HAL open science

Comportement mécanique d'une pâte de ciment pétrolier sous température : Effet de la dégradation chimique

Nicolas Burlion, S. Xie, J. Secq, J.F. Shao, J. Saint-Marc, I. Yurtdas

To cite this version:

Nicolas Burlion, S. Xie, J. Secq, J.F. Shao, J. Saint-Marc, et al.. Comportement mécanique d'une pâte de ciment pétrolier sous température : Effet de la dégradation chimique. CFM 2007 - 18ème Congrès Français de Mécanique, Aug 2007, Grenoble, France. hal-03361144

HAL Id: hal-03361144

https://hal.science/hal-03361144v1

Submitted on 1 Oct 2021

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.

Comportement mécanique d'une pâte de ciment pétrolier sous température : effet de la dégradation chimique

I. Yurtdas*, S. Xie, J. Secq**, N. Burlion**, J.F. Shao**, J. Saint-Marc*****

**Groupe Mécanique, Matériaux et Structures, Université de Reims Champagne Ardenne, Rue des crayères, 51687 Reims Cedex*
***Laboratoire de Mécanique de Lille, UMR CNRS 8107, Equipe Mécanique des Géomatériaux Cohérents, Polytech'Lille, Cité Scientifique, 59655 Villeneuve d'Ascq*
****TOTAL Exploration Production, CSTJF, Avenue Larribau, 64018 Pau Cedex*
nicolas.burlion@polytech-lille.fr

Résumé :

Cette étude présente l'influence d'une dégradation chimique sur le comportement thermo-hydro-mécanique (THM) d'une pâte de ciment pétrolier servant de barrière d'étanchéité dans les puits pétroliers. Afin de caractériser l'évolution du comportement THM avec la dégradation, des essais de compression triaxiale cyclique à différentes pressions de confinement avec une pression interstitielle constante sont réalisés sur le matériau à l'état sain et complètement dégradé par le nitrate d'ammonium, sous température de 90 °C. Les résultats obtenus montrent d'importantes évolutions. Le matériau sain présente une très faible phase élastique et une forte phase plastique évoluant avec le confinement. La résistance à la rupture diminue drastiquement après la dégradation chimique conduisant à une augmentation de la porosité. Le coefficient élastique chute également et évolue peu au cours de l'essai. Par ailleurs, un passage clair d'un comportement fragile à un comportement ductile est constaté avec la dégradation, notamment pour des faibles confinements.

Abstract :

This study deals with the influence of a chemical degradation on the thermo-hydro-mechanical (THM) behaviour of an oil cement paste being used as barrier of sealing in the oil wells. In order to characterize the evolution of THM behaviour with degradation, cyclic triaxial compression tests at various confining pressures with a constant pore water pressure are carried out on the material at sound state and completely degraded state by ammonium nitrate, under temperature of 90 °C. The results obtained show important evolutions. The sound material presents a very weak elastic phase and a strong plastic phase evolving with confining. The failure strength decreases substantially due to chemical degradation leading to an increase in porosity. The elastic coefficient also drops after degradation and evolves little during the test. In addition, a clear passage of a fragile behaviour to a ductile one is noted with degradation, in particular for weak confining.

Mots-clefs : Compression triaxiale sous température, dégradation chimique, pâte de ciment pétrolier

1 Introduction

Des pâtes de ciment pétrolier sont utilisées lors des opérations de forage, de bouchage et/ou d'abandon des puits. Elles peuvent également servir comme barrière d'étanchéité pour la séquestration des gaz acides tels que le CO_2 et le H_2S dans les puits après exploitation. Ces pâtes se trouvent alors en présence du chargement mécanique, de la température mais aussi des fluides acides (attaque chimique) dès la mise en place. La présente étude vise ainsi à mettre en évidence l'évolution du comportement termo-hydro-mécanique d'une pâte de ciment avec la dégradation chimique. La compréhension des phénomènes impliqués est très importante pour la prédiction de la durabilité de ces matériaux. Le scénario le plus possible de dégradation sous température pouvant avoir lieu dans des conditions réelles d'un puits pétrolier est la dégradation par l'eau déionizée ou faiblement ionizée du matériau cimentaire. Cette dégradation, non uniforme (Adenot (1992), Carde *et al.* (1996), Gérard (1996), Torrenti *et al.* (1999), Le Bellégo *et al.* (2000), Heukamp *et al.* (2001), Heukamp *et al.* (2003), Burlion *et al.* (2005)), est due à la lixiviation de calcium de principaux produits d'hydratation qui sont la portlandite ($Ca(OH)_2$) et les silicates de calcium hydratés (C-S-H). Le comportement poro-mécanique se dégrade à la suite de cette lixiviation dont l'effet majeur est une augmentation drastique de la porosité. La résistance (Carde *et al.* (1996), Heukamp *et al.* (2001), Heukamp *et al.* (2003)) et le module d'Young (Carde *et al.* (1996), Gérard (1996), Le Bellégo *et al.* (2000)) diminuent. Par ailleurs, un passage de la surface de rupture vers des contraintes faibles (Heukamp *et al.* (2003)) mais aussi d'un comportement fragile à un comportement ductile Carde *et al.* (1996), de même qu'une amplification de la sensibilité du matériau vis-à-vis de la pression interstitielle (Heukamp *et al.* (2001), Heukamp *et al.* (2003)) sont également constatés. Il est clair que les propriétés de transport sont également détériorées suite à cette dégradation chimique. Notons que la bibliographie a montré que le comportement chemo-mécanique est étudié dans la quasi-totalité des cas à température ambiante, ce qui donne un caractère tout à fait original à la présente étude. Afin de caractériser les divers effets de la dégradation chimique, on compare les évolutions du comportement mécanique du matériau à l'état sain et à l'état complètement dégradé. Celui-ci est obtenu par accélération artificielle en utilisant une solution de nitrate d'ammonium NH_4NO_3 à 6 mol/l d'eau à 90°C. Ce type de dégradation a été opté afin de réaliser l'étude en un temps raisonnable. En effet, la dégradation chimique causée par une solution de nitrate d'ammonium sur la pâte de ciment est idéntique à celle causée par l'eau déminéralisée mais permet d'accélérer le processus (Heukamp *et al.* (2001)). Cette dégradation suit une loi linéaire en racine carré du temps $\sqrt{t}$ tant qu'il y a une zone inaltérée et que la composition de la solution chimique reste constante, et peut donc s'exprimer à l'aide des lois de Fick. L'accélération de la dégradation est amplifiée par l'augmentation de la température (Torrenti *et al.* (1999)). Dans la suite, tout d'abord la campagne expérimentale est développée. Ensuite, des principaux résultats obtenus sont présentés et analysés.

2 Mise en œuvre de la campagne expérimentale

Une pâte de ciment pétrolier classique de rapport E/C=0,44 a été utilisée pour réaliser l'étude (Yurtdas *et al.* (2005)). Celle-ci est mise en œuvre avec un ciment de classe G et deux adjuvants : un agent dispersant et un agent anti-mousse. Les éprouvettes sont d'abord conservées pendant 3 jours dans leur moule à une température de 100 °C puis démoulées rapidement et conservées encore 4 jours à 100 °C. Cette température de conservation des éprouvettes est progressivement ramenée à 90 °C (3°C/jour) et les éprouvettes sont encore gardées pendant 1 mois dans l'eau distillée saturée en chaux à 90 °C ; ce protocole a été mis en

œuvre en vue d'obtenir une maturation optimale en un temps limité. Les éprouvettes, obtenues par tronçonnage et rectification sous température, ont un diamètre *ϕ37mm* et une hauteur de *40 mm*. Ces dimensions sont choisies de manière à réaliser les mesures dans un laps de temps raisonnable, notamment pour l'obtention de l'équilibre de pression interstitielle ou du régime permanent lors des essais. Une fois la phase de maturation terminée, les éprouvettes sont séparées, sous température de 90 °C, en deux séries : une série d'éprouvettes est placée dans un fluide neutre (fluide synthétique de composition similaire au fluide interstitiel) et une deuxième série d'éprouvettes est soumise à une dégradation chimique (avec une solution de nitrate d'ammonium NH_4NO_3 -6 mol/l_{H2O}-) jusqu'à l'obtention de la dégradation complète. La solution est régulièrement renouvelée de manière à garder autant que possible une même agressivité du nitrate d'ammonium vis-à-vis de la pâte de ciment. Les éprouvettes de cette deuxième série sont ensuite placées dans l'eau distillée afin de mieux rincer les éprouvettes dégradées avant la réalisation des essais. Par ailleurs, les éprouvettes d'essais sont toujours préservées dans des conditions humides afin d'empêcher la fissuration due à un produit expansif formé lors de la lixiviation. Ensuite, des essais de compression triaxiale à différente pression de confinement (P_c=0, 3, 10, 20 MPa) sur des éprouvettes cylindriques de *ϕ37x40 mm*^{3} à l'état sain et complètement dégradé sont effectuées à 90°C. La pression interstitielle est gardée constante et égale à 2,5 MPa quelque soit la pression de confinement.

3 Présentation et analyse des résultats

Ainsi qu'il a été précisé, des essais de compression multiaxiale ont été effectués à différents confinements. Notons qu'un dispositif expérimental a été spécialement conçu afin de réaliser ces essais sous température. La figure 1 montre, à titre d'illustration, des exemples d'essais réalisés avec des cycles de chargement-déchargement sur des matériaux sain et dégradé. Il s'agit des essais avec une pression de confinement totale égale à P_c=3 MPa et une pression interstitielle de P_i=2,5 MPa.

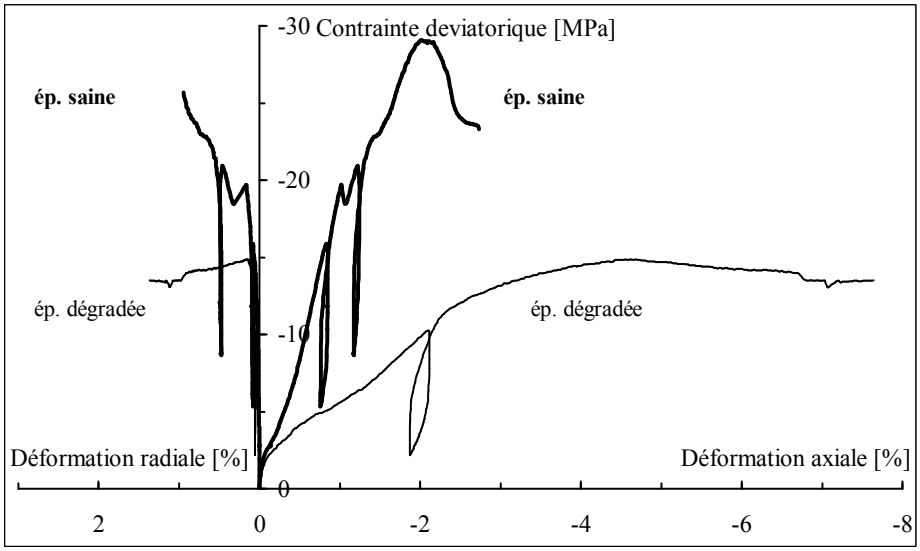

FIG. 1 – Evolution des déformations d'une éprouvette saine et d'une éprouvette dégradée sous compression triaxiale à P_c=3 MPa et P_i=2,5 MPa.

Le principe de l'essai de compression uniaxiale est simple : après la mise en place de l'éprouvette dans le dispositif expérimental, celle-ci est sollicitée jusqu'à la rupture. Lors d'un essai de compression multiaxiale, une fois la pression de confinement est appliquée, le fluide

interstitiel est injecté à une pression de 2,5 MPa (ce fluide sous pression permet également de mesurer la perméabilité). Puis, la vanne de sortie du fluide interstitiel est fermée pour permettre l'augmentation de la pression interstitielle jusqu'à 2,5 MPa. Ensuite, le déviateur est appliqué à l'éprouvette jusqu'à sa rupture. Rappelons que c'est le fluide neutre qui est utilisé lors des essais sur les éprouvettes saines et l'eau distillée lors des essais sur les éprouvettes dégradées. La figure 1 montre qu'aussi bien pour le matériau sain que dégradé une très faible phase élastique et une phase plastique très importante sont constatées. L'hydratation, hétérogène sous température de 90 °C par comparaison à celle homogène sous température ambiante Neville (2000), expliquerait ce comportement. La résistance à la compression chute drastiquement, de 29,1 MPa à 14,9 MPa. Ceci est dû à l'augmentation de la porosité avec la dégradation : elle passe de 37 % à 56 % après la dégradation totale. De même, le module d'élasticité diminue avec la dégradation mais varie peu au cours des cycles de chargement-déchargement. Le comportement mécanique initialement fragile devient ductile avec la dégradation pour une pression de confinement de 3 MPa. Ce passage vers un comportement ductile est également observé avec l'augmentation du confinement pour le matériau à l'état sain. Les essais triaxiaux réalisés ont aussi mis en évidence que la dégradation accélère le passage vers un comportement mécanique élasto-plastique compactant.

La figure 2 présente l'évolution de la résistance à la rupture en fonction de la pression de confinement effective (c'est-à-dire pression totale moins pression interstitielle). La résistance diminue de 60-70 % avec la dégradation. Par ailleurs, l'augmentation de la résistance avec le confinement effective passe de 133 % à 99 % due à l'augmentation de la porosité. Cette dernière conduit également à une chute de cinétique d'augmentation avec le confinement : la cinétique tend vers une asymptote indiquant la limite d'augmentation de la résistance de ce matériau dégradé avec le confinement. Cette figure montre également la résistance à la rupture de l'éprouvette saine et de l'éprouvette dégradée après le préconfinement de 0,5 MPa (symboles ●, ▲). Ces éprouvettes ont subi d'abord un confinement de 3 MPa, suivi d'une pression interstitielle de 2,5 MPa pour la mesure de la perméabilité. Après la mesure de celle-ci, l'éprouvette est complètement déchargée et est rompue sous compression uniaxiale. On constate que la résistance augmente légèrement par rapport aux matériaux ne subissant pas de préconfinement : il se créerait une sorte de resserrage du matériau.

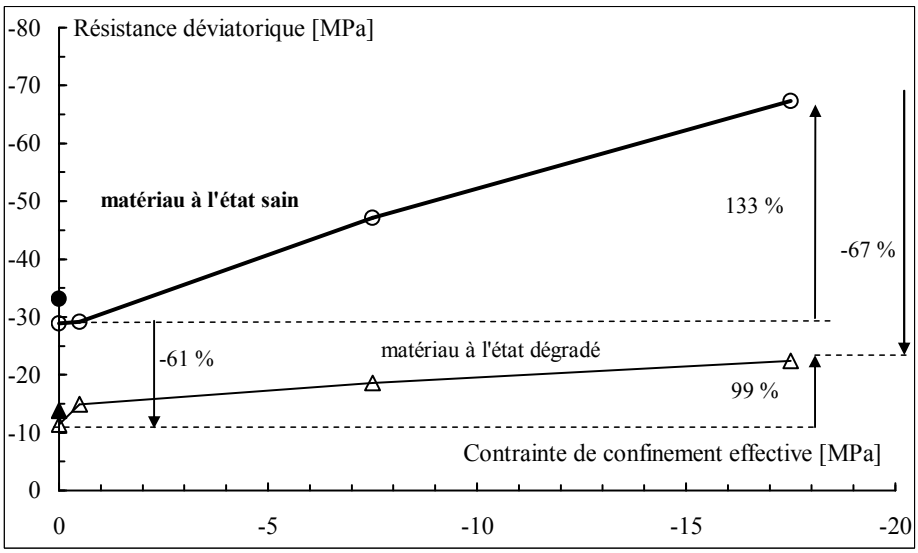

FIG. 2 – Evolution de la résistance à la rupture du matériau à l'état sain et à l'état dégradé en fonction de la contrainte de confinement effective.

Notons qu'une diminution de la résistance déviatorique avec la dégradation en condition drainée est également rapportée par d'autres (Heukamp *et al.* (2003)) sur une pâte de ciment classique de E/C=0,5 à tempréature ambiante. Cependant, il est constaté qu'en condition non drainée, la résistance déviatorique reste constante avec l'augmentation du confinement aussi bien pour la pâte de ciment que pour le mortier (Heukamp *et al.* (2001), Heukamp *et al.* (2003)) : le coefficient de frottement devient presque nul. Le matériau dégradé devient donc très sensible à la pression interstitielle (pression de pore) contrairement au matériau sain. Cette amplification de la sensibilité vis-à-vis de la pression interstitielle du matériau dégradé est attribuée à l'augmentation du coefficient de Skempton traduisant la variation de la pression interstitielle en fonction de la pression de confinement. En effet, pour un matériau dégradé de porosité de 50 %, 90 % de chargement est repris par le fluide interstitiel alors que le chargement repris, pour un matériau sain de porosité initiale de 20 %, est de 20 % seulement Heukamp *et al.* (2001). La sensibilité du matériau à la pression interstitielle dépend de deux endomagements chimiques : l'augmentation de la porosité et la diminution du rapport entre l'incompressibilité du solide et l'incompressibilité du fluide. Le premier est dû principalement au départ de la Portlandite tandis que le second, appelé également endommagement chimique intrinsèque, est dû à la diminution du rapport C/S. Cependant, ce dernier a un effet dominant dans le cas du matériau dégradé.

La figure 3 présente l'évolution du module d'Young des éprouvettes saine et dégradée, en fonction de la contrainte de confinement effective. Les valeurs de modules d'Young sont obtenues à partir du dernier ou de l'avant dernier cycle de chargement-déchargement, dans la phase de chargement. Elles contiennent donc l'effet de compaction dû au confinement. De même que la résistance, le module d'Young diminue également avec la dégradation. De plus, la raideur augmente globalement avec le confinement. Précisons que cette dégradation est aussi à l'origine d'une détérioration du coefficient de Poisson.

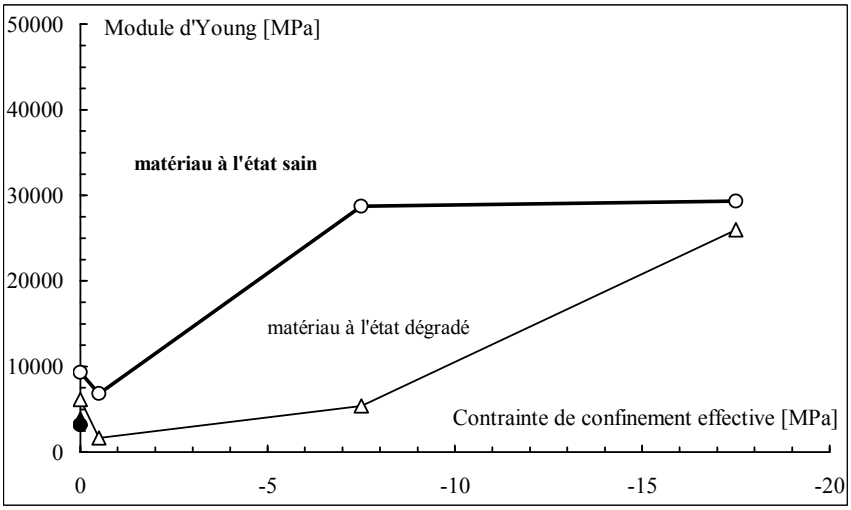

FIG. 3 – Evolution du module d'Young du matériau à l'état sain et à l'état dégradé en fonction de la contrainte de confinement effective.

4 Conclusions

L'influence d'une dégradation chimique sur l'évolution du comportement thermo-hyro-mécanique d'une pâte de ciment pétrolier ordinaire a pu été mise en évidence à travers une étude expérimentale originale. La dégradation chimique a été obtenue par le nitrate

d'ammonium (NH_4NO_3) permettant d'accélérer considérablement le processus (de dégradation). D'importantes variations ont été observées suite à cette dégradation. La pâte de ciment est caractérisée par une très faible phase d'élasticité, par des déformations plastiques très importantes et par une forte capacité de compaction à l'état initial. Les essais multiaxiaux réalisés ont montré que la résistance diminue de 60-70 % après la dégradation qui fait passer la porosité initiale de 37 % à 56 %. Cette dégradation conduit également à une augmentation moins importante de la résistance déviatorique avec la pression de confinement : l'augmentation de 133 % pour le matériau sain tombe à 99 % pour le matériau dégradé. La dégradation est aussi à l'origine d'une diminution des propriétés élastiques et d'un passage d'un comportement fragile à un comportement ductile.

Remerciements : *L'étude proposée fait partie d'un projet global de Maîtrise des Gaz Résiduels que la société TOTAL SA mène dans sa lutte contre le réchauffement climatique. Nous tenons à remercier la société TOTAL EP pour avoir confié cette étude à l'équipe Mécanique des Géomatériaux Cohérents du Laboratoire de Mécanique de Lille, ainsi que la permission de publier ces résultats.*

Références

Adenot F. 1996, Durabilité du béton : caractérisation et modélisation des processus physiques et chimiques de dégradation du ciment, Thèse de doctorat de l'Université d'Orléans.

Burlion N., Bernard D., Chen D., 2005, X-ray microtomography: application to microstructure analysis of cementitious material during leaching process, *Cement and Concrete Research*, **36**, 346-357.

Carde C., François R., Torrenti J.-M., 1996 Leaching of both calcium hydroxide and C-S-H from cement paste : modelling the mechanical behavior, *Cement and Concrete Research*, **26**, 1257-1268.

Gérard B. 1996 Contribution des couplages mécanique - chimie- tranfert dans la tenue à long terme des ouvrages de stockage de déchéts radioactifs, Thèse de doctorat de l'ENS de Cachan et de l'Université Laval.

Heukamp F.H., Ulm F.-J., Germaine J.T., 2001 Mechanical properties of calcium-leached cement pastes: Triaxial stress states and the influence of the pore pressure, *Cement and Concrete Research*, **31**, 767-774.

Heukamp F.H., Ulm F.-J., Germaine J. T., 2003 Poroplastic propreties of calcium-leached cement –based materials, *Cement and Concrete Research*, **33**, 1155-1173.

Le Bellégo C., Gérard B., Pijaudier-Cabot G., 2000 Chemo-mechanical effects in mortar beams subjected to water hydrolysis, *Journal of Engineering Mechanics*, 266-272.

Neville A.M., 2000, Propriétés des bétons, Eyrolles, Paris.

Torrenti J.-M., Didry O., Ollivier J.-P., Plas F., 1999 La dégradation des bétons : couplage fissuration-dégradation chimique, Hermès, Paris.

Yurtdas I., Xie S., Secq J., Burlion N., Shao J.-F., Sibai M., 2005 Etude expérimentale du couplage entre le comportement thermo-hydro-mécanique et la dégradation chimique d'une pâte de ciment pétrolier, Rapport final, étude n°LML-MGC-03-03/A Total-LML phase 1.