



**HAL**  
open science

# Caractérisation rhéologique et modélisation structurelle des systèmes argile-polymère. Application aux fluides de forage

U. Cartalos, P. Baylocq, J. Lecourtier, J. M. Piau

► **To cite this version:**

U. Cartalos, P. Baylocq, J. Lecourtier, J. M. Piau. Caractérisation rhéologique et modélisation structurelle des systèmes argile-polymère. Application aux fluides de forage. Revue de l'Institut Français du Pétrole, 1997, 52 (3), pp.285-297. 10.2516/ogst:1997041 . hal-02079119

**HAL Id: hal-02079119**

**<https://ifp.hal.science/hal-02079119>**

Submitted on 25 Mar 2019

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Distributed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License

# CARACTÉRISATION RHÉOLOGIQUE ET MODÉLISATION STRUCTURELLE DES SYSTÈMES ARGILE-POLYMÈRE APPLICATION AUX FLUIDES DE FORAGE

**U. CARTALOS\*, P. BAYLOQC  
et J. LECOURTIER**

Institut français du pétrole<sup>1</sup>

**J.-M. PIAU**

Laboratoire de Rhéologie<sup>2</sup>

Le comportement rhéologique des systèmes argile-polymère couramment utilisés dans les formulations des fluides de forage est examiné dans cet article. Un protocole d'essai adapté à leur nature thixotrope qui permet d'effectuer des mesures reproductibles est mis au point. Les propriétés intrinsèques du matériau sont ainsi déterminées sur toute la gamme de sollicitations : du comportement solide aux faibles déformations au comportement fluide aux taux de déformations intenses.

Il est montré que ces systèmes sont caractérisés par des temps de restructuration longs, par des rhéogrammes en régime permanent présentant un minimum de contrainte et par des dépassements importants de la contrainte lors des essais transitoires. Ces effets peuvent être complètement masqués par des procédures d'essai préconisées par les normes en vigueur dans le forage.

Une loi de comportement structurelle récente qui relie les propriétés thixotropes et viscoélastiques du matériau aux mécanismes de création et de rupture des floccs peut reproduire l'ensemble des phénomènes observés. Sa capacité de décrire le changement de structure au sein du fluide sous écoulement ou au repos et les variations associées de la contrainte permet d'envisager une meilleure modélisation de l'hydraulique du forage.

## RHEOMETRY AND STRUCTURAL MODELLING OF CLAY-POLYMER SYSTEMS

### APPLICATION TO DRILLING FLUIDS

The rheological behaviour of clay-polymer systems that are currently used in the formulation of drilling fluids was studied. A specific experimental procedure was used to account for thixotropic effects and obtain, thus, reproducible results. In this way it was possible to determine intrinsic properties in the whole range, from solid behaviour below the yield stress to liquid behaviour at very high shear.

These systems are shown to be characterised by very long time scales of structure recovery, by the existence of a minimum shear stress in the steady state flow curve and by important stress overshoots in transient flows. These effects can be completely masked, if standard testing procedures like the ones specified by the norms of the drilling industry are used.

A recent structural constitutive equation that related thixotropic and viscoelastic properties to the formation and break-up of floccs was

(1) Institut français du pétrole  
1 et 4, avenue de Bois-Préau,  
92852 Rueil Malmaison Cedex - France

(2) Laboratoire de Rhéologie  
BP 53, Domaine universitaire,  
38041 Grenoble Cedex 9 - France

\* Present address  
Concentration, Heat and Momentum  
40 High Street, Wimbledon  
London SW19 5AK - England

able to reproduce all the observed phenomena. Its ability to describe structural changes under shear or at rest as well as the associated stress growth makes it an attractive tool to use in order to improve hydraulic predictions in drilling.

CARACTERIZACIÓN REOLÓGICA  
Y MODELIZACIÓN ESTRUCTURAL  
DE LOS SISTEMAS ARCILLA-POLÍMERO  
APLICACIÓN A LOS FLUIDOS DE PERFORACIÓN

Se examina en el presente artículo el comportamiento reológico de los sistemas arcilla-polímero que se utilizan corrientemente en las formulaciones de los fluidos de perforación. Se ha desarrollado un protocolo de ensayo adaptado a su naturaleza isotrópica que permite efectuar mediciones reproducibles. De este modo se determinan las propiedades intrínsecas del material en la totalidad de la gama de sollicitaciones : desde el una comportamiento sólido con deformaciones reducidas hasta el comportamiento fluido con relaciones de deformación intensas.

Se demuestra que estos sistemas se caracterizan por largos tiempos de reestructuración, por programas en régimen permanente que presentan tensiones mínimas y por superaciones importantes de la tensión en ensayos transitorios. Estos efectos pueden verse ocultos por completo por los procedimientos de ensayo que se preconizan en las normas en vigor para la perforación.

Una ley de comportamiento estructural reciente, que reúne las propiedades tixotrópicas y viscoelásticas del material con los mecanismos de creación y de ruptura de los copos puede reproducir el conjunto de los fenómenos observados. Su capacidad para describir la modificación de la estructura en el cuerpo del fluido en fase de circulación o en reposo y las variaciones asociadas de la tensión permite contemplar una mejor modelización de la hidráulica de la perforación.

## INTRODUCTION

Les systèmes argile-polymère sont couramment utilisés comme constituants de base des fluides de forage pour faire face aux nombreuses exigences qu'un tel fluide doit remplir pour le bon déroulement des opérations. Le fluide de forage doit tout d'abord créer une pression hydrostatique permettant d'assurer la stabilité des parois forées et d'empêcher la venue de fluides provenant des nappes souterraines traversées. Il doit également former un "cake" pour limiter la filtration vers la paroi poreuse, permettre de remonter à la surface les déblais de la roche broyée par le trépan et assurer leur maintien en suspension lors de l'arrêt des opérations de forage par sa capacité à former une structure tridimensionnelle au repos. La bonne connaissance des propriétés rhéologiques du fluide, ainsi que le succès de la modélisation des pertes de charge et du transport des déblais qui peut en résulter, sont indispensables pour adapter la composition du fluide et les paramètres d'écoulement aux conditions de forage.

Cependant, les interactions de nature physico-chimique au sein de ces systèmes colloïdaux chargés, conduisent à des effets microstructuraux collectifs qui confèrent au matériau un comportement thixotrope marqué (Mewis, 1978). Ainsi, pour de tels matériaux, si l'état du fluide n'est pas maîtrisé avant et pendant les expériences de rhéométrie, il est impossible de déterminer d'une façon fiable et reproductible les propriétés intrinsèques, comme le seuil d'écoulement quand il existe. Il est donc nécessaire de mettre au point des techniques de caractérisation adéquates et d'être en mesure d'en déduire le comportement dans le temps sous l'action des sollicitations de nature diverse, qui peuvent être générées dans un écoulement industriel.

Dans un puits, le fluide est essentiellement soumis à un écoulement de cisaillement simple à l'intérieur du train de tiges et dans la majeure partie de l'espace annulaire, qui entraîne des pertes de charge linéaires. On peut néanmoins distinguer deux situations. D'une part, on a des écoulements en régime permanent, qui ont lieu pendant l'opération de forage, où le débit est maintenu à une valeur fixe et qui sont les seuls à être étudiés actuellement. D'autre part, on peut être en présence d'écoulements transitoires pendant certaines phases comme le démarrage — arrêt de la circulation du fluide et la descente-remontée du train de tiges. Ces écoulements sont régis par les propriétés rhéologiques en régime transitoire. À l'heure actuelle, peu d'études ont été

effectuées sur les propriétés rhéologiques des systèmes argile-polymère en régime transitoire et aucun modèle permettant d'en tenir compte n'a été utilisé.

L'objectif de ce travail est, d'une part, d'obtenir une image aussi complète que possible du comportement rhéologique des systèmes argile-polymère : aussi bien à l'état solide obtenu pour des sollicitations sous le seuil, qu'à l'état fluide allant des conditions proches du repos aux taux de déformations intenses. Les fluides étudiés sont proches des formulations actuelles des fluides de forage. Ils sont composés de bentonite, de chlorure de potassium et de deux polymères de conformations différentes, le xanthane et le polyacrylamide partiellement hydrolysé. L'étude de la variation des paramètres rhéologiques intrinsèques avec la concentration des constituants sera effectuée dans le but de dégager des tendances permettant de mieux comprendre les mécanismes d'action des différents additifs, sur toute la gamme des sollicitations, auxquels le fluide est soumis au cours du forage.

D'autre part, on examine si ces systèmes peuvent être décrits par un modèle récemment développé au *Laboratoire de Rhéologie* (Coussot *et al.*, 1993) qui tient compte des effets du seuil et de la thixotropie pour les dispersions de particules interactives. Ce modèle est bâti sur des considérations provenant de la thermodynamique des systèmes hors équilibre (Leonov, 1990). Il permet de relier les propriétés viscoélastiques et thixotropes aux mécanismes de création et de rupture de floes. L'un de ses avantages majeurs est de prévoir une transition continue du comportement solide au comportement liquide, sans introduire de critère mathématique pour le seuil de contrainte. Cet aspect ainsi que sa formulation tensorielle le rendent très intéressant pour l'étude des écoulements complexes par la simulation numérique.

Un protocole de caractérisation rhéologique en cisaillement, développé à partir d'observations faites sur le comportement théorique et expérimental du matériau est présenté dans la section 1. Il consiste tout d'abord à définir un état initial contrôlable de la suspension thixotrope, ce qui est indispensable pour obtenir une bonne reproductibilité des résultats. Ensuite, il étudie successivement le comportement solide, la transition solide-liquide et le comportement liquide du matériau. Les propriétés intrinsèques du matériau sont ainsi déterminées et des comportements particuliers des systèmes argile-polymère, qui font apparaître dans certains cas des courbes d'écoulement non monotones, sont mis en évidence.

Le modèle choisi pour caractériser le seuil, la thixotropie et la viscoélasticité est décrit dans la section 2. Les résultats expérimentaux sont comparés avec les prévisions du modèle. Pour cela, un nombre limité d'expériences est utilisé pour fixer les paramètres du modèle, puis sa validité est examinée sur des expériences complémentaires. Il est montré que le modèle fournit d'excellents résultats, aussi bien en régime permanent qu'en régime transitoire.

La variation des propriétés rhéologiques avec la concentration en argile et en électrolyte est déterminée et analysée à partir des interactions au sein des systèmes argile-polymère dans la partie 3. L'étude permet d'établir des liens entre l'évolution des paramètres du modèle et la concentration des constituants, ce qui constitue un élément important pour la formulation.

Les conclusions de cette étude sur le comportement rhéologique global (élasticité, seuil, viscosité, thixotropie) des fluides de forage sont données dans la section 4. L'incidence des résultats sur les techniques de caractérisation en vigueur pour les fluides de forage ainsi que les perspectives de modélisation, en vue d'une meilleure maîtrise de leurs écoulements, sont également discutées.

## 1 RHÉOMÉTRIE

### 1.1 Matériaux utilisés

L'argile utilisée dans cette étude est de la bentonite Greenbond de la société *CKS*. L'analyse par microscopie et diffraction X a montré qu'il s'agit d'une montmorillonite dont les cations compensateurs sont  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{Na}^+$  dans une proportion d'environ 30/70 (Loeber, 1992). La taille des feuillets est de l'ordre de 1 à 2  $\mu\text{m}$ . L'électrolyte est du chlorure de potassium (KCl).

L'effet de deux polymères de haut poids moléculaire fréquemment utilisés dans la formulation des fluides de forage a été examiné. Le xanthane (RP 23 de *Rhône-Poulenc*,  $M_w \sim 5,5 \cdot 10^6$ ) est un polymère bactérien, dont la structure en double hélice lui confère une rigidité importante sur une grande gamme de salinité et de température (Lund *et al.*, 1990 ; Xie et Lecourtier, 1992). Le polyacrylamide partiellement hydrolysé (HPAM, AD37 de *Rhône-Poulenc*,  $M_w \sim 8 \cdot 10^6$ , degré d'hydrolyse de 27 %) est une molécule flexible. Contrairement au xanthane, sa conformation est très sensible à la salinité (Lee *et al.*, 1989).

Le mode de préparation étant très influent sur les propriétés des systèmes, le même protocole a toujours été suivi, à savoir, gonflement de l'argile dans de l'eau déminéralisée pendant 24 heures, puis ajout du sel (Baylocq, 1993). Pour les systèmes contenant du polymère, une suspension de bentonite et une solution de polymère deux fois plus concentrées que la concentration finale souhaitée étaient préparées et puis mélangées l'une à l'autre. Le pH des fluides variait de 8 à 9.

Des suspensions de concentrations différentes en sel et en bentonite ont été examinées.  $C_B$ , la concentration en poids de la bentonite, a été variée de 0,03 à 0,1 et  $C_S$ , celle de l'électrolyte, de 0,001 à 0,01. Ces gammes couvrent des valeurs habituellement rencontrées en forage. L'effet du polymère a été étudié pour  $C_B = 0,05$  pour deux valeurs de  $C_S$ , 0,001 et 0,01.  $C_p$ , la concentration en poids du polymère, était de 3000 ppm pour le xanthane et de 1000 ppm pour le HPAM. Pour ces valeurs de  $C_p$ , les solutions obtenues possèdent la même courbe de viscosité sur une plage importante de gradients de cisaillement à  $C_S = 0,001$  (Baylocq, 1993).

## 1.2 Protocole de caractérisation

Les mesures rhéologiques ont été effectuées sur différents rhéomètres, un rhéomètre à contrainte imposée (Carrimed CSL 100) en géométrie cône-plan, deux rhéomètres à vitesse imposée (Contraves Low Shear 30 et Haake RV 20) en géométrie cylindres coaxiaux, ainsi qu'un rhéomètre capillaire fabriqué à l'*Institut français du pétrole*. L'ensemble des essais a été effectué à une température de 20° C. L'utilisation de plusieurs appareils a permis d'étendre la gamme de mesures et d'examiner la cohérence des résultats.

Pour les rhéomètres rotatifs, un montage spécial a été utilisé pour éviter les problèmes d'évaporation de l'échantillon aux bords de la géométrie (Baylocq *et al.*, 1992). Des essais fiables d'une durée de l'ordre de 24 heures ont pu ainsi être réalisés. Par ailleurs, l'utilisation de surfaces rugueuses a permis de s'affranchir du problème de glissement (Magnin et Piau, 1987 et 1990). Des essais en régime permanent, dynamique et transitoire ont été effectués. Pour être en mesure de dissocier les effets d'inertie de l'appareil des phénomènes propres aux propriétés rhéologiques des matériaux, les temps caractéristiques des rhéomètres ont été déterminés par des essais avec des huiles newtoniennes (Baylocq, 1993).

Le temps de restructuration a été déterminé avec la méthode suivante. Après un précisaillement

suffisamment long et intense pour atteindre le régime permanent et casser la structure, le fluide est soumis à une longue série de cisaillements harmoniques ; il faut prendre soin de se placer dans le domaine linéaire et à une fréquence donnée et d'enregistrer l'évolution de la viscosité et de la rigidité dynamique dans le temps. La gélification de la suspension entraîne une croissance progressive de la rigidité dynamique. Lorsque celle-ci devient constante l'équilibre est atteint, la microstructure du fluide est dans un état de référence standard qui ne dépend plus des déformations subies antérieurement. Le temps écoulé depuis le début de l'expérience représente le temps de restructuration noté  $T_0$ . Cette procédure permet à la fois de déterminer la cinétique de gélification et de ramener l'échantillon à un état de référence maîtrisable. Effectuer des essais à partir de cet état garantit leur reproductibilité.

Le comportement solide sous le seuil et la transition solide-liquide ont été étudiés par des essais de fluage effectués à partir de l'état de référence, obtenu en précisillant le fluide et en le laissant au repos pendant des temps supérieurs à  $T_0$ . Les courbes de fluage peuvent être de deux types. La déformation atteint une valeur asymptotique, ce qui correspond à un comportement solide, ou elle se met à croître linéairement avec le temps, ce qui correspond au comportement liquide. La valeur du seuil de contrainte correspond à celle qui sépare les deux types de comportement. Pour des contraintes inférieures à la contrainte seuil, la relation entre contrainte appliquée et déformation élastique permet de caractériser le comportement solide.

Le rhéogramme en régime permanent a été obtenu en s'assurant que pour chaque valeur du paramètre imposé (vitesse ou contrainte), le paramètre mesuré (contrainte ou vitesse) atteint une valeur stable. Des temps de mise en régime très longs, de plusieurs dizaines de minutes, ont été observés près de la transition solide-liquide une fois la contrainte seuil dépassée (essais à contrainte imposée) ou pour les très faibles taux de cisaillement (essais à vitesse imposée).

Les essais en régime transitoire comprenaient le suivi de la montée/relaxation de la contrainte lors des démarrages/arrêts en vitesse, ainsi que des variations de la contrainte suite à des changements brusques de vitesse d'une valeur finie à une autre. L'ensemble des essais est décrit par Baylocq (1993).

Dans la suite, on présente des exemples qui illustrent le comportement général des systèmes étudiés.

### 1.3 Comportement en régime permanent et transitoire

L'évolution du module de rigidité dynamique  $G'$ , au cours du temps pendant lequel le matériau est laissé au repos suite à un précisaillement, est montrée sur la figure 1 pour des suspensions d'argile de différentes valeurs de  $C_B$  et  $C_S=0,001$ .  $G'$  évolue rapidement aux premiers instants et tend plus progressivement par la suite vers un plateau  $G'^\infty$ , utilisé dans la figure 1 pour normaliser les valeurs de  $G'$ . L'évolution initiale de  $G'$  devient de plus en plus lente quand la concentration augmente. Au-delà de  $C_B=0,075$ , l'évolution semble ne plus dépendre de la concentration. Des temps de restructuration de l'ordre de 20 heures caractérisent le comportement de l'ensemble des fluides testés.

Des essais de fluage obtenus avec une suspension argile-électrolyte ( $C_B=0,05$  et  $C_S=0,001$ ) sont montrés sur la figure 2. Pour des contraintes inférieures à 11 Pa, la déformation atteint un plateau, ce qui caractérise un comportement du type solide. Pour une contrainte de 12 Pa, le matériau se met en écoulement. La contrainte seuil se situe donc entre 11 et 12 Pa. L'évolution de la contrainte avec la valeur asymptotique de la déformation sous le seuil, portée sur la

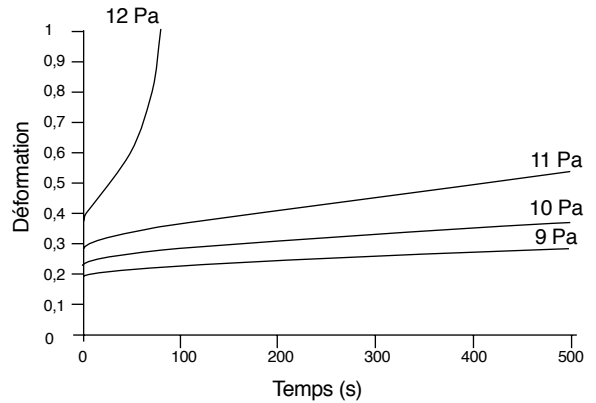


Figure 2  
Essais de fluage pour un système argile-électrolyte ( $C_S=0,001$ ,  $C_B=0,05$ ).  
Creep tests for a clay-electrolyte system ( $C_S=0.001$ ,  $C_B=0.05$ ).

figure 3, permet de décrire le comportement solide du matériau. Un comportement élastique linéaire, caractérisé par un module  $G$  (pente de la portion linéaire initiale) est suivi d'une variation non linéaire de la contrainte, jusqu'à la "rupture", qui correspond au seuil de contrainte.

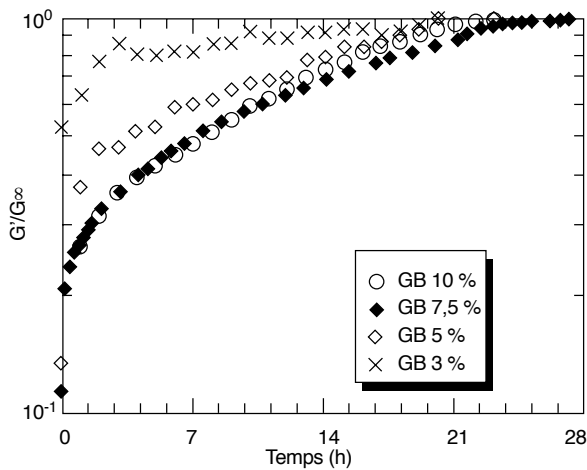


Figure 1  
Essais de restructuration pour les suspensions d'argile ( $C_S=0,001$  et différents  $C_B$ ).  $G'^\infty$  est la valeur asymptotique de  $G'$  aux temps longs.  
*Structure build-up for clay-electrolyte suspensions for different clay concentrations by weight,  $C_B$ . Salt concentration by weight,  $C_S$  is 0.001.  $G'^\infty$  is the long time asymptotic value of  $G'$ .*

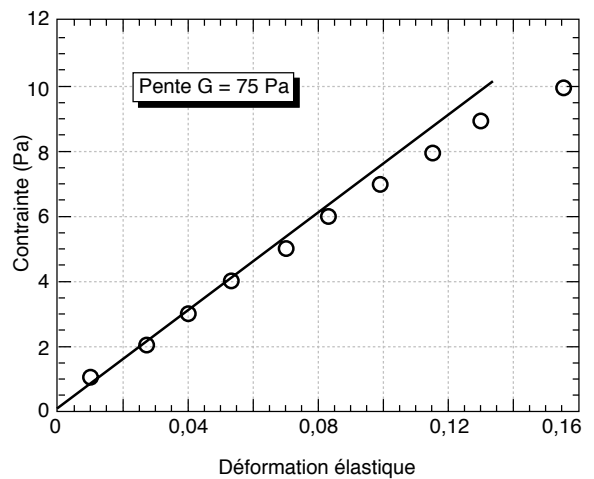


Figure 3  
Variation de la contrainte en fonction de la déformation élastique (essais de fluage sous le seuil) pour un système argile-électrolyte ( $C_S=0,001$ ,  $C_B=0,05$ ).  
*Variation of shear stress with elastic deformation (creep tests below the yield stress) for a clay-electrolyte system ( $C_S=0.001$ ,  $C_B=0.05$ ).*

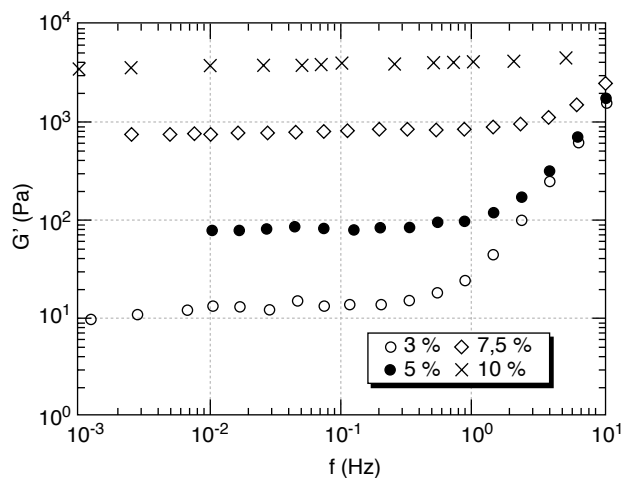


Figure 4

Variation du module de rigidité dynamique en fonction de la fréquence (essais dynamiques) pour des systèmes argile-électrolyte ( $C_S = 0,001$ ,  $C_B$  variable).

*Variation of the elastic modulus  $G'$  with frequency (oscillatory tests) for clay-electrolyte systems ( $C_S = 0.001$ ,  $C_B$  as shown).*

Les essais en régime dynamique représentés sur la figure 4 montrent que  $G'$  atteint un plateau aux faibles fréquences. La valeur du plateau est égale à quelques % près à la valeur de  $G$  obtenue par les essais de fluage, ce qui confirme le comportement du type solide élastique aux faibles déformations.

Une observation sur des temps plus courts des courbes de fluage, montrée sur la figure 5, met en évidence des oscillations de déformation aux premiers instants de mise sous contrainte et ceux à partir du moment où la contrainte imposée est enlevée. Une analyse avec une loi de comportement simplifiée a démontré que ce phénomène est dû au couplage entre le comportement viscoélastique du fluide et l'inertie de l'appareil lors de la mise sous régime. Les oscillations ont été modélisées en tenant compte du mouvement précis de l'outil mobile de la géométrie de mesure pendant les phases transitoires. Il a été également montré que le module  $G$  peut être déduit de la période des oscillations (Baylocq, 1993).

Le rhéogramme en régime permanent de la même suspension argile-électrolyte est présenté sur la figure 6. La contrainte passe par une valeur minimale  $\sigma^*$  correspondant à un gradient  $\dot{\gamma}^*$ , puisque les contraintes

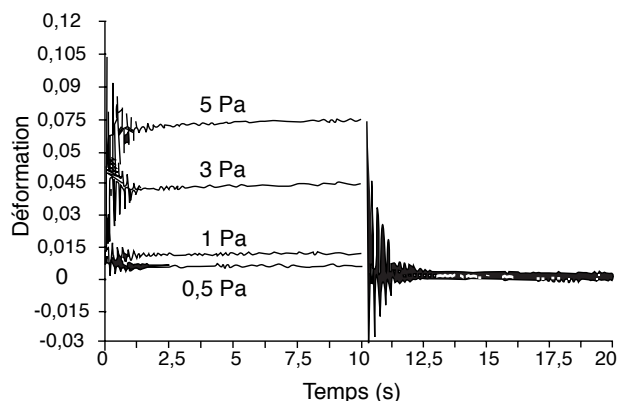


Figure 5

Essais de fluage (temps courts) pour un système argile-électrolyte ( $C_S = 0,001$ ,  $C_B = 0,05$ ).

*Creep tests for a clay-electrolyte system ( $C_S = 0.001$ ,  $C_B = 0.05$ ).*

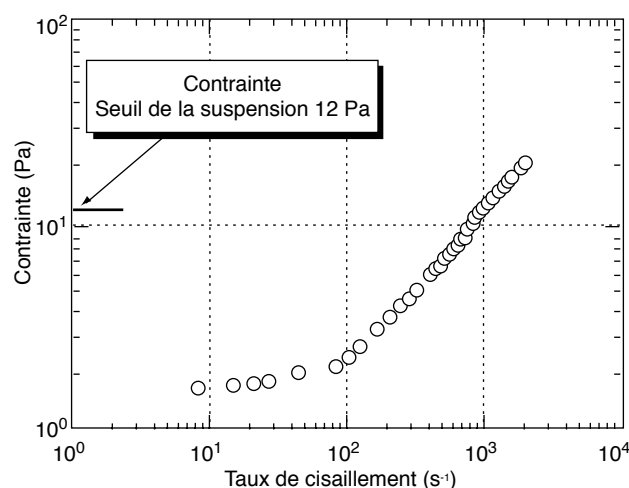


Figure 6

Rhéogramme en régime permanent d'un système argile-électrolyte caractérisé par un minimum de contrainte ( $C_S = 0,001$ ,  $C_B = 0,05$ ). La contrainte seuil est déterminée par des essais de fluage.

*Steady state flow curve for a clay-electrolyte system characterised by a minimum stress ( $C_S = 0.001$ ,  $C_B = 0.05$ ). The yield stress was determined by creep tests.*

obtenues en régime permanent peuvent être inférieures à la valeur du seuil  $\sigma_c$ , déterminée par les essais de fluage (fig. 2). L'existence d'un minimum donne lieu à des courbes d'hystérésis. La branche supérieure de l'hystérésis peut être décrite par des paliers croissants de contrainte. Quand celle-ci varie de 0 à une valeur inférieure au seuil, le matériau subit des déformations

élastiques propres au comportement solide. Pour des contraintes légèrement supérieures à  $\sigma_c$ , des vitesses de cisaillement très élevées sont obtenues, comme cela est montré sur la figure 2. Par la suite la contrainte augmente régulièrement avec  $\dot{\gamma}$ . La branche inférieure peut être décrite par des paliers décroissants de contrainte à partir d'une valeur supérieure à  $\sigma_c$  ou par des essais à vitesse contrôlée. Coussot *et al.* (1993) ont montré que dans la plage  $0 < \dot{\gamma} < \dot{\gamma}^*$ , l'écoulement peut être instable à l'intérieur de la géométrie de mesure.

L'existence d'un minimum caractérise tous les matériaux pour lesquels l'énergie nécessaire pour rompre la structure est supérieure à celle requise pour maintenir l'écoulement une fois la structure brisée (Coussot, 1992). Les conditions d'apparition du minimum peuvent mieux être cernées par les paramètres du modèle (section 2.1). L'effet des constituants sur son existence est discuté dans la section 3.

Des démarrages en vitesse ont mis en évidence des dépassements de contrainte importants, correspondant à l'énergie à fournir pour rompre des forces de cohésion. Pour les fluides dont le rhéogramme en régime permanent est caractérisé par un minimum de contrainte, les essais montrent que les dépassements sont d'autant plus importants que la différence ( $\sigma_c - \sigma^*$ ) est grande. Des essais où la vitesse décroît brusquement d'une valeur finie à une autre montrent que la contrainte peut passer par un minimum avant d'atteindre le régime établi correspondant à la deuxième vitesse (Baylocq, 1993).

## 2 MODÉLISATION

### 2.1 Le modèle utilisé

Le modèle développé par Coussot *et al.* (1993) a été utilisé pour interpréter les résultats expérimentaux. Une formulation tensorielle du modèle peut être trouvée dans Coussot (1992). Les traits principaux sont brièvement présentés ici pour le cas du cisaillement simple. D'après ce modèle, les propriétés rhéologiques des systèmes dispersés concentrés résultent principalement de deux types d'interactions.

– **Des interactions entre particules** qui conduisent à la création de floccs. Elles naissent du rapprochement de deux particules éloignées. Mais elles disparaissent lorsque la distance entre deux particules voisines devient trop importante. Il s'agit là d'un phénomène

irréversible que l'on désigne par le terme "rupture". On distingue donc deux effets énergétiques : stockage de l'énergie dû aux interactions élastiques entre particules et dissipation irréversible due aux ruptures.

– **Des interactions hydrodynamiques** entre le fluide et les particules en suspension, donnant naissance à une dissipation visqueuse, comme dans le cas d'une suspension de particules inertes.

La contrainte  $\sigma_{12}$  est donc la somme de deux termes :

$$\sigma_{12} = \sigma_{12}^e + \eta \varkappa \quad (1)$$

Le premier terme du membre de droite représente la contribution des interactions entre les particules. Le deuxième donne la contribution des interactions hydrodynamiques entre les particules et le milieu suspendant.  $\eta$  est la viscosité d'une suspension de particules inertes de même granulométrie et concentration. Les effets viscoélastiques provenant de la formation et de la rupture des floccs sont décrits par une équation du type Maxwell :

$$\frac{1}{G} \frac{d}{dt} \sigma_{12}^e + \frac{1}{\eta^*(\xi)} \sigma_{12}^e = \varkappa \quad (2)$$

L'état de structure est décrit par une variable scalaire  $\xi$ , une sorte de coefficient normalisé d'endommagement, qui varie de 0 à 1.  $\xi = 0$  correspond au cas où il n'y a pas de rupture — on a alors un gel — et  $\xi = 1$  lorsque le nombre de rupture par unité de volume est maximum. L'évolution de  $\xi$  est donnée par une équation cinétique du même type que celle introduite par Moore (1959) :

$$\theta^*(\xi, \varkappa) \frac{d\xi}{dt} + \xi = (1 - \xi) \frac{\theta^*}{Z_c} \quad (3)$$

L'originalité du modèle provient du couplage des équations (2) et (3) par l'intermédiaire des fonctions  $\eta^*$  et  $\theta^*$ .  $\eta^*$ , qui est homogène à une viscosité, caractérise les effets dissipatifs associés aux phénomènes de rupture et peut être vu comme l'inverse de la mobilité des floccs. Quand la structure est formée ( $\xi \sim 0$ ),  $1/\eta^*$  tend vers 0 et (2) décrit le comportement d'un solide élastique. Quand toutes les liaisons sont brisées ( $\xi \sim 1$ ),  $1/\eta^*$  devient infiniment grand. (2) décrit alors le comportement d'un fluide visqueux. La variation de  $\theta^*$  avec  $\dot{\gamma}$  et  $\xi$  permet d'introduire différentes cinétiques de réarrangements à l'échelle des agrégats, suivant l'intensité de la sollicitation et l'écart de la structure par rapport aux conditions de l'équilibre dynamique en régime permanent.



La stabilité du système d'équations (1) à (3) a été analysée par Coussot *et al.* (1993). Il a été montré que le passage d'un comportement solide à un comportement liquide correspond à un phénomène de bifurcation. Il n'est alors pas nécessaire d'introduire de critères mathématiques sur les invariants de la contrainte, contrairement au cas des modèles couramment utilisés pour décrire les fluides à seuil.

Le modèle contient 7 paramètres : la viscosité de la suspension des particules "inertes"  $\eta$ , le module élastique  $G$ , une échelle de déformation  $Z_C$ , 2 constantes provenant du choix spécifique de la fonction  $\eta^* - \eta_p$  qui donne une échelle de viscosité et  $n$  qui caractérise sa variation non linéaire avec  $\xi$  – et 2 constantes notées  $a$  et  $b$  qui sont associées au choix spécifique de la fonction  $\theta^*$ . Le temps  $\theta$ , le rapport de  $\eta_p$  et  $G$ , est l'échelle de temps des effets viscoélastiques caractérisant le phénomène de création-rupture des liaisons.

En prenant  $\Sigma = \sigma_{12}/(GZ_C)$ ,  $\Gamma = \theta \dot{\gamma} / Z_C$  et  $k = \eta/\eta_p$ , on peut montrer qu'en régime permanent

$$\Sigma = n\Gamma ((1 + \Gamma)^n - 1)^{-1} + k\Gamma \quad (4)$$

$$\xi = \Gamma/(1 + \Gamma) \quad (5)$$

Quand  $\Gamma$  tend vers 0,  $\Sigma$  tend vers 1, ce qui correspond à un comportement du type fluide à seuil. Le premier terme du membre de droite de (4) provient du terme d'interactions entre particules. Il correspond à l'énergie supplémentaire nécessaire pour maintenir le système à l'état d'équilibre dynamique correspondant à l'intensité de la sollicitation. Le deuxième correspond à la dissipation visqueuse créée par les interactions hydrodynamiques entre particules et milieux suspendant. L'énergie des interactions peut augmenter ou diminuer avec  $\Gamma$  suivant que  $n$  est inférieur ou supérieur à 1. Suivant les valeurs de  $n$  et  $k$ , différents cas se présentent :

- $0 < n < 1$  : les deux termes augmentent avec  $\Gamma$ . Le rhéogramme obtenu est typique d'un fluide à seuil rhéofluidifiant ;
- $n = 1$  : l'énergie des interactions devient indépendante de  $\Gamma$  et un comportement de type Bingham est obtenu ;
- $1 < n < 1 + 2k$  : le terme d'interaction décroît avec  $\Gamma$ , mais l'accroissement du terme hydrodynamique l'emporte. La contrainte augmente continûment ;
- $n > 1 + 2k$  : aux faibles départs de l'équilibre le terme d'interaction domine le terme hydrodynamique. La contrainte se met alors à décroître, jusqu'au moment où le terme hydrodynamique l'emporte. Le rhéogramme possède un minimum.

## 2.2 Interprétation des résultats en régime permanent et transitoire

Les paramètres du modèle peuvent être déterminés à partir d'un nombre limité d'essais.  $G$  et  $Z_C$  sont fixés par les essais de fluage, alors que  $\eta$ ,  $\eta_p$  et  $n$  sont obtenues par les mesures effectuées en régime permanent. Un essai de relaxation et un essai de démarrage (en contrainte ou en vitesse) détermine les constantes  $a$  et  $b$ . Une fois ce nombre limité d'expériences effectué, le modèle est entièrement déterminé. Pour tester sa capacité de prédiction, on doit le confronter à des données obtenues par d'autres types d'expérience. Ceci sera illustré pour deux fluides, l'un avec et l'autre sans minimum de contrainte.

Les rhéogrammes des deux fluides en régime permanent ainsi que la valeur de la contrainte seuil obtenue par les essais de fluage sont montrés dans la figure 7. La suspension d'argile est la même que celle utilisée pour les données des figures 1 à 6 ( $C_B = 0,05$  et  $C_S = 0,001$ ). Le système argile polymère contient en plus 3000 ppm de xanthane. La figure 7 montre que le modèle est suffisamment souple pour décrire le comportement avec ou sans minimum de contrainte sur une gamme très étendue du taux de cisaillement. Une très bonne concordance a été obtenue pour l'ensemble des fluides testés.

Un essai de démarrage à vitesse imposée ( $\dot{\gamma} = 10 \text{ s}^{-1}$ ) à partir de l'état de référence est montré pour la suspension d'argile sur la figure 8. On constate que le pic de la contrainte au démarrage peut atteindre une valeur plusieurs fois supérieure à celle en régime permanent. Un choix judicieux des paramètres  $a$  et  $b$  permet de reproduire avec une très bonne précision le comportement transitoire. Un essai supplémentaire de relaxation fixe complètement le modèle. Sur la figure 9 on montre les prédictions du modèle pour une relaxation de contrainte suite à un cisaillement d'intensité différente de celle utilisée pour fixer les paramètres. La contrainte chute à 0 sur un temps court, de l'ordre de 0,5 s (fig. 9a). Par contre  $\xi$  diminue bien plus progressivement (fig. 9b) et s'approche de 0 (état structuré) après des temps de l'ordre de 80 000 s (20 heures), ce qui correspond aux valeurs de  $T_0$  déterminés par les essais de cinétique de restructuration (fig. 1).

Un autre type d'essai est présenté dans la figure 10 pour le système argile-polymère. Suite à un cisaillement en régime permanent, le fluide est laissé au repos. Des démarrages sont effectués après des temps de repos

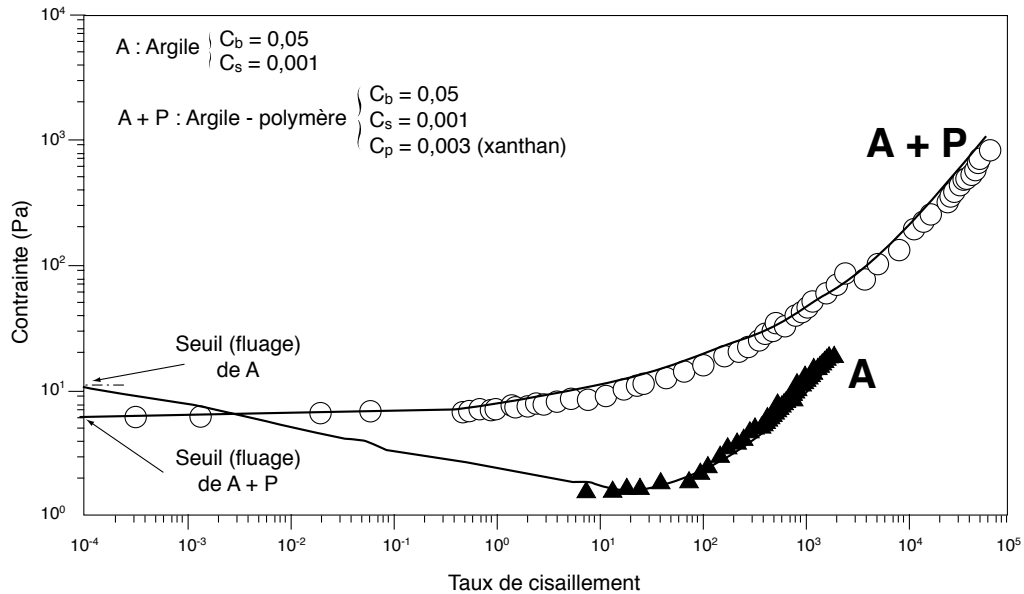


Figure 7

Comparaison des prédictions du modèle et des essais expérimentaux pour le rhéogramme en régime permanent.  
*Comparison of model predictions with experimental flow curves.*

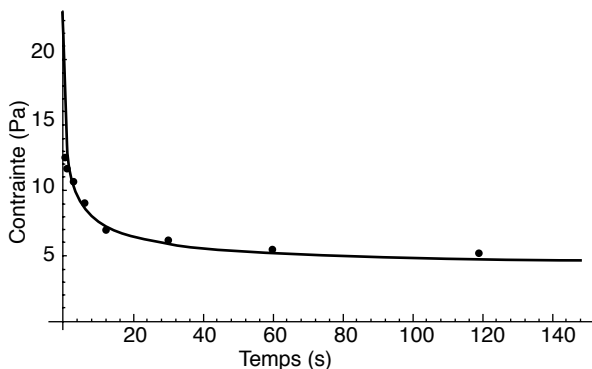


Figure 8

Comparaison des prédictions du modèle et des essais expérimentaux pour un essai de démarrage à vitesse imposée ( $10 \text{ s}^{-1}$ ). Système argile-électrolyte,  $C_S = 0,001$ ,  $C_B = 0,05$ .

*Comparison of model predictions with experiment in the case of flow start-up at a shear rate of  $10 \text{ s}^{-1}$ . Clay-electrolyte system  $C_S = 0,001$ ,  $C_B = 0,05$ .*

différents. Les essais font apparaître que le pic de contrainte augmente avec le temps, ce qui correspond à la reprise de consistance progressive au cours du temps de repos. Le modèle reproduit les variations de la contrainte pour l'ensemble des essais, ce qui démontre qu'il est capable de modéliser l'évolution des propriétés induites au cours de la gélification.

Le modèle "calé" peut également reproduire les variations non monotones de la contrainte suite à des variations brusques de la vitesse d'une valeur finie du taux de cisaillement à une autre, supérieure ou inférieure (Baylocq, 1993). Il semble donc particulièrement adapté pour l'étude des effets thixotropes dans des écoulements complexes.

### 3 L'EFFET DES CONSTITUANTS SUR LES PARAMÈTRES RHÉOLOGIQUES

L'augmentation de la concentration en argile entraîne un accroissement de l'amplitude de la restructuration après cisaillement (cf. fig. 1), en raison d'une gêne stérique plus importante et d'une plus grande sensibilité du matériau à la sollicitation. Il en résulte aussi une forte croissance du seuil et du module élastique suivant des lois de puissance faisant respectivement apparaître les exposants 5,2 et 3,8 pour les suspensions à faible salinité, comme cela est montré sur la figure 11. Ces exposants augmentent légèrement avec la salinité (Baylocq, 1993). Des lois exponentielles pour la contrainte seuil et pour le module élastique ont également été observées par Sohm et Tadros (1988) et Alderman *et al.* (1991).

La concentration en électrolyte semble avoir peu d'influence sur la cinétique de restructuration des

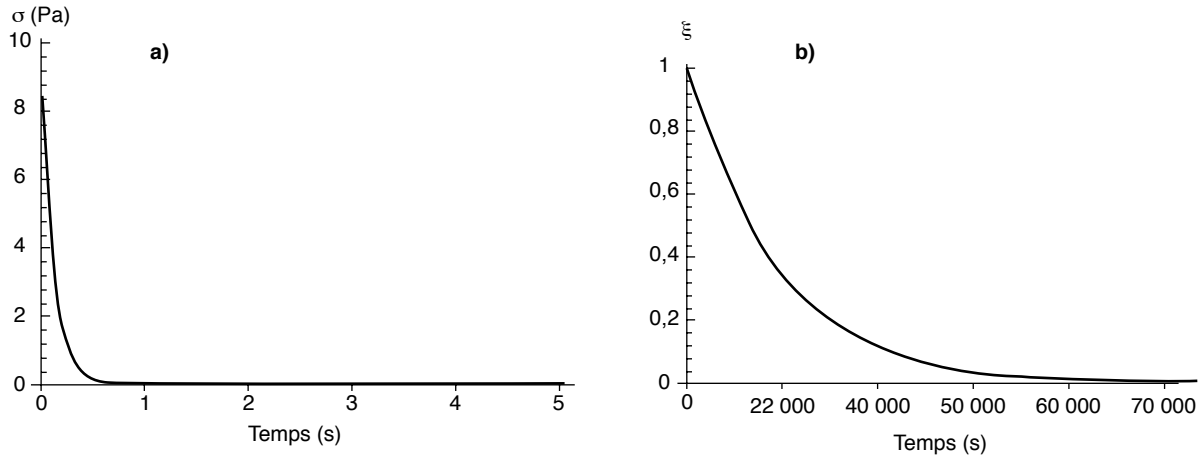


Figure 9

Prédictions du modèle pour un essai de relaxation d'un système argile-électrolyte ( $C_S=0,001$ ,  $C_B=0,05$ ).

a) évolution de la contrainte, b) évolution du paramètre de structure.

Model predictions for a relaxation test ( $C_S=0,001$ ,  $C_B=0,05$ ). a) time variation of stress, b) time variation of structural parameter.

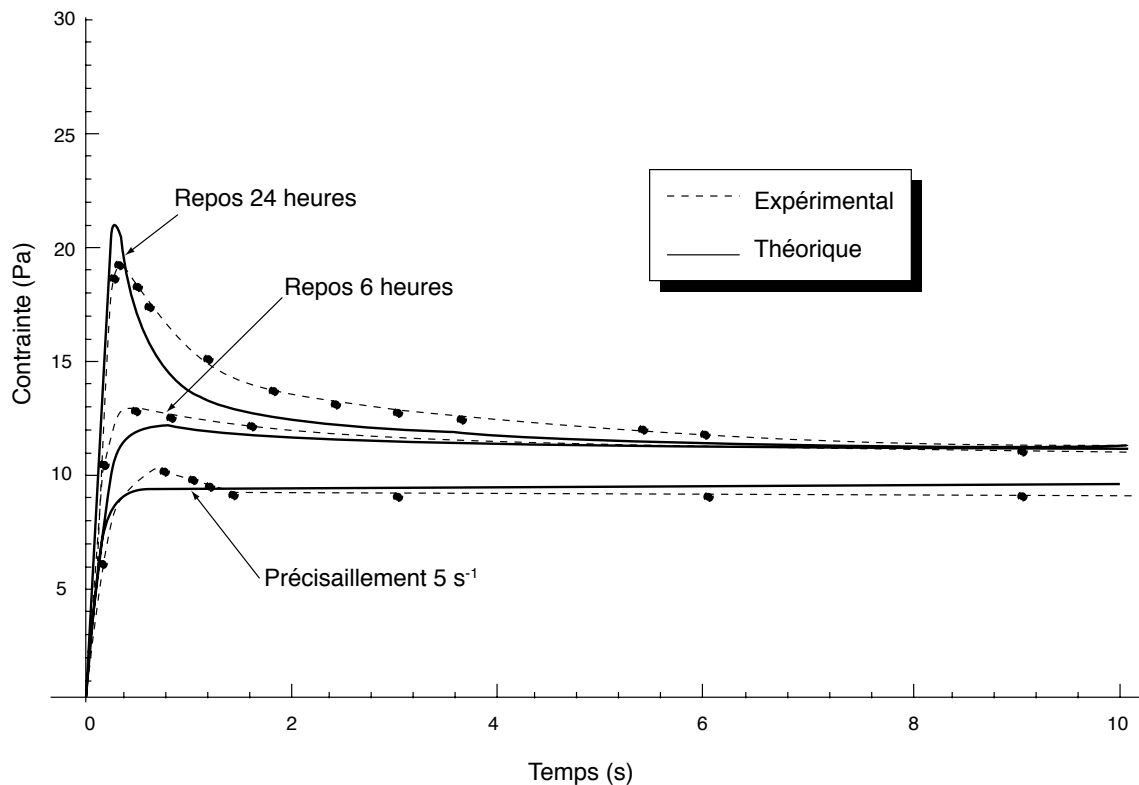


Figure 10

Démarrage à  $5\text{ s}^{-1}$  après différentes périodes de repos (système argile-polymère,  $C_S=0,001$ ,  $C_B=0,05$  + 3000 ppm de xanthane). Essais expérimentaux et modélisation.

Start-up flow for a shear rate of  $5\text{ s}^{-1}$  following different times of rest (clay-polymer system,  $C_S=0,001$ ,  $C_B=0,05$  + 3000 ppm of xanthane). Experimental data and model predictions.

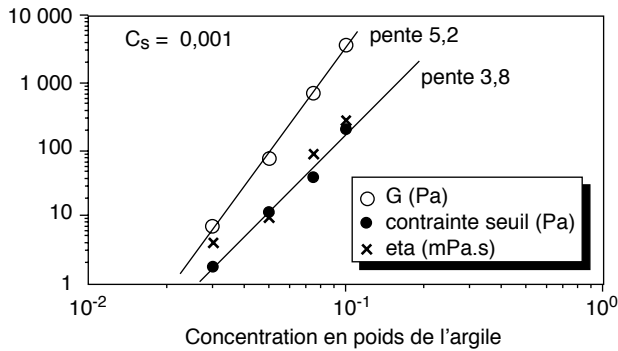


Figure 11

Variation du module de rigidité dynamique en fonction de la fréquence (essais dynamiques) pour des systèmes argile-électrolyte ( $C_s = 0,001$ ,  $C_B$  variable).

Variation of the elastic modulus  $G'$  with frequency (oscillatory tests) for clay-electrolyte systems ( $C_s = 0.001$ ,  $C_B$  as shown).

suspensions (Bayloq). En revanche, elle entraîne une agrégation des particules qui se traduit par une forte croissance du seuil et du module élastique, comme indiqué sur la figure 12. Une croissance importante de la viscosité aux faibles taux de cisaillement est également observée car l'agrégation implique des interactions plus fortes entre particules. Par contre, pour les forts taux de déformation, il est montré sur la figure 12 que la

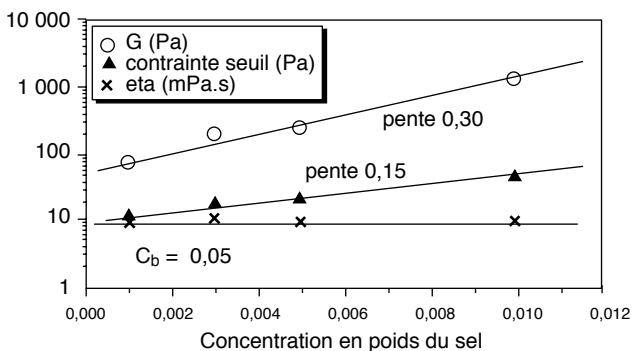


Figure 12

Variation de la contrainte seuil,  $\sigma_c$ , du module élastique,  $G$ , et de la viscosité aux forts gradients,  $\eta$  (eta), en fonction de  $C_s$  (systèmes argile-électrolyte,  $C_B = 0,05$ ).

Variation of yield stress,  $\sigma_c$ , elastic modulus,  $G$ , and high shear rate viscosity,  $\eta$  (eta), as a function of  $C_s$  (clay-electrolyte system,  $C_B = 0.05$ ).

viscosité devient indépendante du gradient de vitesse, ce qui indique que, sous ces conditions, le cisaillement peut disperser complètement les particules indépendamment de l'état d'agrégation initiale.

L'effet du polymère sur la contrainte seuil et sur le module élastique est montré sur la figure 13 pour une valeur de la concentration en bentonite et deux valeurs de la salinité. Les tendances observées peuvent être analysées à l'aide des différents mécanismes qui régissent l'adsorption du polymère sur les particules d'argile.

Pour le xanthane, l'adsorption augmente la charge sur la surface de la particule, ce qui donne un système plus dispersé. Les molécules flexibles du HPAM peuvent s'adsorber sur des particules différentes, ce qui créera des effets de pontage (Hesselink, 1983). Chacun de ces deux effets fait décroître la rigidité de la structure (chute de  $G$  observée pour les deux valeurs de salinité) et sa résistance (chute de la contrainte seuil aux faibles salinités). Pour les salinités supérieures, l'agrégation des particules sera renforcée par celle du polymère. Pour le xanthane, ceci est accentué par la présence des protéines dans l'échantillon (Noik *et al.*, 1993). Pour le HPAM, quand la salinité augmente, les agrégats formés par effet de pontage sont plus résistants car l'énergie d'adsorption augmente. Chacun de ces effets peut expliquer l'augmentation observée pour la contrainte seuil à plus forte salinité.

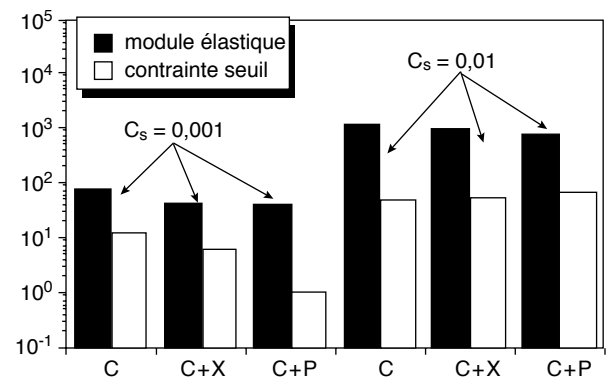


Figure 13

Effet du polymère sur les propriétés mécaniques de la structure sous le seuil. ( $C_B = 0,05$  et  $C_s$  comme montré). C : argile, C + X : argile + 3000 ppm xanthane, C + P : argile + 1000 ppm HPAM.

Effect of polymer on the mechanical properties of structure below yield stress ( $C_B = 0.05$  and  $C_s$  as shown). C : clay, C + X : clay + 3000 ppm xanthane, C + P : clay + 1000 ppm HPAM.

La dissolution partielle du polymère fait augmenter la viscosité du milieu suspendant. Aux faibles concentrations en sel, cette augmentation de la viscosité est accompagnée d'une chute de la contrainte seuil, ce qui conduira à la disparition du minimum dans le rhéogramme. Au contraire, pour les salinités supérieures, l'ajout du polymère fait augmenter le seuil en même temps que la viscosité. Le minimum peut donc réapparaître (Baylocq, 1993).

## CONCLUSION

Le protocole de caractérisation mis au point dans ce travail permet une étude plus approfondie de la rhéologie des fluides de forage. L'ensemble de leurs propriétés a été caractérisé sur toute la gamme de sollicitations : du comportement solide aux faibles déformations au comportement fluide aux taux de déformations intenses.

Dans le contexte du forage pétrolier, des systèmes proches de ceux utilisés sur chantier ont été étudiés. L'influence des constituants sur l'ensemble des propriétés rhéologiques a été étudiée et analysée en termes de différents effets physicochimiques. L'outil de caractérisation présenté ici peut être appliqué par la suite à des systèmes purifiés. Cela permettrait d'effectuer une étude non seulement qualitative mais aussi quantitative de l'action des différents additifs au niveau de la microstructure, sur toute la gamme des sollicitations.

Dans le cas des fluides étudiés, trois propriétés essentielles ont été mises en évidence :

- des temps de restructuration longs de l'ordre de 24 heures ;
- des minimums dans les courbes d'écoulement et des valeurs réelles de seuil importantes ;
- des dépassements de contrainte significatifs qui entraînent des effets transitoires importants.

Ces aspects ont, d'une part, des conséquences importantes sur le choix des fluides. À l'heure actuelle, la qualification des formulations des fluides de forage en regard de leurs propriétés rhéologiques est basée sur les normes de l'*American Petroleum Institute (API)*. Ces normes préconisent des mesures sur une gamme de taux de cisaillement bien plus restreinte que celle étudiée ici. De ce fait, elles peuvent conduire à des valeurs erronées du seuil de contrainte. D'autre part, les procédures utilisées ne permettent pas d'examiner la reprise de consistance du fluide sur des temps longs, ce qui peut masquer complètement des évolutions

prononcées des propriétés. Il est par conséquent très difficile de connaître les propriétés du fluide dans le puits, dans le cas fréquent d'arrêts prolongés des opérations. Le protocole mis au point ici permet de déterminer les propriétés du fluide sur une échelle de temps adaptée à leur cinétique de restructuration et offre donc des critères de sélection couvrant l'ensemble des situations rencontrées en forage.

D'autre part, les propriétés thixotropes marquées des fluides posent de nouveaux problèmes pour l'hydraulique en charge de ces systèmes. En effet, les connaissances actuelles ne permettent pas d'évaluer l'incidence sur la structure et la stabilité des écoulements des variations non monotones de la contrainte, aussi bien avec le taux de cisaillement qu'au cours du temps lors d'un changement de régime, qui ont été mises en évidence dans cette étude. De ce fait, il n'est pas possible de maîtriser l'ensemble des effets susceptibles de se produire pendant les régimes transitoires et qui peuvent nuire à la sécurité des opérations, comme des pressions excessives au-delà des pressions de fracturation de la formation générées par des pics prononcés de la contrainte.

Le modèle utilisé est très bien adapté aux suspensions d'argile et aux systèmes argile-polymère. Il décrit les régimes permanents ainsi que les minimums présents dans les courbes d'écoulement. Mais son intérêt majeur est de donner une bonne description de la thixotropie. Il permet en effet de connaître l'état de la structure et son évolution au cours de l'écoulement ou pendant le repos, quelle que soit l'histoire des déformations. Il offre donc le moyen d'aborder l'hydraulique des fluides thixotropes aussi bien en donnant des bases pour analyser le comportement expérimental en termes d'évolution structurelle que comme outil pour effectuer des simulations numériques réalistes.

## RÉFÉRENCES

- Alderman N.J., G.H. Meeten et J.D. Sherwood (1991), Vane rheometry of bentonite gels. *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, **39**, p. 291.
- Baylocq P. (1993), Rhéométrie et propriétés en écoulement à forte composante élongationnelle des fluides thixotropes à seuil. *Thèse de doctorat de l'Institut national polytechnique de Grenoble*.
- Baylocq P., U. Cartalos et J.M. Piau (1992), Caractérisation rhéologique des fluides de forage modèles. *Cahiers de Rhéologie*, **X**, 3-4, p. 99.
- Coussot P. (1992), Rhéologie des boues et laves torrentielles. Etude des dispersions et suspensions concentrées. *Thèse de doctorat de l'Institut national polytechnique de Grenoble*.

- Coussot P., A. Leonov et J.M. Piau (1993), Rheology of concentrated dispersed systems in low molecular weight matrix. *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, **46**, p. 179.
- Hesslink T. (1983), *Adsorption from solution at the Solid/Liquid Interface*. Parfitt GD, Rochester CH (éds.) Academic press, London.
- Lee L.T., J. Lecourtier and G. Chauveteau (1989), Influence of Calcium on Adsorption Properties of Enhanced Oil Recovery Polymers. *Oil -Field Chemistry, Enhanced Recovery and Production Stimulation, ACS Symposium Series n° 396*, édité par J.K. Brocharde et Teh Fu Yen.
- Loeber, L. (1992), Étude de la structure des cakes d'argile formés sur les parois des puits au cours du forage. *Thèse de doctorat de l'université d'Orléans*.
- Leonov A. (1990), On the rheology of filled polymers. *J. of Rheol.*, **34**, p. 7.
- Lund T et J. Lecourtier (1990), Properties of xanthan solutions after long term heat treatment at 90°C. *Polymer Degradation and Stability*, **27**, p. 211.
- Magnin A. et J.M. Piau (1987), Shear rheometry of fluids with yield stress. *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, **23**, p. 91.
- Magnin A. et J.M. Piau (1990), Cone-and-plate rheometry of yield stress fluids. Study of an aqueous gel. *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, **36**, p. 85.
- Mewis J. (1979), Thixotropy - A general review. *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, **6**, p. 1.
- Moore F. (1959), The rheology of ceramic slips and bodies. *Trans. Brit. Ceramics Soc.*, **58**, p. 470.
- Noik C., F. Monot, D. Ballerini et J. Lecourtier (1993), Characterisation of xanthan-protein complexes obtained with various fermentation conditions. Reprinted from *ACS Symposium series n° 532, Colloid-Polymer Interactions: Particulate, Amphiphilic and biological Surfaces*. The American Chemical Society, édité par P. L. Dubin et P. Tong.
- Sohm R. et T.F. Tadros (1988), Viscoelastic properties of sodium montmorillonite (gelwhite) suspensions. *J. of Colloid Interf. Science*, **132**, p. 62.
- Xie W. et J. Lecourtier (1992), Xanthan behaviour in water based drilling fluids. *Polymer Degradation and Stability*, **38**, p. 155-164.

Manuscrit définitif reçu en février 1997