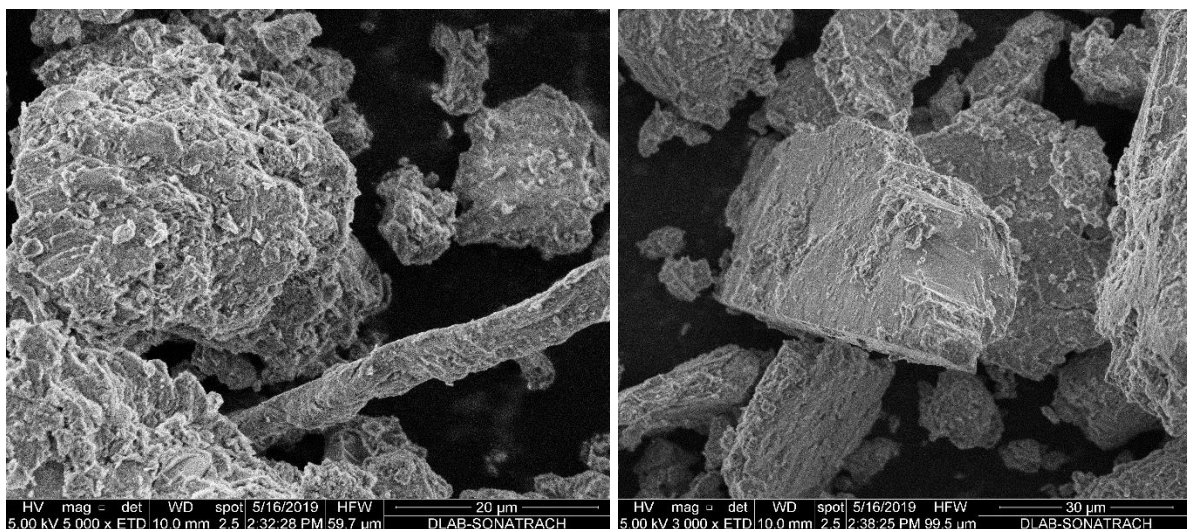


Figure V-5 : représente la bentonite purifiée par MEB.

V-2 Etude de conformité de la bentonite

Les essais de conformité de la bentonite de Maghnia brute et purifiée sont réalisés selon la norme API 13A SEC 4.

❖ Recommandation de la norme API 13A SEC 4

Pour la préparation de l'échantillon, une suspension de 22,5g de bentonite est dissoute dans 350ml d'eau distillée est vieillit à 24heures à température ambiante.

Les valeurs exigées après la détermination des paramètres rhéologiques et de filtration sont les suivantes :

- Le taux de cisaillement à 300 et 600 tr/min
- Volume de filtrat ;
- Le rapport (Y_p/V_p)
- La thixotropie.

• Bentonite brute (non traitée)

Tableau V-2 : test de conformité de la bentonite brute

Suspension	L300 (lb/100ft ²)	L600 (lb/100ft ²)	Vp(cP)	Yp (lb/100ft ²)	Volume filtrat(ml)	Gel0	Gel10	Yp/Vp
Bentonite brute	3.9	6.8	2.8	1	34	0.1	3.0	0.35

Reference :

Yp/Vp	Max 1.5
Vp	Min 10 Cp
Filtrat	Max 12.5 cm ³

Interprétation

Vu les résultats obtenus, montrent qu'en terme de Vp, filtrat et le rapport Yp/Vp qui sont respectivement 2,8. 34 et 0,35, la bentonite brute n'est pas conforme.

Vu que les valeurs du Gel0 et Gel 10 sont complètement différentes ; on peut dire que le comportement du fluide n'est pas thixotrope.

- Bentonite purifiée(traitée)**

Tableau V-3 : test de conformité de la bentonite purifiée

Suspension	L300 (lb/100ft2)	L600 (lb/100ft2)	Vp(cP)	Yp (lb/100ft2)	Volume filtrat(ml)	Gel0	Gel10	Yp/Vp
Bentonite purifiée	0.7	2.5	1.8	0.2	30	0.2	0.1	0.11

Référence

Yp/Vp	Max 3
Volume filtrat	Max 15 ml

Interprétation

Les résultats de test de conformité API montre qu'en terme de Yp/Vp et volume de filtrat qui sont respectivement 3 et 15 ; la bentonite purifiée n'est pas conforme. Par contre, les valeurs de Gel 0 et Gel 10 montrent que le fluide a un comportement thixotrope.

- Influence du polymère sur la bentonite purifiée**

Suspensions	L600	L300	Vp(cP)	Yp	Yp/Vp	Volume filtrat(ml)	Gel 0	Gel 10
Bn10g/l+ 2%PAM	137.3	92.8	42.9	46.2	1.07	12	2.7	2.7
Bn20g/l+ 2%PAM	140.1	102.5	50.9	55	1.08	12	3.5	3.6
Bn30g/l+ 2%PAM	177.7	119.0	55.8	59.6	1.08	11.2	4.2	4.8

Référence

Yp/Vp	Max 3
Volume filtrat	Max 15 ml

Interprétation

D'après les résultats obtenus on peut dire qu'après le dopage du polymère (polyacrylamide) à la bentonite purifiée avec plusieurs concentrations a donné des bons résultats en terme de rapport Y_p/V_p et volume de filtrat avec un cake mince d'environ 2mm.

Ce qui concerne la thixotropie, les trois formulations ont donné des bons résultats.

V-3 Etude rhéologique (voir annexe)**Etude de la rhéologie du polyacrylamide dilué dans l'eau**

Les allures suivantes représentent la contrainte et la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement, on remarque qu'en augmentant la vitesse de cisaillement ; la contrainte augmente proportionnellement ce qui explique une linéarité entre eux et cela est impliqué selon la relation suivante :

$$\tau = \eta \cdot \dot{\gamma}$$

On peut dire que les trois solutions préparées ont un comportement pseudo-plastique « rheofluidifiant » (diminution de la viscosité par l'augmentation de la vitesse de cisaillement avec une valeur optimale à 2%)

À l'échelle macroscopique, lorsque les chaînes moléculaires subissent une contrainte (force) ; elles se déforment selon la direction de cette force ce qui facilite son écoulement. Cette diminution de la viscosité dépend de la longueur des chaînes (plus les chaînes sont longues et enchevêtrées plus la déformation sera difficile).

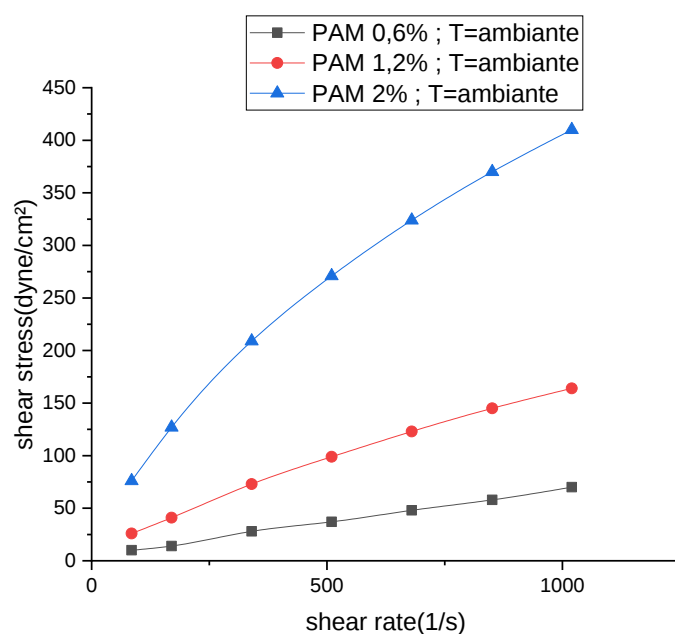


Figure V-6 : contrainte en fonction de la vitesse de cisaillement.

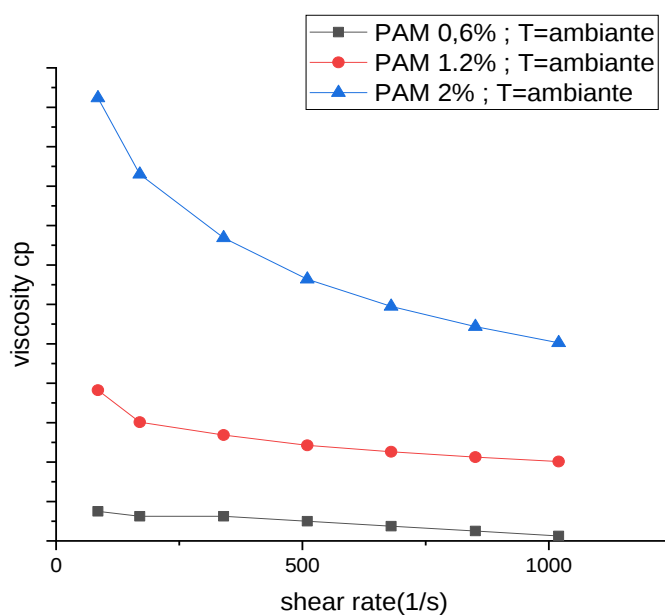


Figure V-7 : viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement.

Influence e la température

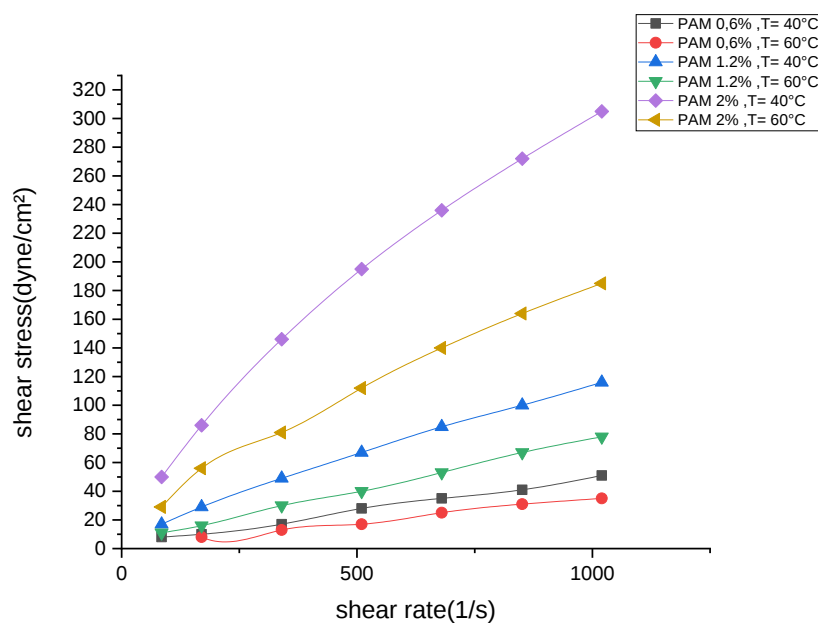


Figure V-8 : contrainte en fonction de la vitesse de cisaillement à différentes températures

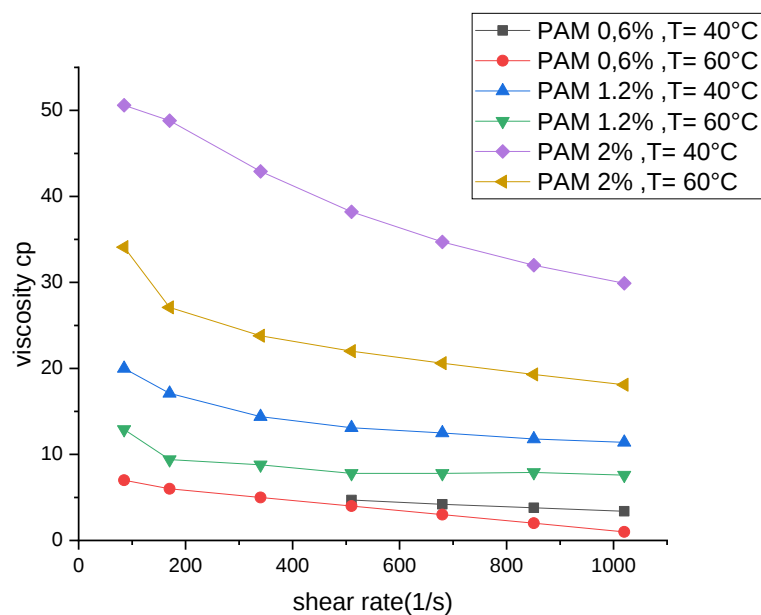


Figure V-9 : viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement à différentes températures

Les figures V-8 et V-9 représentent l'effet de la température sur les solutions de polyacrylamide diluées dans l'eau dont les températures sont 40°C et 60°C. On remarque que plus en augmentant la température plus la viscosité diminue, cela est expliqué par la dilatation des chaînes moléculaires lors du chauffage (cette dilatation est dû au mouvement intramoléculaire) à condition que cette augmentation de température ne doit pas dépasser la température de décomposition du polymère (diminution de la viscosité avec coupure de chaîne)

Influence de la température et l'incorporation du KCl avec différentes concentrations sur le polymère

Les figures ci-dessous représentent respectivement la contrainte et la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement de la solution de polyacrylamide à 2% modifiée par KCl.

On remarque que l'incorporation du KCl avec l'augmentation de sa concentration ainsi que l'augmentation de la température ont diminué la viscosité et cela est dû à la bonne solubilité du KCl dans la solution.

L'effet du KCl a changé la structure moléculaire du polymère par la présence du potassium ce qui rend le mélange moins visqueux. Dans la partie précédente on a confirmé que la décroissance de la viscosité dans les polymères pseudo-plastiques est influencée par l'augmentation de la température.

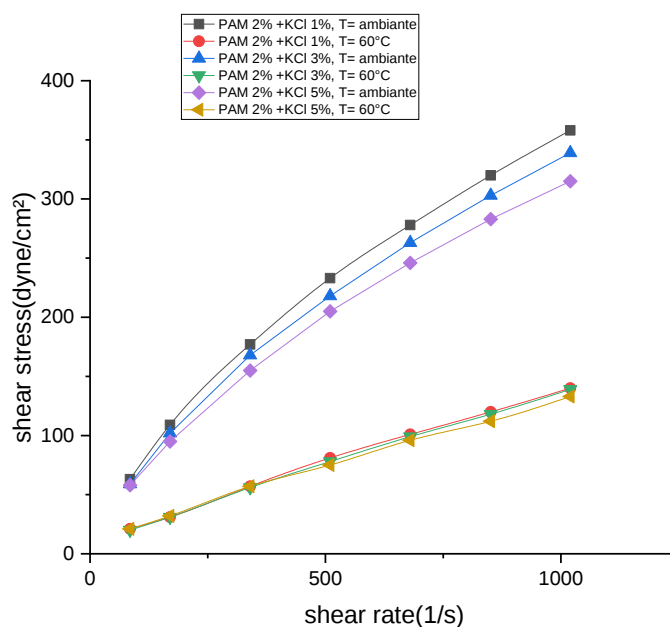


Figure V-10 : contrainte en fonction de la vitesse de cisaillement à différentes températures

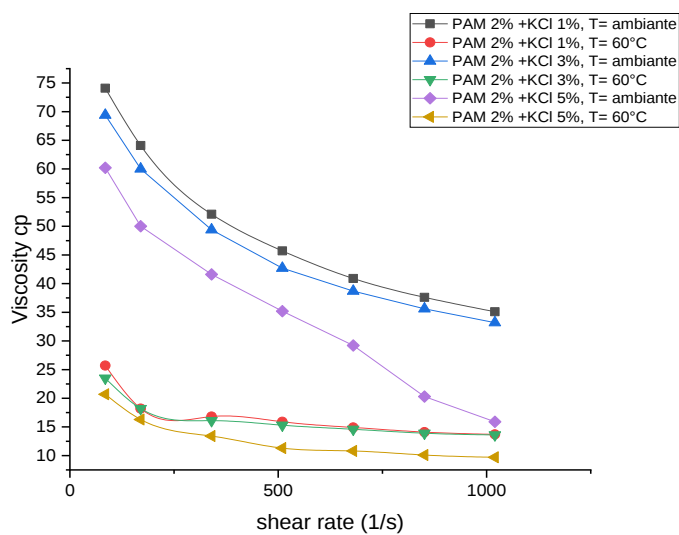


Figure V-11 : viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement à différentes températures

Influence de la température et l'incorporation du NaCl avec différentes concentrations sur le polymère

Les figure ci-dessous représentent la contrainte et la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement de la solution de polyacrylamide modifiée par NaCl dans différentes températures.

On remarque une diminution de la contrainte de cisaillement (diminution de la viscosité en augmentant le taux de cisaillement)

A température ambiante la décroissance de la viscosité est importante en augmentant la concentration du NaCl et cela est dû au bon mélangeage du NaCl dans la solution, par contre à 60°C presque toutes les concentrations ont la même courbe d'écoulement. Ceci est dû à l'effet de la température ainsi que le polymère contient déjà le sodium dont il rend moins efficace [39].

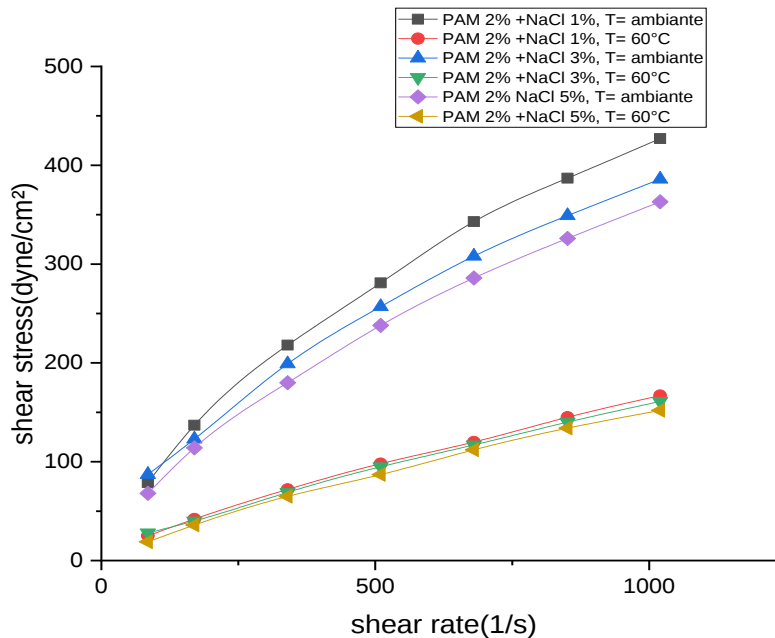


Figure V-12 : contrainte en fonction de la vitesse de cisaillement à différentes températures

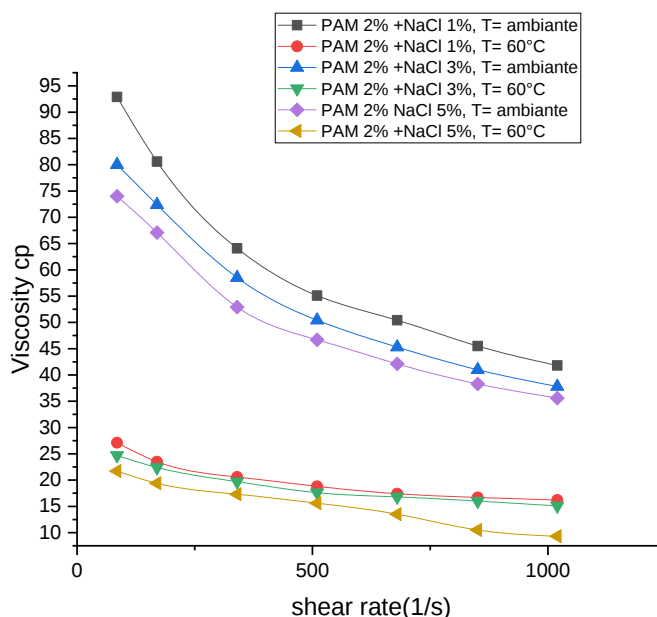


Figure V-13 : viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement à différentes températures

Influence de la température et l'incorporation du ZnCl_2 avec différentes concentrations sur le polymère

Les figures V-14 et V-15 représentent la contrainte et la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement de la solution de polyacrylamide modifiée par ZnCl_2 dans différentes températures.

On observe que l'ajout de ZnCl_2 à différentes concentrations a diminué d'une façon remarquable la contrainte de cisaillement ce qui a entraîné une diminution de la viscosité ; cela est dû à l'efficacité de ce composé en tenant compte la présence de zinc dans les chaînes moléculaires.

Plus on augmente la concentration du sel plus la force électrostatique augmente ce qui provoque une séparation de chaîne (réorganisation des chaînes moléculaires), dont il rend le mélange plus fluide.

L'augmentation de la température a favorisé la diminution de la viscosité car le mélange est pseudo-plastique. [3]

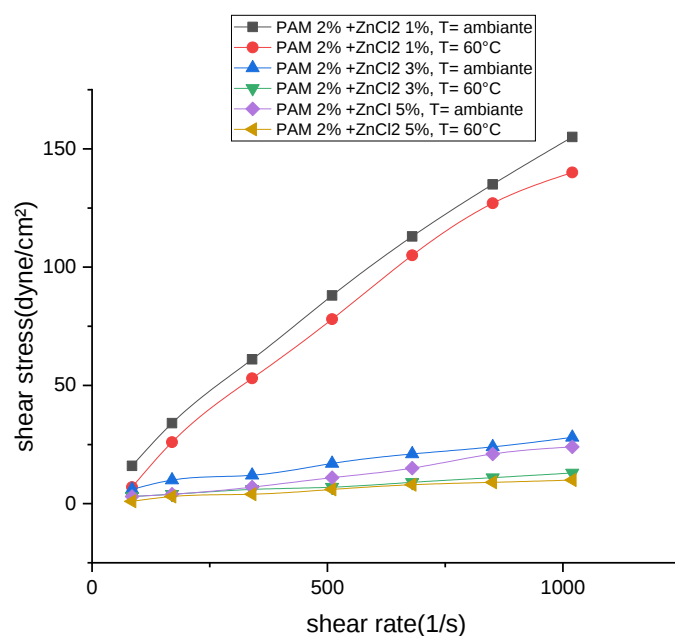


Figure V-14 : contrainte en fonction de la vitesse de cisaillement à différentes températures

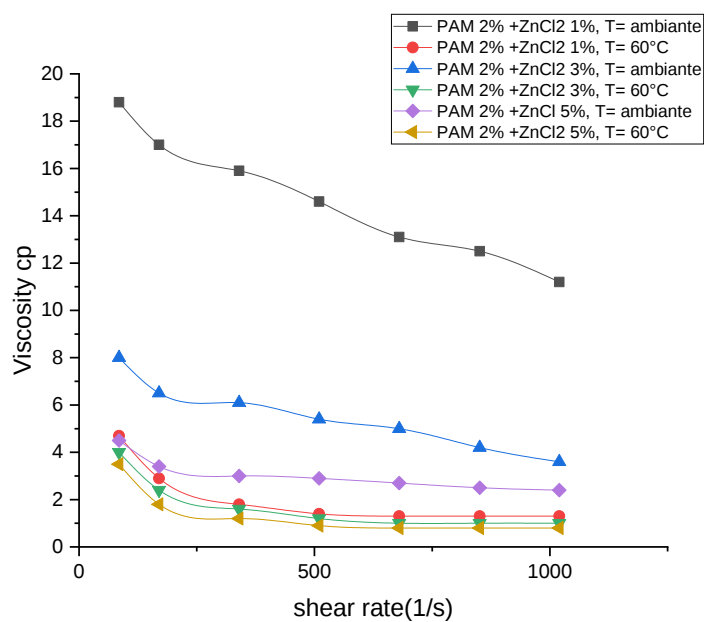


Figure V-15 : viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement à différentes températures

Influence de la bentonite sur le polymère

Les figures ci-dessous représentent la contrainte et la viscosité de polyacrylamide modifié par la bentonite purifiée en variant sa concentration (10,20,30 g/l) mesuré à température ambiante.

On observe que la contrainte de cisaillement augmente en augmentant la concentration de la bentonite. Ainsi qu'une diminution de la viscosité ceci montre aussi que le mélange est pseudo-plastique. La raison de cette diminution est que la bentonite a pu encapsuler le polymère vu sa masse moléculaire élevée.

Comparons la viscosité du polyacrylamide sans bentonite et avec bentonite ; on remarque que la viscosité du polymère augmente en présence de la bentonite purifiée ce qui explique que le polymère joue un rôle d'un viscosifiant en présence de la bentonite.

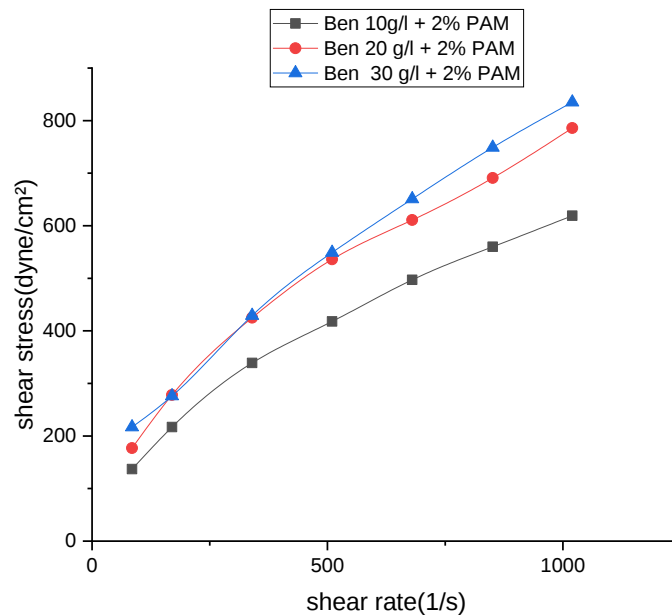


Figure V-16 : contrainte en fonction de la vitesse de cisaillement

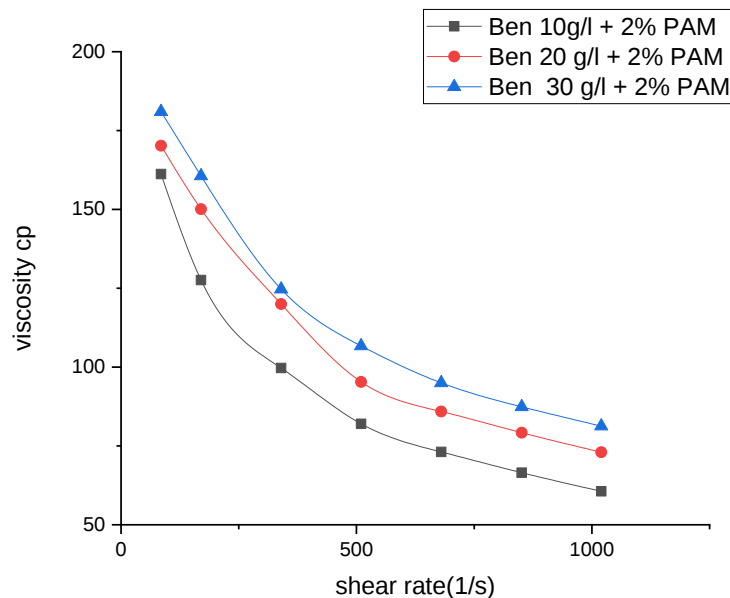


Figure V-17 : viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement

V-4 la solubilité

On prend un volume de 60 ml d'eau distillée et on verse à chaque fois une quantité de polymère sous une agitation jusqu'à la saturation. La concentration maximale du polymère ajouté est de $[C_{\text{polymere}}]=73 \text{ g/l}$

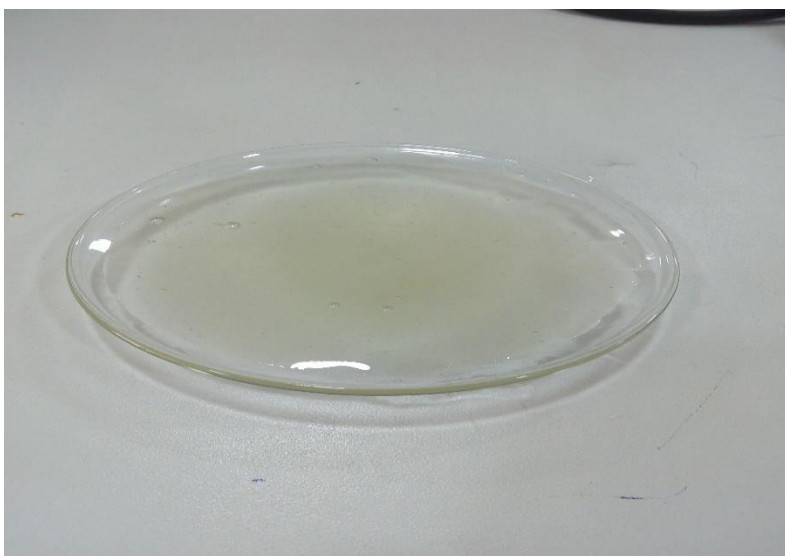


Figure V-18 : test de solubilité de polymère.

V-5 la variation du pH en fonction du temps

Dans des travaux précédents ont montré que le pH d'une solution de PAM dilué dans l'eau varie en augmentant la concentration du polymère.

Dans le cas où le polymère est modifié par KCl et NaCl ; ils ont constaté que la variation du pH en présence du NaCl est moins importante que celle de KCl est cela est dû à la présence du Na^+ [39]

La figure V-19 présente la variation du pH en fonction du temps de la solution de polyacrylamide modifiée par ZnCl_2 . On remarque que l'incorporation du ZnCl_2 n'a pas une grande influence sur le polymère est cela est dû à la présence du Zn^{+2}

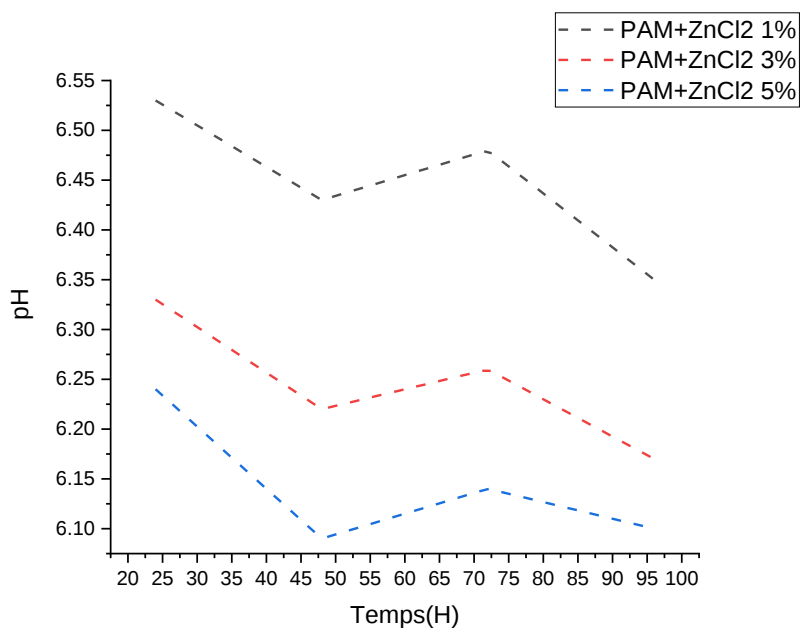


Figure V-19 : pH en fonction du temps.

V-6 Test de vieillissement

Les figures ci-dessous représentent les observations du test de vieillissement du polymère incorporé avec du KCl et ZnCl_2 à différentes concentrations. Ce test a été fait dans une étuve dont les températures sont de 110°C et 150°C .

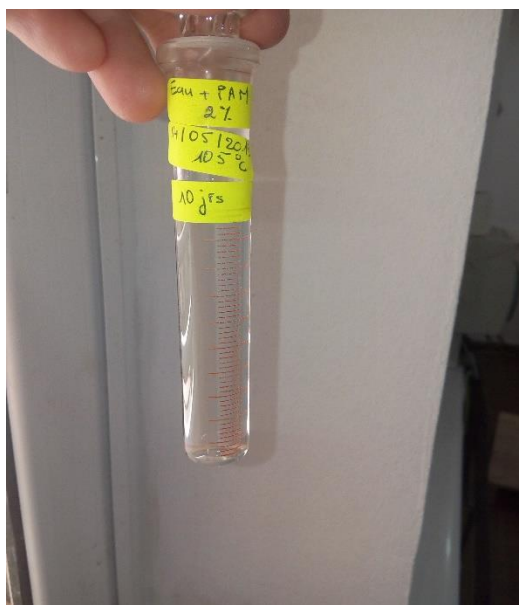


Figure V-20 : solution de PAM+eau avant vieillissement (solution transparente)



Figure V-21 : après 24h dans l'étuve à 110°C (changement de couleur du transparent vers le marron clair et cela dû à L'augmentation de la température)



Figure V-22 : après 72h dans l'étuve à 150°C (Évaporation totale de l'eau+ précipitation
Du polymère avec une couleur opaque).

- Effet de la température et le KCl sur le vieillissement du polymère

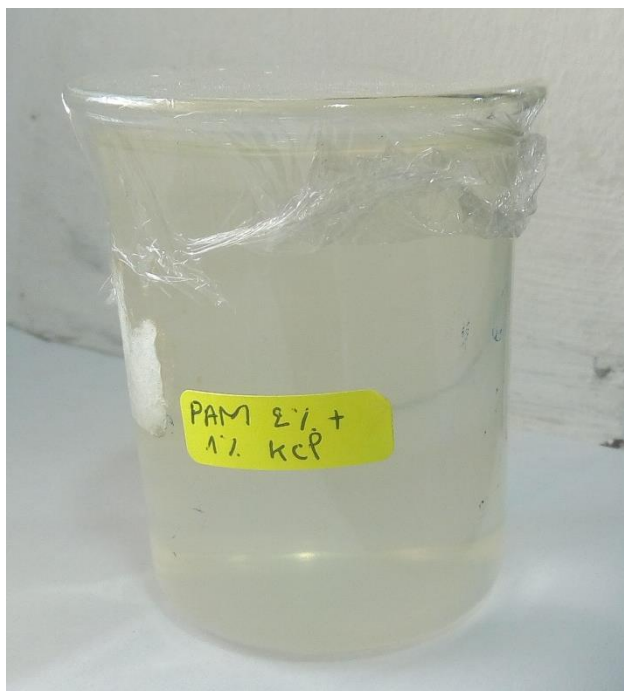


Figure V-23 : solution (2%PAM+1%KCl) avant le vieillissement : solution transparente.



Figure V-24 : après 48h à 110°C (changement de couleur du transparent vers le brunâtre dû à la présence des ions de Na^+ et K^+ dans la solution ainsi que l'effet de la température élevée).



Figure V-25 : après 72h dans l'étuve à 150°C (évaporation totale de l'eau+ précipitation du polymère avec une opacité du couleur)

- Effet de la température et le ZnCl_2 sur le vieillissement du polymère

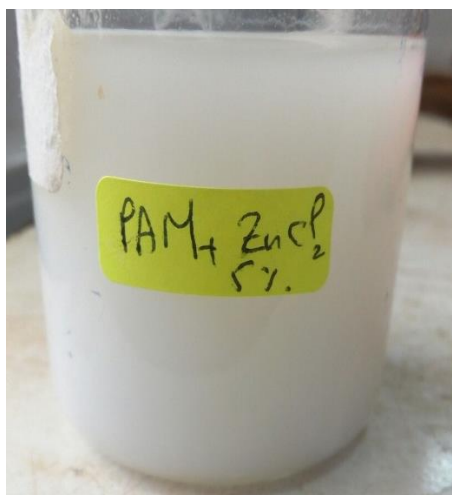


Figure V-26 : solution PAM+ ZnCl_2 avant vieillissement (solution blanche)

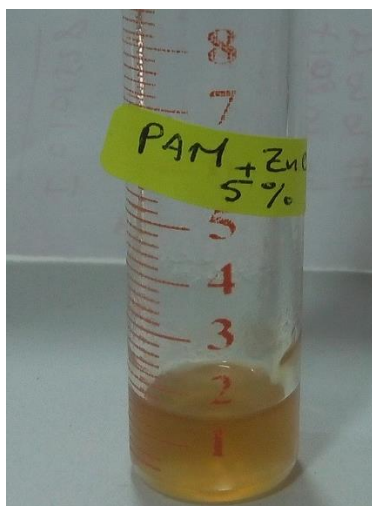


Figure V-27 : après 24h à 110°C : diminution du volume de la solution avec un changement de couleur du blanc vers le marron



Figure V-28 : après 48h à 150°C : la solution de polymère devient opaque à cause de la température élevée

Conclusion générale

Ce travail a pour le but d'élaborer et caractériser la bentonite purifiée pour l'utilisation dans les formulations à base de polyacrylamide pour une étude de conformité et optimisation des paramètres rhéologiques appliquées dans les boues de forage.

- La purification de la bentonite est faite à partir de la bentonite naturelle de Maghnia en suivant le traitement par l'acide chloridrique et l'eau oxygéné. Les méthodes de caractérisation de cette dernière montrent que le traitement de la bentonite a été bien fait.
- Pour l'étude rhéologiques, la bentonite naturelle et purifiée doivent être tester pour voir leur conformité. A partir du test de conformité recommandé par la norme API : les bentonites de base ne sont pas conformes, pour cela elles doivent avoir des modifications par l'ajout des additifs afin d'améliorer leurs propriétés telles que la densité, la filtration et la viscosité.
- Les formulations préparées à partir de la bentonite purifiée en ajoutant le polyacrylamide ont donné des bons résultats de conformité. L'ajout du polymère a amélioré la viscosité ainsi que le volume de filtrat avec un cake mince. On peut dire que le polyacrylamide a joué le rôle d'un viscosifiant et réducteur de filtrat.
- Les tests rhéologiques ont confirmé le comportement pseudo-plastique de toutes les formulations et l'effet d'incorporer les sels et la bentonite sur le comportement et la réaction de polyacrylamide à différentes conditions comme la température.
- Les résultats du test de solubilité ont confirmé la quantité maximale absorbée par le polyacrylamide afin d'éviter les phénomènes d'agréation, gélification.
- Le test de vieillissement a montré que toutes les formulations sont stables jusqu'à 150°C.

Bibliographie

Références bibliographiques

- [1] T. Yanaki, T. Norisuye & A. Teramoto, «Cholesteric Mesophase in Aqueous Solutions of a Triple Helical Polysaccharide Sceleroglucan», polymer journal,16(2),165-17,1984
- [2] A. Amadou, « Contribution à la Surveillance d'un Processus de Forage Pétrolier », Ecole Nationale Supérieure d'arts et Métiers, Paris Tech Institut des Sciences,2010
- [3] M. Khodja, « Etude des Performances et Considération Environnementale », thèse de Doctorat, Institut Nationale Polytechnique de Toulouse, 2008
- [4] S. Boughendja, F. Berriah, « Effet de la Contamination sur les Propriétés Physico-Chimiques des Fluides de Forage », Mémoire de Master,2016
- [5] J.P. Wauquier, « Pétrole brut ; produits pétroliers »,1994
- [6] M. Ouggad, R. Mouane, « Etude des Fluides de Forage dans le Forage Vertical », Mémoire de Master, Université de Ouargla,2012
- [7] Forage Rotary, « La Boue de Forage », Edition Technip,1972
- [8] Caenn R., Chillingar G.V., « Drilling fluids: state of the art », journal of petroleum science and engineering 14,1996,221-230
- [9] Landriot G., « fluide de forage », Edition technip 1968
- [10] Adam T., Bourgoyne Jr, et al., « applied drilling engineering », SPE textbook series, vol 2,1991, pp.44
- [11] R. Benseghier, « Traitement des Cuttings de Forage de Hassi Messaoud avec des Solutions Tensioactifs », Mémoire d'Ingénieur d'Etat, Ecole Nationale Supérieure Polytechnique-El Harrach,2009
- [12] Michael J. Economides et al., « Petroleum Well construction », Edition John Wiley & Sons, pp.199-204,1988
- [13] Caillère S., Henin S. et Rautureau M., « Minéralogie des argiles : Classification et nomenclature » (Tome 2), Ed. Masson, pp. 9, 107 et 114, Paris,1982
- [14] Caillère S., Henin S. « Minéralogie des argiles », Ed. Masson et Ciel, 1963
- [15] Kafi N., « traitement des eaux usées de Touggourt par l'argile de Bildet Amor », mémoire de master, Université de Ouargla,2013

- [16] Bentahar Y., « Caractérisation physico-chimique des argiles marocaine : Application à l'adsorption de l'arsenic et des colorants cationiques en solution aqueuse », thèse de doctorat, Univ. De Tetouan, 2016
- [17] Paul F., Luckham U., & Sylvia R., «the colloidal and rheological properties of bentonite suspensions», *Advances in colloid and interface science*, 82, 1999, 43-92
- [18] Caillère S., Henin S. et Rautureau M. : *Minéralogie des argiles :1. Structure et propriétés physico-chimiques.2. Classification et nomenclature*, Masson, Paris, 1982
- [19] Abdelouahab C., Ait Amar H., « Fixation sur des argiles bentonitiques d'ions métalliques dans les eaux résiduaires, *Revue. Int. Sci de l'Eau*, 1987, vol 3, 33-40
- [20] Moussaoui Z., « Interaction de Dendrimètre à travers la Bentonite Sodique », *Mémoire de Master Univ-Abou Bekr Belkaid Tlemcen*, 2012
- [21] Asaad E., « Etude du processus de coagulation –floculation du système montmorillonite-chitosane dans l'élimination de métaux de transition », *Mémoire de Doctorat, Univ du Quebec*, 2006
- [22] J. FRIPAT, « chimie physique des phénomènes de surface », Edition Masson et Cie, 1990
- [23] Ghayaza M., « Réactivité Argiles-Polluants Métalliques : Simulation des Barrières Argileuses des sites de Stockage des Déchets », *Thèse de Doctorat, Ecole Doctorale Science et Technologie d'Orléans*, 2012
- [24] J. Mering, « Gonflement, dispersion et hydratation des argiles », *Inst-Nations de recherche chimiques appliquées, France, bull Gr. Fr. Argiles*, 14 (1978) 155
- [25] Dérivé M. et Esme A., « La bentonite », Paris, Dunod, (1951) 224
- [26] Jarnstrom L. et Sternius P., « Adsorption of polyacrylate and carboxy methyl cellulose on Kaolinite : Salt effects and competitive adsorption », *colloids and surface*, Vol.50, pp. 47, 1990
- [27] H.H. Murray, « *Applied Clay Mineralogy: Occurrences, Processing and Application of Kaolins, Bentonite, Palygorskite-Sepiolite, and Common Clays* », chapter 6, Elsevier. Edition 2007
- [28] Document interne de SONATRACH « Produit à Boue Division de Forage », Juillet 2009

- [29] Fontanille K., Gnanou, Y., « Chimie et Physico-Chimie des Polymères », Dunod, 3ème Edition, 2005
- [30] Rapport interne de SONATRACH(DTD), Boumerdes, 2015
- [31] Document interne de SONATRACH « Produit à Boue Division de Forage », Juillet 2009
- [32] Melton, L.D. & al. « covalent structure of the extracellular polysaccharide from *Xanthomonas campestris*: evidence from partial hydrolysis studies”, *carbohydrate research*. Vol.46, 245-257 (1976)]
- [33] Fraser L.J., « New method accurately analyzes PHPA’s in mud », oil & gas journal 85.no. 27, 39-42 (July 6, 1987)].
- [34] Caenn R., Chilingar G.V., « drilling fluids : state of the art », Journal of petroleum science and engineering 14, 1996, 221-230
- [35] Bouaziz A., “Introduction Aux Polymères Hydrosolubles » IAP, Mai, 2001
- [36] Kumar A.S., Mahto V. & Sharma V. P., « Behaviour of Organic Polymers on the Rheological Properties of Indian Bentonite-Water Based Drilling Fluid System and its Effect on Formation Damage », Indian Journal of Chemical Technology, Vol. 10 September 2003, pp. 525-500
- [37] Belhouari I., Ladj H., « Etude de Conformité de la Bentonite par Dopage avec Différents Polymères dans la Préparation des Boues de Forage », Mémoire de Master, 2016
- [38] Zhijin G. & al, “A Simple Method For Physical Purification Of Bentonite “, Article, Journal Of Applied Clay Science, 2016
- [39] Khennouch K., Ketfi S., « Elaboration et caractérisation de polyacrylamide et de polyacrylamide partiellement hydrolysé dans les boues de forage », mémoire de master, univ de boumerdes, 2018

Annexe

PAM 0,6% ; T=ambiante			
RPM	Shear Rate	Shear Stress	viscosity
50	85	10	11,8
100	170	14	8,2
200	340	28	8,2
300	510	37	7,3
400	680	48	7,1
500	851	58	6,8
600	1020	70	6,9

Influence de la température:

PAM 0,6% ,T= 40°C			
RPM	S.R	S.S	Viscosity
50	85	8	9,4
100	170	10	5,9
200	340	17	5,0
300	510	28	4.7
400	680	35	4.0
500	851	41	3.6
600	1020	51	3.1

PAM 0,6% ,T= 60°C			
RPM	S.R	S.S	Viscosity
50	85	7,0	8,2
100	170	8	4,7
200	340	13	3,8
300	510	17	3,7
400	680	25	3,6
500	851	31	3,4
600	1020	35	3,3

PAM 1,2% ,T= ambiente			
RPM	Shear Rate	Shear Stress	Viscosity
50	85	26	30.6
100	170	41	24.1
200	340	73	21.5
300	510	99	19.4
400	680	123	18.1
500	851	145	17.0
600	1020	164	16.1

Influence de la température:

PAM 1.2% ,T= 40°C			
RPM	Shear Rate	Shear Stress	Viscosity
50	85	17	20
100	170	29	17.1
200	340	49	14.4
300	510	67	13.1
400	680	85	12.5
500	851	100	11.8
600	1020	116	11.4
PAM 1.2% ,T= 60°C			
RPM	Shear Rate	Shear Stress	Viscosity
50	85	11	12.9
100	170	16	9.4
200	340	30	8.8
300	510	40	7.8
400	680	53	7.8
500	851	67	7.9
600	1020	78	7.6

PAM 2% ,T= ambiante			
RPM	Shear Rate	Shear Stress	Viscosity
50	85	76	89.9
100	170	127	74.4
200	340	209	61.5
300	510	271	53.1
400	680	324	47.6
500	851	370	43.5
600	1020	410	40.2

Influence de la temperature:

PAM 2% ,T= 40°C			
RPM	Shear Rate	Shear Stress	Viscosity
50	85	50	50.6
100	170	86	48.8
200	340	146	42.9
300	510	195	38.2
400	680	236	34.7
500	851	272	32.0
600	1020	305	29.9

PAM 2% ,T= 60°C			
RPM	Shear Rate	Shear Stress	Viscosity
50	85	29	34.1
100	170	56	27.1
200	340	81	23.8
300	510	112	22.0
400	680	140	20.6
500	851	164	19.3
600	1020	185	18.1

Influence de la température et l'incorporation du KCl avec différentes concentrations sur le polymère :

PAM 2% +KCl 1%, T= ambiante			
RPM	Shear Rate	Shear Stress	Viscosity
50	85	63.0	74.1
100	170	109.0	64.1
200	340	177.0	52.1
300	510	233.0	45.7
400	680	278.0	40.9
500	851	320.0	37.6
600	1020	358.0	35.1

PAM 2% +KCl 1%, T= 60°C			
RPM	Shear Rate(1/S)	Shear Stress(dun/cm^2)	Viscosity(Cp)
50	85	21.0	25.7
100	170	31.0	18.2
200	340	57.0	16.8
300	510	81.0	15.9
400	680	101.0	14.9
500	851	120.0	14.1
600	1020	140.0	13.7

PAM 2% +KCl 3%, T= ambiente			
RPM	Shear Rate(1/s)	Shear Stress(dyn/cm^2)	Viscosity(Cp)
50	85	59	69.4
100	170	102	60.0
200	340	168	49.4
300	510	218	42.7
400	680	263	38.7
500	851	303	35.6
600	1020	339	33.2

PAM 2% +KCl 3%, T= 60°C			
RPM	Shear Rate(1/S)	Shear Stress(dyn/cm^2)	Viscosity(Cp)
50	85	20	23.5
100	170	31	18.2
200	340	56	16.1
300	510	78	15.3
400	680	99	14.6
500	851	118	13.9
600	1020	139	13.6

PAM 2% +KCl 5%, T= ambiante			
RPM	Shear Rate(1/S)	Shear Stress(dyn/cm^2)	Viscosity(Cp)
50	85	58	60.2
100	170	95	50.0
200	340	155	41.6
300	510	205	35.2
400	680	246	29.2
500	851	283	20.3
600	1020	315	15.9

PAM 2% +KCl 5%, T= 60°C			
RPM	Shear Rate(1/S)	Shear Stress(dyn/cm ²)	Viscosity(Cp)
50	85	21	20.7
100	170	32	16.3
200	340	57	13.4
300	510	75	11.3
400	680	96	10.8
500	851	112	10.1
600	1020	133	9.7

Influence de la température et l'incorporation du NaCl avec différentes concentrations sur le polymère :

PAM 2% +NaCl 1%, T= ambiante			
RPM	Shear Rate(1/S)	Shear Stress(dyn/cm ²)	Viscosity(Cp)
50	85	79	92.9
100	170	137	80.6
200	340	218	64.1
300	510	281	55.1
400	680	343	50.4
500	851	387	45.5
600	1020	427	41.8

PAM 2% +NaCl 1%, T= 60°C			
RPM	Shear Rate(1/S)	Shear Stress(dyn/cm ²)	Viscosity(Cp)
50	85	25	27.1
100	170	42	23.5
200	340	72	20.6
300	510	98	18.8
400	680	120	17.4
500	851	145	16.7
600	1020	167	16.2

PAM 2% +NaCl 3%, T= ambiente			
RPM	Shear Rate(1/S)	Shear Stress(dyn/cm ²)	Viscosity(Cp)
50	85	87.1	80.0
100	170	123	72.4
200	340	199	58.5
300	510	257	50.4
400	680	308	45.3
500	851	349	41.0
600	1020	386	37.8

PAM 2% +NaCl 3%, T= 60°C			
RPM	Shear Rate(1/S)	Shear Stress(dyn/cm ²)	Viscosity(Cp)
50	85	28	24.7
100	170	40	22.4
200	340	69	19.7
300	510	95	17.6
400	680	117	16.8
500	851	140	16.0
600	1020	161	15.1

PAM 2% NaCl 5%, T= ambiante			
RPM	Shear Rate(1/S)	Shear Stress(dyn/cm ²)	Viscosity(Cp)
50	85	68	74.0
100	170	114	67.1
200	340	180	52.9
300	510	238	46.7
400	680	286	42.1
500	851	326	38.3
600	1020	363	35.6

PAM 2% +NaCl 5%, T= 60°C			
RPM	Shear Rate(1/S)	Shear Stress(dyn/cm^2)	Viscosity(Cp)
50	85	19	21.7
100	170	36	19.4
200	340	65	17.3
300	510	87	15.6
400	680	112	13.5
500	851	134	10.5
600	1020	152	9.3

Influence de la température et l'incorporation du ZnCl₂ avec différentes concentrations sur le polymère :

PAM 2% +ZnCl ₂ 1%, T= ambiante			
RPM	Shear Rate(1/S)	Shear Stress(dyn/cm^2)	Viscosity(Cp)
50	85	16	18.8
100	170	34	17.0
200	340	61.0	15.9
300	510	88	14.6
400	680	113	13.1
500	851	135	12.5
600	1020	155	11.2

PAM 2% +ZnCl ₂ 1%, T= 60°C			
RPM	Shear Rate(1/S)	Shear Stress(dyn/cm ²)	Viscosity(Cp)
50	85	7	4.7
100	170	26	2.9
200	340	53	1.8
300	510	78	1.4
400	680	105	1.3
500	851	127	1.3
600	1020	140	1.3

PAM 2% +ZnCl ₂ 3%, T= ambiente			
RPM	Shear Rate(1/S)	Shear Stress(dyn/cm ²)	Viscosity(Cp)
50	85	6	8.0
100	170	10	6.5
200	340	12	6.1
300	510	17	5.4
400	680	21	5.0
500	851	24	4.2
600	1020	28	3.6

PAM 2% +ZnCl ₂ 3%, T= 60°C			
RPM	Shear Rate(1/S)	Shear Stress(dyn/cm ²)	Viscosity(Cp)
50	85	3	4.0
100	170	4	2.4
200	340	6	1.6
300	510	7	1.2
400	680	9	1.0
500	851	11	1.0
600	1020	13	1.0

PAM 2% +ZnCl ₂ 5%, T= ambiente			
RPM	Shear Rate(1/S)	Shear Stress(dyn/cm ²)	Viscosity(Cp)
50	85	3	4.5
100	170	4	3.4
200	340	7	3.0
300	510	11	2.9
400	680	15	2.7
500	851	21	2.5
600	1020	24	2.4

PAM 2% +ZnCl ₂ 5%, T= 60°C			
RPM	Shear Rate(1/S)	Shear Stress(dyn/cm ²)	Viscosity(Cp)
50	85	1	3.5
100	170	3	1.8
200	340	4	1.2
300	510	6	0.9
400	680	8	0.8
500	851	9	0.8
600	1020	10	0.8

Influence de la bentonite sur le polymère :

Ben 10g/l + 2% PAM		
RPM	S.S	Viscosité
50	137	161.2
100	217	127.6
200	339	99.7
300	418	82.0
400	497	73.1
500	560	66.5
600	619	60.6

Ben 20 g/l + 2% PAM		
RPM	S.S	Viscosité
50	177	170.2
100	278	150.1
200	425	120
300	536	95.3
400	611	85.9
500	691	79.2
600	786	73

Ben 30 g/l + 2% PAM		
RPM	S.S	Viscosité
50	216.9	181
100	276	160.6
200	429	124.7
300	549	106.7
400	651	95.0
500	749	87.4
600	835	81.3

II- pH :

Heure solution	24H	48H	72H	96H
PAM+ZnCl ₂ 1%	6.53	6.43	6.48	6.35
PAM+ZnCl ₂ 3%	6.33	6.22	6.26	6.17
PAM+ZnCl ₂ 5%	6.24	6.09	6.14	6.10