

Matériels et protocoles de mesure

2.1 Formulation des matériaux

2.1.1 La boue de forage

Dans le cadre d'un forage pétrolier, plusieurs éléments sont à prendre en compte lors du choix de la boue de forage et donc de sa formulation. Il n'existe pas une seule formulation type, mais de nombreuses formulations différentes. En effet, ces dernières vont souvent être fonction du type de formations traversées lors du forage, mais également de la profondeur de celui-ci, du type de forage (onshore ou offshore), du coût, des contraintes environnementales,...etc. La formulation de ces fluides est donc un exercice compliqué. Nous avons vu que le contrôle des propriétés du fluide de forage est primordial, ces paramètres étant directement dépendants des différents constituants du fluide. Ces divers éléments peuvent être de différentes natures selon que la boue est à phase continue eau ou huile. La physico-chimie dans un milieu organique (boue à l'huile) va être d'autant plus complexe que les éléments solides agissant aux interfaces eau/huile (principalement l'argile) doivent être modifiés pour obtenir la fonction recherchée.

On retrouve cependant des similitudes comme la présence de minéraux pour modifier la densité de la boue, des argiles pour les propriétés thixotropiques, des polymères pour adapter les propriétés rhéologiques, ou encore, d'autres particules solides pour stabiliser les différents constituants entre eux.

Systeme réel choisi

La composition de la boue de forage que nous allons étudier est décrite dans le tableau 3. Une grande partie des produits provient d'une formulation classique de boue de forage à l'huile utilisée en forage offshore profond. Dans le tableau 3, sont également indiqués les temps de mélange normalisés et l'ordre d'introduction de chaque produit, ainsi que le pourcentage de la masse totale de boue formulée de chaque produit.

Cette boue est préparée en ajoutant successivement les produits (voir tableau 3) sous forte agitation (6000 tr/min) réalisée par un agitateur Silverson® L4RT. Après cette phase de formulation, la boue est vieillie dans une étuve à rouleaux sous une pression de 10^4 hPa et une température de 80°C. Ce vieillissement est réalisé pour simuler les conditions de circulation dans un puits de forage et pour stabiliser chimiquement l'émulsion.

Cette boue de forage est donc composée d'une émulsion inverse stabilisée par des surfactants. A ce système basique on ajoute des solides de différentes tailles. La granulométrie de la boue formulée va donc de quelques nanomètres pour l'argile à quelques micromètres pour les

agents alourdissant. L'émulsion formée est quant à elle monodisperse avec une taille de goutte proche du micromètre. Elle est de plus très stable dans le temps, son comportement et sa structure n'évoluant pas de manière significative avant plusieurs mois. Elle ne présente également pas de sédimentation conséquente sur cette période comme le chapitre 1.3.4 ii. le démontre.

Produits	Temps de mélange (min)	Ordre	Quantité (% de la masse totale)
<i>HDF 2000</i> (huile déaromatisée)*	5	1	40.2
<i>VersatrolTM</i> (réducteur de filtrat)**	5	2	0.53
<i>VersamulTM</i> (émulsifiant)**	5	3	1.64
<i>VersawetTM</i> (agent mouillant)**	5	4	0.26
Chaux	5	5	1.79
<i>VG 69TM</i> (argile organophile)**	5	6	1.35
<i>Versa HRPTM</i> (viscosifiant)**	5	7	0.37
Saumure (300 g/L de CaCl ₂)	10	8	28.81
CaCO ₃ (agent alourdissant)	20	9	23.25

Tableau 3 : Composition de la boue de forage étudiée. (* Total Solvent, ** MI/SWACO).

2.1.2 Systèmes modèles

i. Choix des matériaux

L'émulsion

Dans un premier temps nous avons cherché à obtenir une émulsion inverse modèle sur la base de celle utilisée dans la boue de forage industrielle, sachant que les produits utilisés dans ces formulations sont protégés. Comme l'indique le tableau 2, la balance lipophile hydrophile des tensioactifs formant des émulsions inverses doit être entre 3 et 6. Le choix du tensioactif s'est alors dirigé vers du Sorbitan monooléate dont la HLB est de 4.3. Ce produit est très couramment utilisé dans la fabrication d'émulsion inverse et ne pose donc pas de problèmes d'approvisionnement parmi les différents acteurs du marché. La formule chimique de ce tensioactif est C₂₄H₄₄O₆, son poids moléculaire est de 428.60 mol/L et sa viscosité à 20°C est de 1200-2000 mPa.s.

Les premiers tests de formulation étant très concluants tant au niveau de la stabilité de l'émulsion que de la taille des gouttelettes formées sous agitation, nous sélectionnons ce produit pour la formulation de l'émulsion de base de notre matériau. La stabilité de l'émulsion est tout à fait satisfaisante pour des concentrations en surfactant d'environ 2% en volume de phase continue. Pour le reste de l'émulsion, nous gardons la saumure à 300g/L de CaCl₂ et l'huile désaromatisée HDF 2000 de chez TOTAL Solvent.

L'argile

Le cas de l'argile est plus compliqué. En effet, puisque l'argile est modifiée, on ne peut pas trouver de composant pur. Le traitement organophile décrit au chapitre 1.4.2, passe par l'ajout de chaînes alkyles dans l'espace interfoliaire et n'est absolument pas décrit par les industriels réalisant cette modification. La difficulté de trouver des informations conséquentes sur la physico-chimie de ces argiles, nous a amené à tester des échantillons et donc à faire un choix empirique. L'argile retenue dans ce cas est la Bentone 38 de la société Elementis Specialties. C'est une organo-montmorillonite sous forme de poudre, caractérisée par une densité de 1.7, par une épaisseur variant entre 0,002 et 0,004 μm et une longueur variant entre 0,05 et 1 μm . Cette argile est préconisée dans des mélanges avec des composés aromatiques et aliphatiques (déaromatisés). Elle est également utilisée un peu partout dans l'industrie, on la retrouve ainsi dans des produits cosmétiques ou dans des peintures.

ii. Formulation

Les concentrations étudiées

Dans le but d'étudier les interactions entre les différents éléments de notre système modèle, nous avons étudié une large gamme de concentration en émulsion. Dans une première phase exploratoire, nous avons testé de nombreuses émulsions avant de fixer les paramètres de formulation de nos systèmes modèles. Cette phase exploratoire est présentée au début du chapitre 4. Au final nous avons opté pour une formulation faisant apparaître les principales caractéristiques rhéologiques de la boue de forage industrielle, et pour cela nous avons fixé la concentration en surfactant à 2% du volume d'huile et la concentration en argile à 3%. La gamme de concentration en phase dispersée va de 20 à 70% par rapport au volume total formulé. Comme indiqué dans le chapitre 1, nous allons donc étudier des émulsions peu concentrées dans la gamme de 20 à 50% de phase dispersée, puis des émulsions concentrées de 60% à 70% faisant apparaître un seuil de contrainte [63, 64, 66].

A partir d'une étude préliminaire sur l'influence de la concentration d'argile dans nos émulsions modèles, nous avons pu voir que le comportement rhéologique était modifié de manière identique lorsque nous faisons varier la concentration en phase dispersée dans la limite de faisabilité de la formulation (concentration en argile inférieure à 5% en volume de phase continue). En effet, inclure un grand nombre de plaquettes d'argiles entraîne des difficultés au niveau de la formulation du fluide et diminue la gamme de concentration en gouttelettes pouvant être atteinte. De plus l'argile seule dans la phase continue ne modifie le comportement rhéologique que pour de très fortes concentrations (supérieure à 40% en volume), ceci nous indique que les plaquettes d'argile interagissent avec les gouttes (voir chapitre 6). C'est pour ces deux raisons que nous choisissons de fixer la concentration en argile à 3%, ce qui nous permet d'avoir une réserve d'argile conséquente pouvant interagir avec les gouttelettes et de pouvoir étudier la plus large gamme de concentrations en gouttelettes. Fixer cette concentration en argile à 3% du volume d'huile induit qu'en

augmentant le nombre de gouttes dans notre système émulsionnaire le nombre de plaquettes pouvant interagir va diminuer.

Protocole de préparation

Le protocole de préparation de ces systèmes modèles est basé sur celui de la boue de forage industrielle. En effet, sous cisaillement (6000 tr/ min au Silverson® L4RT), nous ajoutons dans un premier temps les 2% en volume de phase continue dans cette dernière, puis après 5 min., nous ajoutons les 3% d'argile organophile, et après encore 5 min., nous ajoutons progressivement la quantité de phase dispersée voulue. Nous laissons alors homogénéiser le tout sous cisaillement pendant 10 min.. Contrairement au cas de la boue de forage, ici il n'est pas nécessaire de vieillir artificiellement les matériaux modèles puisque de part la simplicité de la formulation et des éléments qui la composent, ce matériau est stable chimiquement à la fin de la préparation.

2.2 Rhéométrie conventionnelle

2.2.1 Fann 35

Le viscosimètre FANN 35 est un appareil de chantier à cylindres coaxiaux utilisé pour mesurer les propriétés rhéologiques des boues. Il comporte six vitesses de rotations fixes (600, 300, 200, 100, 6, 3 tr/min) et une position en vitesse variable. Même si cet appareil n'a pas une bonne précision, il est apprécié pour sa robustesse. Les normes de l'" American Petroleum Institute " (A.P.I.) le considèrent comme l'appareil de référence pour les tests rhéologiques. Le protocole A.P.I. est le suivant : L'opérateur doit réaliser les mesures de contraintes aux six vitesses de rotation, il en extrait un rhéogramme. A partir de ce rhéogramme et en appliquant un modèle de Bingham (fluide à seuil), il calcule la viscosité plastique (pente du modèle de Bingham), la contrainte seuil (ordonnée à l'origine) et la viscosité apparente (viscosité à 600 tr/min divisée par 2). L'opérateur doit également effectuer des mesures de " gel " (déviation maximale de la contrainte à 3 tr/min) pour des temps de repos de 10s et 10 min : gel_0 et gel_{10} . A partir de celles-ci il peut alors estimer la thixotropie du fluide de forage par l'évolution temporelle du gel ainsi mesuré.

Ce viscosimètre se caractérise également par un faible encombrement. Pour nos expériences et notamment pour la rhéologie à bas gradient, le FANN 35 est limité et ne permet pas de réaliser des mesures satisfaisantes puisque le cisaillement minimal pouvant être imposé est de 5.1 s^{-1} .

2.2.1 Haake RS 150

i. Description

Le rhéomètre HAAKE RS 150 est un rhéomètre à contrainte imposée. Il utilise un palier à air pour éliminer tout frottement et améliorer la résolution. Cette dernière dépend du rotor utilisé,

par exemple pour le rotor rainuré Z38 TI, le minimum de contrainte applicable est de 10^{-3} Pa ou un gradient de vitesse de 10^{-7} s⁻¹, si on impose la contrainte ou le gradient de vitesse. Ce rhéomètre est prévu pour recevoir tout type de géométries, allant du plan-plan au Couette à double entrefer. De plus, un bain thermostaté et une unité de contrôle de température à effet Peltier permettent de maintenir le matériau étudié à la température voulue. Pour nos expériences, le HAAKE RS 150 dispose de plusieurs géométries à cylindres coaxiaux. Pour éviter les problèmes de glissement aux parois, nous avons recours à deux autres géométries. La première utilisée est une géométrie couette rainurée (Figure 22.1a). Cette géométrie se compose d'un rotor rainuré de diamètre 38mm et d'un stator rainuré de 43 mm. Le rotor est évidé pour rendre négligeable tout frottement avec le fond (l'effort induit spécifiquement par le fond correspond au cisaillement d'une couche d'air).

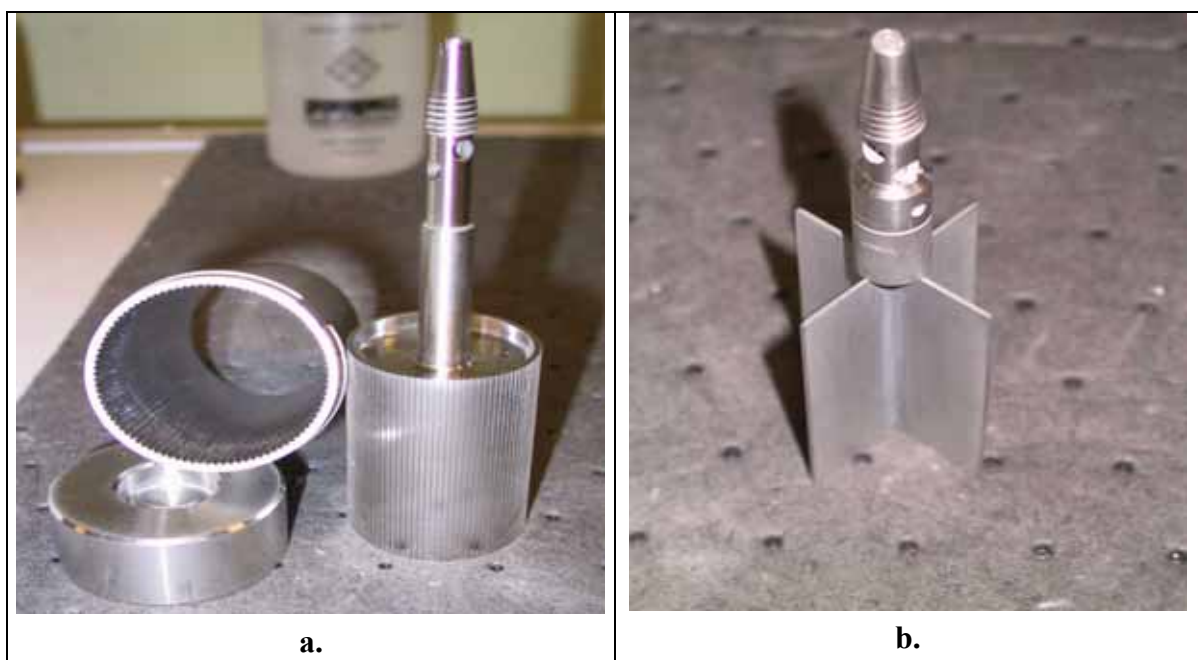


Figure 22.1 : Photos des différentes géométries. a. Rainurées, b. à pales.

Nous avons également utilisé la géométrie à pales (Figure 22.1b) qui a un diamètre de 40mm [5, 7].

ii. Protocoles

Courbe d'écoulement

Nous avons mesuré les courbes d'écoulement à l'aide de la géométrie Couette rainurée (rayon du cylindre intérieur $R_i=19$ mm, rayon du cylindre extérieur $R_e=21.5$ mm, hauteur du cylindre intérieur $h=55$ mm, rugosité de $200 \mu\text{m}$) qui nous servira pour toutes nos mesures en rhéométrie conventionnelle. Le protocole pour cette mesure de rhéogramme est le suivant : Tout d'abord la boue est fortement agitée pendant 15 min à 6000 tr/min en utilisant l'agitateur Silverson® L4RT. Puis un échantillon est introduit dans la cuve du rhéomètre, cisailé à 1000 s^{-1} pendant 1 min. et laissé au repos pendant 10 s. Après quoi nous imposons une rampe

logarithmique croissante puis décroissante de contraintes en fixant le temps de stabilisation de chaque palier à 45 s. La température de l'échantillon est conservée pour toutes nos expériences en rhéométrie conventionnelle à 25°C par le biais d'un bain thermostaté Haake.

Fluages

Le protocole utilisé pour réaliser chaque mesure débute par une agitation au Silverson® L4RT à 6000 tr/min pendant 15 min. puis un cisaillement à 1000 s^{-1} suivi d'un temps de repos de 10s. Nous appliquons ensuite une contrainte pendant 1 heure et nous mesurons la viscosité apparente du matériau. Les contraintes appliquées sont dans une large gamme dans le but de réaliser des mesures en dessous et au dessus de la valeur de la contrainte seuil apparente du matériau.

2.2.2 Bohlin CVOR-200

i. Description

Le rhéomètre Bohlin CVOR 200 est à contrainte imposée. Il dispose d'une très grande précision et travaille sur de plus petits volumes d'échantillons que le Haake RS 150. Tout comme le Haake, plusieurs géométries sont disponibles. Nous avons principalement utilisé pour le rotor une géométrie à pales de diamètre 25 mm et de 5.5 cm de haut et une cuve (stator) de 36 mm rendue rugueuse par collage de papier de verre étanche.

De plus ce rhéomètre est adapté pour recevoir les grandes géométries utilisées lors de mesures par vélocimétrie IRM (détails au chapitre suivant) et donc de reproduire exactement les mêmes expériences qu'à l'IRM.

ii. Protocoles

Fluages

Pour réaliser nos fluages systématiques sur les matériaux modèles nous utilisons la géométrie à pales et la cuve rugueuse décrites plus haut. Après un fort cisaillement durant 60s, nous appliquons une contrainte et nous mesurons la déformation du matériau sur des temps allant de 300s à 3600s.

Mesure d'élasticité

Comme décrit dans le chapitre 1, les mesures d'élasticité d'un matériau à l'aide d'un rhéomètre sont des mesures oscillatoires. Nous cherchons à mesurer la composante élastique de l'équation, c'est-à-dire le module élastique G' . Pour que ces mesures soient les plus précises possibles, la déformation et la fréquence appliquée doivent être faibles pour se placer dans le régime solide et donc pour que la composante visqueuse (G'') soit négligeable. Pour cela nous réalisons nos mesures d'élasticité à une déformation de 1% et à une contrainte de

1Hz. Préalablement, nous imposons un précisaillement important à contrainte imposée dans le but de déstructurer complètement notre matériau. Puis nous appliquons les déformations et fréquences choisies pendant 3600s et nous suivons l'évolution du module élastique au cours du temps.

Mesure du couple avec les géométries IRM

Le rhéomètre décrit plus haut peut être équipé des cuves et rotors de grandes tailles pour reproduire les expériences réalisées en rhéométrie IRM dans le but de mesurer avec le plus de précision possible le couple pour les vitesses appliquées à l'IRM. Ainsi nous appliquons les mêmes vitesses que pour ces dernières et nous mesurons le couple. Avant chaque mesure, le matériau est déstructuré et homogénéisé dans les mêmes conditions que pour nos expériences de velocimétrie IRM (Silverion L4RT à 6000tr/min pendant 10 min). La mise en place de la cuve IRM pour les mesures de couple prend un temps équivalent à la mise en place de l'échantillon dans le rhéomètre IRM.

2.3 Rhéométrie par IRM

2.3.1 Principe de la RMN

L'Imagerie par Résonance Magnétique permet de mesurer différentes propriétés internes du matériau étudié. On peut par exemple repérer des lésions à l'intérieur du corps humain, voir la ségrégation de particules chutant dans un fluide, ou encore, pour ce qui nous intéresse et lorsque l'imageur est couplé avec un rhéomètre, observer le champ de vitesse créé par la rotation du rotor à l'intérieur du matériau à étudier [91]. Nous allons expliquer sommairement le principe de la RMN du proton. Le noyau d'hydrogène est doté d'un moment cinétique ou "spin" \vec{S} auquel est associé un moment magnétique \vec{m} . Pour une assemblée de N moments magnétiques occupant un volume V, on définit la densité d'aimantation macroscopique \vec{M} comme la moyenne volumique des moments magnétiques :

$$\vec{M} = \frac{1}{V} \sum_i \vec{m}_i \quad 2.31$$

En l'absence de champ magnétique externe, les moments magnétiques sont orientés aléatoirement du fait de l'agitation thermique, de sorte que l'aimantation macroscopique est nulle. La présence d'un champ magnétique externe \vec{B}_0 colinéaire à l'axe z, entraîne la polarisation du système de spins, et l'alignement d'une proportion de moments magnétiques avec le champ appliqué. Dans cette situation, l'aimantation n'a pas de composante transverse, seule une composante longitudinale M_z apparaît. Une fois les spins polarisés, si on parvient à écarter le vecteur aimantation \vec{M} de sa position d'équilibre, il s'anime d'un mouvement de

précession autour de \vec{B}_0 . L'évolution temporelle des moments magnétiques élémentaires, caractérisée macroscopiquement par l'aimantation \vec{M} , est alors régie par l'équation de Bloch :

$$\frac{d\vec{M}(t)}{dt} = \gamma \cdot \vec{M}(t) \wedge \vec{B}_0 \quad 2.32$$

La mise hors d'équilibre de \vec{M} peut être produite expérimentalement grâce au phénomène de résonance magnétique. Celui-ci apparaît lorsqu'on superpose au champ magnétique externe \vec{B}_0 un champ électromagnétique tournant \vec{B}_1 , appliqué dans le plan xOy pendant une durée τ_p . La perturbation induite est d'autant plus efficace que la fréquence de rotation du champ magnétique tournant ω_r est proche de la fréquence de Larmor ω_0 (condition de résonance $\omega_r = \omega_0$). Un double mouvement de précession est alors induit, et une composante transversale du moment magnétique va faire apparaître un signal radiofréquence. Ce dernier va être recueilli par une antenne et observé au cours du temps.

Les grandeurs de bases que l'on mesure sont les temps de relaxations des spins, c'est-à-dire le temps que va mettre le spin pour retrouver sa position initiale. On peut alors distinguer deux temps :

- Partant de l'état d'équilibre où les spins sont désorientés, on applique un champ magnétique externe \vec{B}_0 suivant z (orientation des spins). Puis on relâche le champ magnétique et on mesure le temps nécessaire que vont mettre les spins pour relaxer vers une valeur équivalente à 63% de la valeur de l'aimantation dans l'état d'équilibre. Ce temps de relaxation induit par la précession libre du spin du proton est appelé T1. (Figure 23-1 [1,2 et 3])

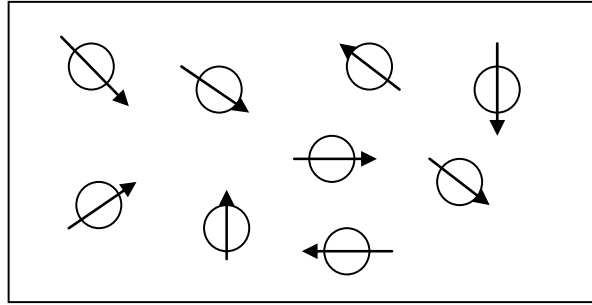
- Partant de l'état d'équilibre (état désorienté), on applique aux spins un champ magnétique \vec{B}_0 suivant la direction z mais également un champ magnétique \vec{B}_1 ayant des composantes sur les directions x et y. On est alors dans le cas de la précession forcée avec une mise en phase des spins. Le temps de relaxation mesuré ainsi est appelé T2, il correspond au temps mis pour que l'aimantation transversale atteigne 37% de sa valeur initiale. (Figure 23-1 [1,2 et 4])

1 Orientation naturelle :

Etat d'équilibre désorienté :

$$M_x = M_y = M_z = 0$$

$$B_0 = B_1 = 0$$

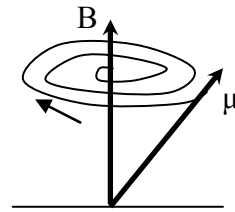
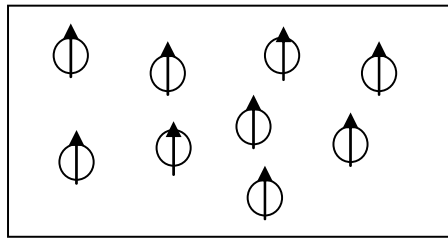


2. Orientation des spins suivant z :

Application de \vec{B}_0 :

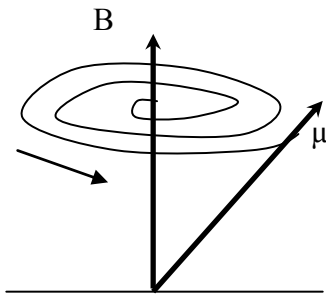
$$M_x = M_y = 0 ;$$

$$M_z = \sum \mu$$



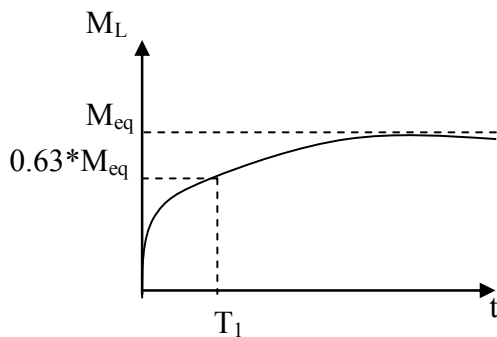
(Mouvement de précession)

3. Relaxation libre:

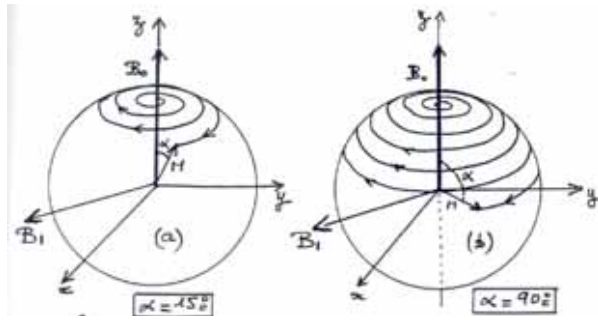


Mesure de T1.

1^{ère} loi de Bloch : $M_L = M_{eq} (1 - e^{-t/T_1})$



4. Relaxation forcée par \vec{B}_0 sur z + \vec{B}_1 sur x et y



\vec{B}_1 impose l'angle α entre le spin et \vec{B}_0
 α dépend du temps d'application de \vec{B}_1 .

2^{nde} loi de Bloch : $M_T = M_\tau e^{-t/T_2}$

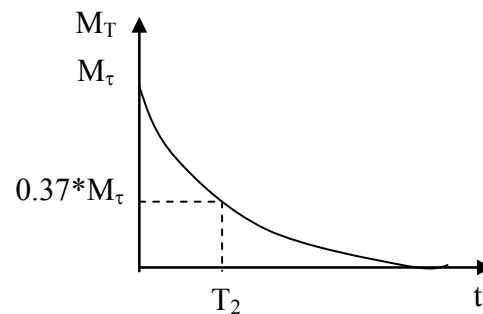


Figure 23-1 : 1. Magnétisation désorientée, 2 Orientations des spins, 3. Relaxation libre et mesure de T1 et 4. Relaxation forcée et mesure de T2.

2.3.2 Séquence de mesure

Les mesures de vélocimétrie par IRM à l'intérieur d'une géométrie de Couette sont obtenues à partir de la méthode développée par Hanlon et al. [43] et modifiée par la suite par Raynaud et al.. La séquence RMN est représentée sur la figure 23-2. Elle est basée sur la méthode PFG (Pulsed Field Gradient) ou gradient de champs pulsés. Deux émissions successives de radiofréquence, couplées avec des gradients de champ notés (a) et (b), sélectionnent respectivement, dans les directions y et z, un barreau virtuel le long d'un diamètre de la cellule de Couette (Figure 23-4). La paire de gradients (en noirs), dans la direction y, introduit, dans le signal RMN local, un fort changement de phase proportionnel à la vitesse ortho-radiale (ou tangentielle) à l'intérieur de l'écoulement. Les champs de gradients, appliqués dans la direction x (c), permettent de récupérer des informations spatiales précises sur le signal RMN à l'intérieur du barreau au temps de mesure du signal (d).

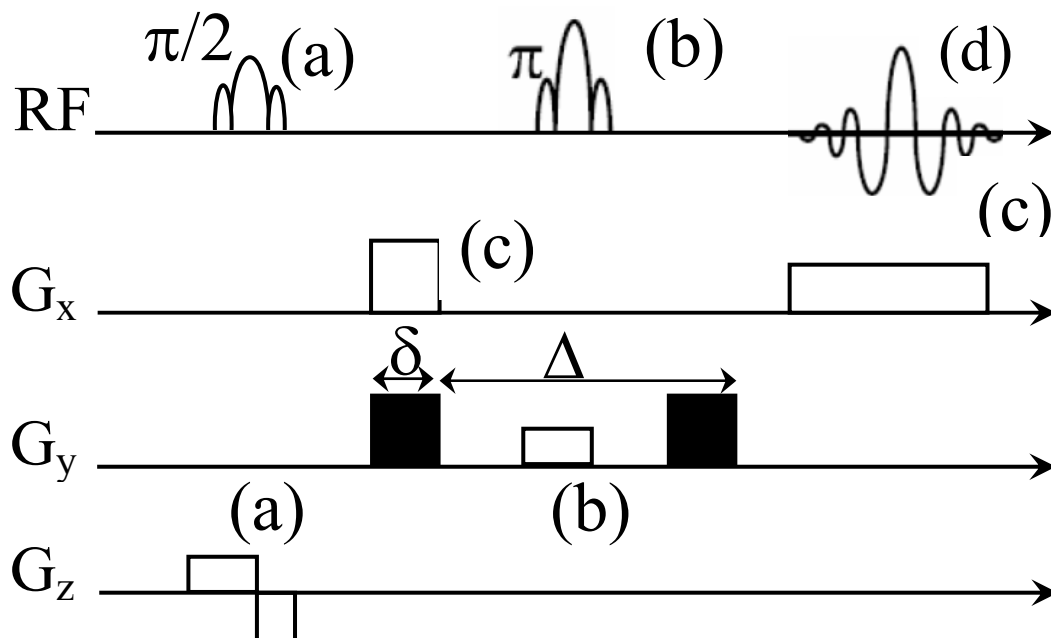


Figure 23-2 : Séquence RMN pour la mesure de vitesse.

Le signal RMN provenant des spins évolue durant le temps Δ entre les deux gradients de champs et proportionnellement au déplacement du gradient appliqué dans la zone de mesure. Pour obtenir une mesure de profil de vitesse simple, seulement deux images doivent être acquises, chacune ayant des phases différentes. Les deux phases issues des images sont alors soustraites pour permettre de calculer les vitesses dans la zone de mesure et donc de tracer les profils de vitesse du matériau étudié.

Les différents réglages RMN permettent de modifier le nombre d'accumulations de signal i.e. le nombre d'images prises pour mesurer les vitesses. Plus ce dernier va être grand, plus le rapport signal sur bruit sera bon. Le profil de vitesse résultant est donc moyenné sur le nombre d'accumulations de signal. Les résolutions spatiale et temporelle dépendent des réglages RMN. Dans notre cas le gradient de champs utilisé permet une résolution spatiale de

40 μm suivant l'axe x et une résolution temporelle de 1s pour réaliser deux images et donc obtenir un profil de vitesse.

2.3.3 Le rhéomètre

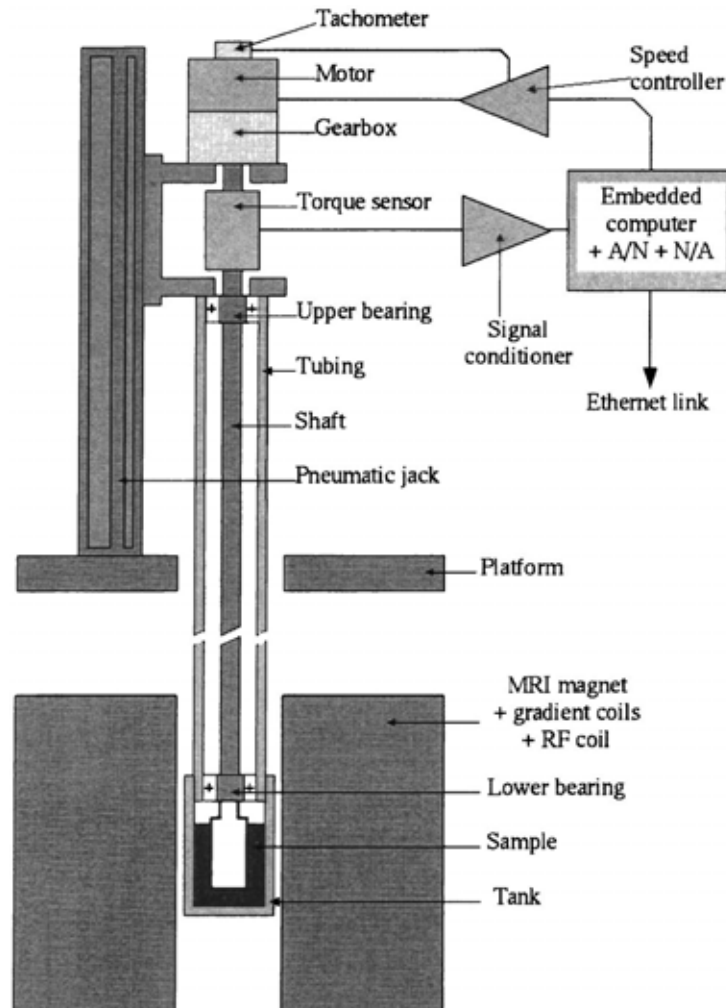


Figure 23-3 : Schéma de principe de l'imageur (partie rhéométrique).

Géométrie :

Cylindres coaxiaux verticaux en plexiglas de dimensions :

- Cylindre intérieur de rayon $R_i = 4$ cm.
- Cylindre extérieur de rayon $R_e = 6$ cm.
- Hauteur de la cuve $h = 11$ cm.
- Surface recouverte de papier de verre d'une rugosité équivalente à 200 μm .

La zone de mesure IRM est prise au centre de l'échantillon (Figure 23-4), ce qui permet de minimiser les effets perturbateurs dus au cylindre interne en rotation : effet de bord, creusement ou hétérogénéité verticale au niveau de la surface libre et du fond de la cuve. La zone de mesure correspond à un barreau de 5 cm de haut, de 1 cm de large et de 17 cm de long.

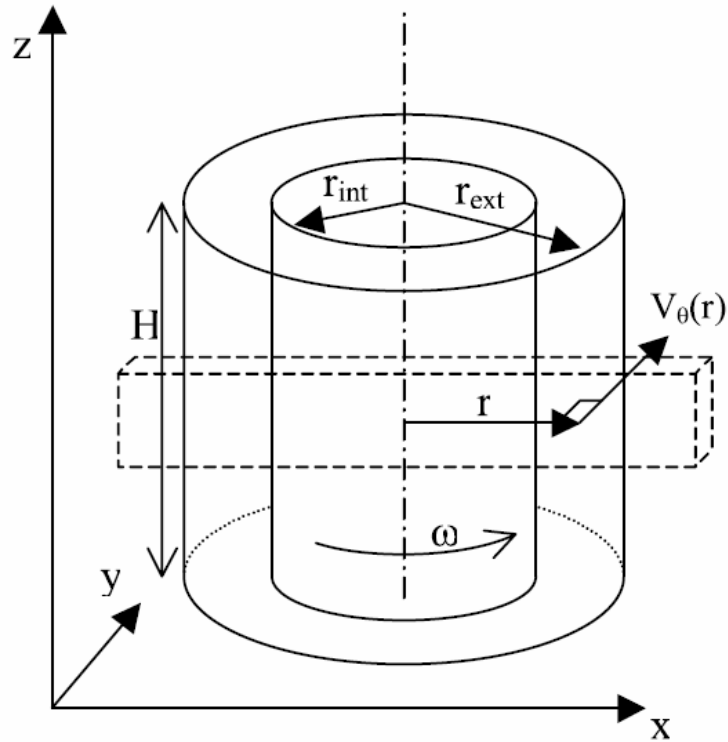


Figure 23-4: Position de la zone de mesure et repère.

2.3.4 Protocole

Le matériau est tout d'abord agité fortement à l'aide du Silverson® L4RT inséré directement dans la cuve du rhéomètre à 6000 tr/min pendant 10 min seulement pour éviter ici l'évaporation. Puis la cuve est fixée au rhéomètre et montée dans la zone de mesure au niveau de l'antenne de l'imageur. Le repos cumulé après agitation est d'environ 60s. Nous appliquons alors une vitesse de rotation et nous mesurons les profils de vitesses suivant la séquence explicitée précédemment.

2.4 Mesure de profil de densité par RMN

2.4.1 Technique de mesure de la densité locale

La difficulté de mesure de densité locale pour les émulsions se situe dans la similarité des fréquences de résonances de l'huile et de l'eau qui peuvent être représentées en pics d'intensité de signal en fonction de la fréquence de déplacement chimique des divers éléments constituant le matériau par rapport à la fréquence de résonance du proton (20MHz) (Spectre RMN) qui est la transformée de Fourier du signal temporel (Figure 24-1).

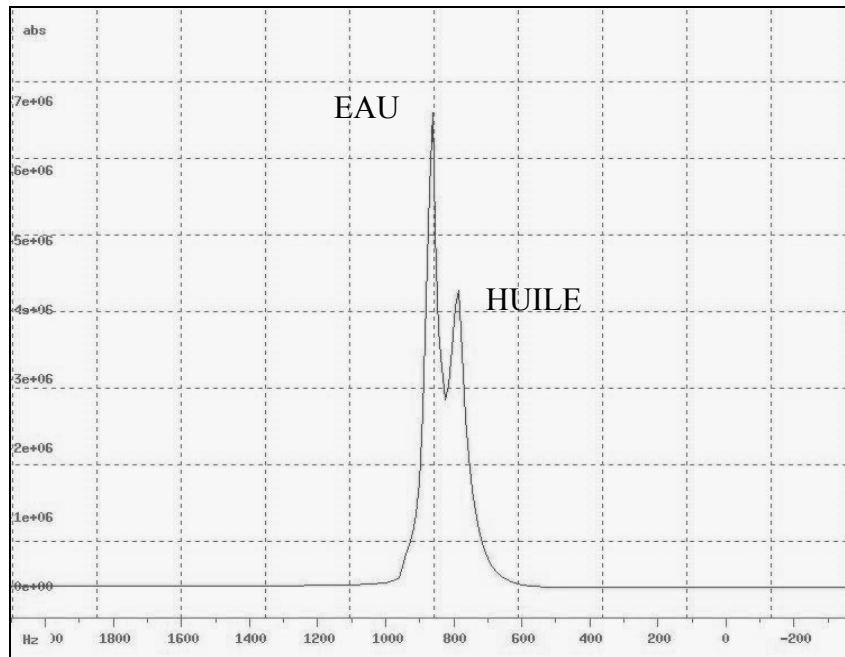


Figure 24-1 : Spectre RMN de l'huile et de l'eau.

En effet, pour pouvoir discriminer une espèce par rapport à l'autre il faut souvent modifier une des deux phases pour diminuer le temps de relaxation d'une des deux espèces. Dans le cas d'une émulsion eau dans huile, on peut abaisser le temps de relaxation de l'eau en utilisant de l'eau deutérée i.e. substitution isotopique de l'hydrogène par le deutérium dans l'eau. En plus du coût excessif, cette substitution a la particularité d'augmenter considérablement la densité de l'eau et donc de modifier les propriétés en écoulement du fluide considéré. Une autre technique serait de modifier le temps de relaxation de la phase continue (huile) en échangeant l'huile utilisée par une huile fluorée, aboutissant aux mêmes conséquences que pour la modification de l'eau.

Ici une nouvelle technique a été mise au point pour discriminer les deux espèces. Elle est basée sur la mesure des temps de relaxations T1 de l'huile et de l'eau à différents moments de leurs courbes de relaxation respectives.

Le signal général s'écrit sous la forme :

$$s_{local} = (1 - e^{-\frac{t}{T_w}})s_w + (1 - e^{-\frac{t}{T_o}})s_o \quad 2.40$$

Où T_w est le temps de relaxation de l'eau, T_o , le temps de relaxation de l'huile, S_w et S_o sont respectivement le signal local de l'eau et de l'huile. Ici, le but est d'annuler une composante pour n'avoir le signal que d'une seule espèce. Ceci est réalisé en prenant les valeurs de S_w et de S_o des deux espèces à trois différents temps t . On remonte alors à l'intensité des deux phases dans la zone de mesure à partir de la densité de proton de l'huile et de l'eau. Pour déterminer les concentrations en eau et en huile, on se base sur une mesure de référence du matériau homogène et sur la formulation du fluide étudié.

A partir d'une mesure simple, nous sommes alors capable de déterminer les profils locaux de densités en huile et en eau dans l'entrefer de la géométrie de Couette.

2.4.2 Protocole

Avant d'effectuer la mise en place de l'échantillon, nous agitions fortement notre fluide au Silverson L4RT dans le but de le rendre le plus homogène possible. Puis, nous effectuons une première mesure de référence avec le matériau homogène et déstructuré. Cette première mesure de densité locale à l'arrêt nous servira par la suite de référence pour pouvoir mesurer réellement les changements de concentrations locales d'huile et d'eau. Ensuite nous réhomogénéisons le fluide laissé au repos durant la première mesure avant de le remettre en place et d'appliquer la vitesse voulue au rotor. Nous mesurons alors les profils de vitesse comme indiqué précédemment. Ici nous avons alors le choix de mesurer les profils de concentrations locales soit après l'arrêt du matériau dans l'entrefer i.e. à vitesse imposée nulle, ce qui nous donne un rapport signal/bruit satisfaisant, soit, lors d'expériences longues, pendant que le matériau est en mouvement. Dans ce dernier cas le réglage des paramètres RMN permet de réduire le temps de mesure des profils de densité locales dans le but de diminuer le bruit dû à l'apparition progressive d'hétérogénéités dans le matériau si elles sont présentes. On peut alors mesurer les évolutions temporelles de modification des concentrations locales. Enfin après ces différents types de mesures (en rotation ou pas), le fluide est réhomogénéisé sous agitation externe au Silverson L4RT à fin de mesurer un second profil de référence pour évaluer si des changements irréversibles ont eu lieu durant l'expérience.

2.5 Effets perturbateurs

Les effets perturbateurs pouvant intervenir dans ce type de géométrie sont multiples et dépendent du matériau à étudier. Ils conduisent le plus souvent à une lecture erronée des grandeurs physiques que l'on souhaite mesurer. Cependant, certains effets perturbateurs peuvent être évités ou diminués par le biais de l'utilisation de matériels spécifiques. Ici nous ne détaillons que les effets les plus couramment rencontrés.

2.5.1 Glissement aux parois

Le phénomène de glissement aux parois a pour origine la création d'une fine couche de fluide sur la paroi en rotation ou à l'arrêt. Cette couche de fluide provient de l'appauvrissement naturel en particules ou en gouttelettes près de la paroi en rotation. Ce phénomène apparaît dans toutes les géométries utilisées en rhéométrie classique et conduit à une diminution de la viscosité apparente mesurée. Pour éviter le glissement lors des mesures, une technique simple est d'utiliser des géométries rugueuses. Les géométries sont alors striées ou sablées. La "vane" ou croisillon permet également de diminuer le glissement réalisant un rotor équivalent avec le matériau à étudier [78, 5, 7]. La taille des rugosités doit être au moins égale à la taille des plus gros éléments présents dans le fluide. Dans notre cas, le glissement aux

parois peut conduire à une interprétation erronée des mesures réalisées spécifiquement aux bas gradients de vitesse. L'ensemble de nos mesures est donc réalisé avec des géométries adaptées.

2.5.2 Sédimentation

La sédimentation est le déplacement spontané des éléments dispersés sous l'effet de la pesanteur. Elle conduit à une hétérogénéité du matériau de bas en haut qui a pour conséquence une différence de viscosité du matériau en fonction de la hauteur. Cet effet perturbateur n'est pas simple à surveiller mais peut être évalué en calculant une vitesse de sédimentation moyenne au cours du temps ou tout simplement en la mesurant par relevés du front de sédimentation. Ainsi on peut évaluer le temps qui nous permettra de réaliser nos essais sans trop d'erreurs dues à ce phénomène. Dans notre cas, la vitesse de sédimentation d'une goutte de rayon $1\mu\text{m}$ dans un fluide de viscosité $4.10^{-2}\text{ Pa}\cdot\text{s}$ est égale à $0.2\ 10^{-9}\text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ (voir chapitre 1), elle peut être ici négligée.

2.5.3 Migration

Au contraire de la sédimentation, la migration n'est pas spontanée et apparaît sous cisaillement. Elle est soit due aux effets inertiels, soit à l'hétérogénéité du cisaillement dans l'entrefer ce qui se traduit par un déplacement des éléments dispersés dans des zones préférentielles de l'entrefer.

Beaucoup d'études ont été réalisées sur des suspensions de particules rigides dans le but de déterminer les influences des forces inertielles ou de l'hétérogénéité du cisaillement.

Dans le premier cas, les forces tangentielles induites par la rotation du cylindre interne se répercutent à une plus petite échelle sur les gouttes en induisant alors leur déplacement. On peut alors distinguer deux composantes de la force résultante des effets inertiels. La première est simplement due à la vitesse du fluide suspendant. Les gouttes vont avoir tendance à se déplacer vers le cylindre externe si la densité de celles-ci est supérieure à celle du fluide ou vers le cylindre interne dans le cas contraire. La seconde est due aux effets hydrodynamiques près des parois qui vont alors repousser les gouttes vers le centre dans le cas d'une géométrie Couette. La pression exercée sur les gouttes près des parois étant supérieure, la position d'équilibre est donc centrale.

Le second cas est moins trivial et résulte de la courbure des profils de vitesse dans le cas d'écoulements quadratiques [46, 35, 36]. La vitesse du fluide est supérieure au niveau de la paroi en rotation qu'au niveau de la paroi fixe (de la localisation du cisaillement dans l'entrefer (voir chapitre 1)). Les gouttes vont alors migrer vers les zones de faibles vitesses. Cependant les effets de parois sont encore présents et peuvent décaler la position d'équilibre vers une zone intermédiaire entre la paroi fixe et celle en rotation.

Il n'est pas évident de mesurer l'origine physique de la migration qui reste un phénomène mal connu et mal contrôlé. Pour les suspensions concentrées des mesures récentes par RMN dans l'entrefer d'une géométrie Couette ont montré l'existence de phénomènes migratoires [70,

81]. Dans ce cas les particules rigides se déplacent vers les zones de faibles cisaillements, donc proche du cylindre externe. Pour les émulsions, des études ont été réalisées sur des systèmes allant de la goutte seule à des émulsions semi diluées ($\phi < 10\%$), notamment par Hollingsworth et al. [48] lesquels s'appuient sur les théories développées par Chan and Leal en 1981 [16] puis par King and Leighton en 2001 [53] et Hudson en 2003 [50]. Elles montrent que dans le cas où l'écoulement est quadratique, au contraire des suspensions de sphères rigides, les gouttes tendent à migrer vers la paroi interne d'une géométrie de Couette et cela en raison de la courbure du gradient de vitesse dans l'entrefer, et donc de la valeur de ce dernier. Or nous venons de voir, dans le cas des suspensions de sphères dures, que l'hétérogénéité du cisaillement induit normalement une migration vers les zones de faibles vitesses. Les observations d'Hollingsworth et al. sont donc originales et montrent que le cas des émulsions est plus complexe que pour les suspensions.

2.5.4 Apparition d'instabilités

Le passage d'un écoulement laminaire au régime de turbulence correspond à l'apparition d'instabilités hydrodynamiques. Dans le cas de la géométrie de Couette cylindrique, elle consiste en la création de rouleaux au sein de l'entrefer si et seulement si c'est le cylindre intérieur qui est en rotation. Cette instabilité est dite de Taylor-Couette. Les rouleaux toroïdaux apparaissent à partir d'une vitesse critique de rotation du cylindre interne et se développent dans un plan horizontal. Le rayon de ces tores est approximativement de la taille de l'entrefer. Le nombre sans dimension gouvernant cette instabilité est appelé nombre de Taylor-Couette (T_a) et s'écrit :

$$T_a = \frac{\Omega^2 a^3 R}{\nu^2} \quad 2.50$$

où Ω est la vitesse angulaire de rotation du cylindre intérieur, a représente l'entrefer, R le rayon du cylindre en rotation et ν la viscosité cinématique. Ce nombre provient du rapport entre les forces motrices et les forces visqueuses si on ne tient pas compte des constantes géométriques. Le nombre critique des instabilités de Taylor-Couette est $T_{a_c} = 1712$. Si le nombre de Taylor est supérieur à T_{a_c} , les forces motrices l'emportent sur la dissipation visqueuse et les rouleaux apparaissent. On peut par là même calculer la vitesse angulaire de rotation critique Ω_c correspondant au nombre de Taylor critique pour un type de géométrie Couette. Pour exemple la figure 25.1 montre quelques observations de ces instabilités.

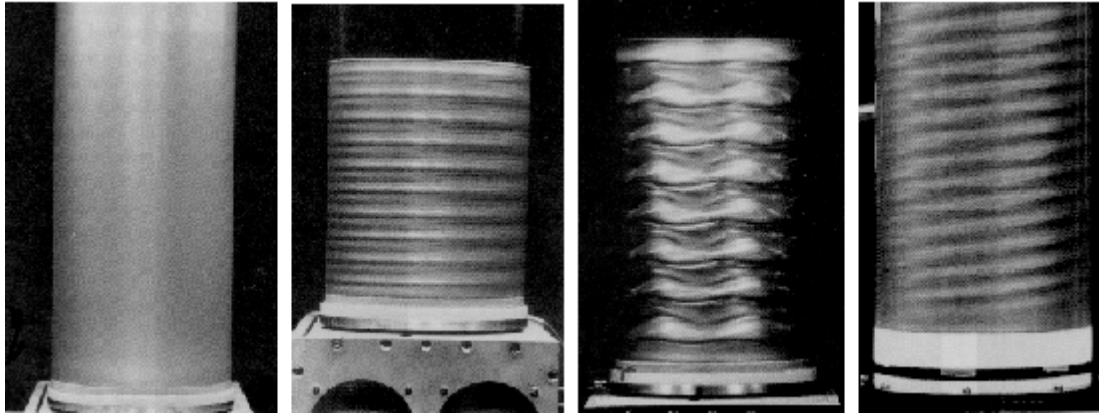


Figure 25.1 : Instabilités de Taylor Couette avec de gauche à droite : Sans instabilités, création de tores, complexification et observation d'une spirale.

Dans le cas de la géométrie Couette utilisée en vélocimétrie IRM, l'entrefer est de 2cm, le rayon du cylindre interne est de 4cm, la viscosité dynamique est de $40 \cdot 10^{-3}$ Pa.s. On calcule alors la vitesse théorique Ω_c pour laquelle le nombre de Taylor-Couette atteint sa valeur critique. On trouve une vitesse de rotation angulaire critique de 2,93 rad/s ce qui correspond à une vitesse de rotation imposée de 30 tr/min. A partir de cette vitesse imposée, nous considérerons possible dans l'analyse des profils de vitesse d'avoir de telles instabilités.

Chapitre 3

Matériau réel

Nous allons ici déterminer le plus précisément possible le comportement d'une boue de forage à l'huile dont la formulation est donnée au chapitre précédent. Comme nous l'avons vu au chapitre 1, les problèmes qui nous intéressent ici se trouvent au niveau du régime solide, pour le redémarrage des fluides après un temps de repos, et au niveau de l'arrêt de l'écoulement c'est-à-dire lors de la transition liquide/solide. On étudiera donc dans ce chapitre successivement le régime solide du matériau réel en s'appuyant sur le protocole de mesures normalisées de « gel », puis le régime liquide, et enfin la transition entre ces deux régimes.

3.1 Régime solide

L'une des problématiques apparentées aux forages complexes est la prédiction de la pression nécessaire au redémarrage du fluide de forage dans le puit. Effectivement, en fonction du temps d'arrêt de circulation (temps de repos), la pression ou contrainte seuil nécessaire pour permettre l'écoulement du fluide augmente sensiblement. Après un long temps de repos, pour des raisons de maintenance par exemple, il est dans certains cas impossible de remettre en circulation le fluide si les pompes à boue ont été mal dimensionnées au départ. Ici nous allons nous intéresser à l'évolution de la contrainte de redémarrage dans le cas de notre boue de forage réelle après différents temps de repos. De ce fait nous étudions les propriétés mécaniques créées pendant ce temps de repos. Puis nous verrons comment à partir d'un modèle simple de fluide à seuil thixotrope, nous pourrons, à partir de mesures réalisables sur chantier, prédire l'élévation du niveau du seuil apparent conduisant au redémarrage de ces fluides complexes.

3.1.1 Evolution de la contrainte de démarrage après un temps de repos

Nous réalisons des mesures de « gel », c'est-à-dire des mesures nous donnant la contrainte maximum atteinte pour un cisaillement imposé de 5.1 s^{-1} , ce qui correspond aux mesures normalisées A.P.I.. Pour réaliser ces mesures nous utilisons le rhéomètre à contrainte imposée Haake RS 150 avec la cuve rainurée et la géométrie vane comme mobile. Nous appliquons alors le protocole décrit au chapitre 2.

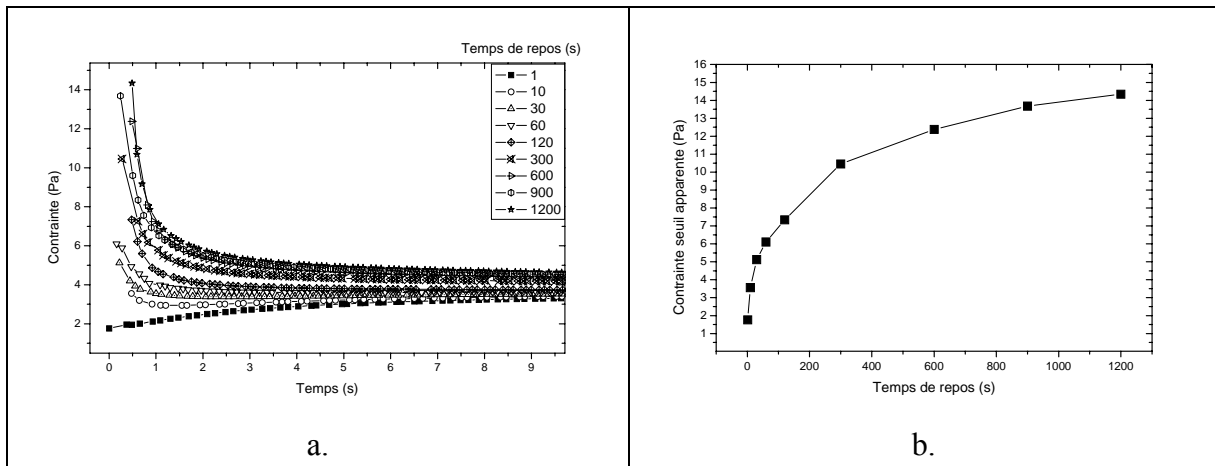


Figure 31-1 : a. Mesure de « gel » à différents temps de repos pour un cisaillement de 5.1 s^{-1} , b. Evolution de la contrainte seuil apparente avec le temps de repos pour le système réel.

Sur la figure 31-1 a., nous observons tout d'abord aux temps courts que la contrainte apparente augmente avec le temps de repos avant de relaxer vers un niveau commun à toutes les mesures autour de 4 Pa. Au repos le matériau se structure progressivement avec le temps et se déstructure sous cisaillement vers un état structural d'équilibre pour le cisaillement imposé considéré ici. Nous avons donc accès ici, sans réaliser de mesures dans le domaine solide proprement dit (dans le régime linéaire voir chapitre 1) au niveau de structuration en fonction du temps de repos. Pour observer plus précisément son évolution, nous traçons la contrainte seuil apparente, correspondant au pic de contrainte (Figure 31-1 a.), en fonction du temps de repos imposé (Figure 31-1 b.). Nous remarquons alors que la contrainte seuil apparente augmente très rapidement lors des premiers instants du repos, et sature sur les temps plus longs. La structure réalisée au repos évolue très rapidement au temps courts puis progressivement, la structuration ralentit vers un niveau maximal. La physico-chimie du système réel présente une structuration élevée sur les premiers instants.

3.1.2 Modélisation

Sur le lieu du forage, la thixotropie est évaluée en regardant l'élévation de la contrainte seuil suivant les mesures normalisées avec et sans temps de repos. Cette méthode ne prend pas en compte les différents aspects des fluides thixotropes comme la cinétique de structuration mais seulement les modifications mécaniques à l'issue d'un repos de 10 min. seulement (« gel 10 »). Nous proposons dans cette partie une description plus complète des propriétés thixotropes du fluide de forage étudié. La méthode suivante est basée sur le même type de mesures simples, mais l'utilisation d'un modèle thixotrope nous permet ici de prendre en compte la cinétique de structuration sur des temps beaucoup plus longs et d'une manière beaucoup plus juste.

Nous avons vu que l'évolution du seuil apparent d'écoulement était fonction de la structuration du fluide au repos et que le cisaillement imposé permettait de casser la structure créée, tendant à faire couler le fluide initialement à différents niveaux de structure vers un état

fluide similaire. Pour décrire cela, nous allons maintenant utiliser le modèle thixotrope simple décrit au chapitre 1.

i. Contrainte seuil apparente

Ce modèle ne décrit pas intrinsèquement l'arrêt de l'écoulement ou son démarrage et ne peut prédire la transition solide / liquide pour un matériau initialement au repos. Cependant, pour résoudre notre problème, nous considérons que le matériau est initialement au repos dans un état structurel λ_0 et nous imposons une contrainte constante τ . Le modèle prédit que quand τ est inférieur à une valeur critique (τ_c), λ augmente avec le temps et tend vers l'infini et donc la viscosité tend également vers l'infini. On considère alors que l'écoulement apparent du matériau s'arrête. Ici le terme de structuration domine la compétition. Lorsque τ est plus grand que τ_c , le matériau s'écoule en régime permanent. On retrouve alors bien un comportement similaire observé lors de nos mesures de « gels ». Nous pouvons écrire la contrainte seuil à partir des équations 1.31 et 1.33 :

$$\tau_0(\lambda_0) = \frac{\eta_0(1 + \lambda_0^n)}{\alpha\theta\lambda_0} \approx \frac{\eta_0}{\alpha\theta} \lambda_0^{n-1} \quad 3.10$$

Considérons maintenant notre expérience de mesure de « gel ». Le matériau a donc été précisailé à un fort cisaillement puis laissé au repos durant un temps Δt . A la fin du précisaillement le paramètre de structure λ est très faible ($\lambda_i \ll 1$). Alors le matériau se restructure comme l'indique l'équation 1.33 avec $\dot{\gamma} = 0$. Nous avons donc à la fin de la période de repos $\lambda = \lambda_i + \Delta t/\theta$ qui peut être simplifié par $\Delta t/\theta$ tant que $\Delta t > \theta$. Nous déduisons alors l'expression de la contrainte seuil apparente après un fort précisaillement et un temps de repos Δt :

$$\tau_0(\Delta t) \approx \frac{\eta_0}{\alpha\theta} \left(\frac{\Delta t}{\theta} \right)^{n-1} \quad 3.11$$

ii. Détermination expérimentale des paramètres

Nous venons de définir l'expression de la contrainte seuil apparente dans nos conditions d'expériences, nous cherchons maintenant à déterminer les paramètres du modèle thixotrope à partir d'une expérience simple réalisable sur chantier. Nous reprenons alors la méthodologie des mesures normalisées A.P.I. de « gels ». Comme décrit dans le chapitre 2. Ces dernières se limitent à une mesure des propriétés initiales, le « gel₀ », réalisée pour un temps de repos de $\Delta t_0 = 10$ s, et à laquelle correspond la valeur de contrainte seuil apparente τ_0 , et à une mesure à $\Delta t_1 = 600$ s donnant τ_1 et correspondant à la mesure normalisée « gel₁₀ ». A partir de mesures sur chantier, il est également possible d'obtenir la valeur de contrainte d'équilibre τ_∞ obtenue dans l'état stationnaire représenté sur la figure 31-1 a. par la valeur du plateau aux temps