

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université Kasdi Merbah Ouargla



Faculté des Hydrocarbures, des Energies
Renouvelables, des Sciences de la Terre et de
l'Univers Département de Forage et Mécanique
Chantier Pétrolier

Mémoire Présenté pour l'obtention du diplôme Master Professional

Spécialité : forage pétrolier

Présentée par : Aiche Omar, Chouiref abdelhadi Houcine, Kadi Aymen

Intitulé :

La caractérisation du ciment pétrolier local

Soutenu publiquement le :07/06/2022

Devant le jury :

Mme. Chaiche Zineb	MAB	Président	U.K.M. Ouargla
Mme. Hadjadj Souad	MCB	Examineur	U.K.M. Ouargla
Mme. Bouhadda Mebarka	MCB	Encadreur	U.K.M. Ouargla

Année universitaire : 2021/2022

Remercîment

Tout d'abord, louange à « ALLAH » qui nous a guidé sur le droit chemin tout au long du travail et nous a inspiré les bons pas et les justes réflexes, sans sa miséricorde, ce travail n'aura pas abouti.

Cette thèse est le fruit d'un peu plus de 5 années de travail, pendant cette période on a collaboré avec plusieurs personnes, ces lignes leurs sont consacrées, cette thèse a été réalisée au laboratoire o.w.c d'usine de Lafarge-Msila.

En premier lieu, on tient à nos sincères remerciements à notre encadrante madame bouhadda, pour l'aide qu'elle a pu apporter à travers ses conseils avisés, ces réflexions toujours enrichissantes et sa disponibilité on ne la remercie jamais assez pour sa patience, pour la confiance qu'elle nous 'avait accordé pour la réalisation de ce travail.

On tient aussi à présenter nos sincères remerciements aux membres de jury, Qui nous a fait l'honneur d'accepter de présider ces jurys, et l'examineur Mme hadjaj Souad et le président de jury Mme chaïche Zineb.

On aimera aussi remercier les membres de nos familles, nos très chers parents, nos frères, leur soutien constant et leurs encouragements tout au long de cette thèse.

Un spécial remerciement pour monsieur le directeur d'usine de Lafarge Mr Luc callebat Pour son accueil et son hospitalité pendant la durée de notre stage.

On dédie cette thèse à nos chers uniques papa(s) et maman(s), en témoignage de notre reconnaissance envers le soutien, les sacrifices et tous les efforts qu'ils ont fait pour notre réussite, et à tous les membres de ma grande famille du petit au grand A tous mes amis(es).

Merci à vous.

Sommaire

Résumé

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale

La Partie 01 : Partie Théorique

Chapitre I : Généralités sur le ciment

I.1. Le ciment portland.....	05
I.2. Les constituants du ciment.....	06
I.3. Principe de fabrication du ciment	08
I.4. Méthodes de fabrication de ciment	10
I.5. L'utilisation du ciment dans domaine des hydrocarbures.....	16
I.6. Les class du ciment pétrolier	16
I.7. Les additifs du ciment pétrolier.....	17

La Partie 02 : Partie Pratique

CHAPITRE II : Les tests expérimentaux

II .1. Présentation de l'usine Lafarge Ciment de M'Sila.....	21
II.2. Les produits de l'usine.....	21
II.3. Principales étapes de production.....	22
II .4. Les tests réalisés.....	22

II.4.1. Les mesures effectuées sur les laitiers du ciment	22
II.4.1.1. L'eau libre.....	23
II.4.1.2 La résistance mécanique.....	26
II.4.1.3 Thickening Time.....	29
II.4.2. Les mesures effectuées sur les échantillons de ciment pétrolier class	
G.....	31
II.4.2.1. Dosage de la chaux libre	31
II.4.2.2. Analyse par fluorescence de perles préparées par fusion de poudres....	33
II.4.2.3. Détermination du Résidu Insoluble.....	36
II.4.2.4. Détermination de la perte au feu à 950 °C.....	37

Chapitre III : Résultats et Interprétation

III.1.1. Présentation des résultats des mesures effectuées sur les échantillons de laitiers et leurs interprétations.....	41
III.1.1. Test de l'eau libre.....	41
III.1.2. Thickening time.....	41
III.1.3 compressive strength.....	41
III.2. Présentation des résultats des mesures effectuées sur les échantillons de ciment s et leurs interprétations.....	42
III.3. Les résultats des paramètres minéralogiques.....	43

CONCLUSION

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. Liste des Tableaux :

N ^o Tableau	Intitulé	N ^o Page
	CHAPITRE I	
Tableau I-1	Notations chimiques et cimentières des principaux constituants du ciment Portland	5
Tableau I-2	Composition chimique moyenne des cendres	7
Tableau I-3	Les fumées de silices.	8
CHAPITRE III		
Tableau III-1	Résultats du test d'eau libre	41
Tableau III-2	Résultats du test de thickening time	41
Tableau III-3	Résultats du test de résistance à la compression	41
Tableau III-4	Résultats des composants chimique	42
Tableau III-4	Résultats d'analyse minéralogique	43

2. Liste des abréviations :

Abréviation	Définition
Api	American pétroleum institue
OWC	Oil well cement
HSR	High sulfate résistance
Psi	Pounds per square inch
B.c	Burden consistency
VFF	Volume du free fluide (l'eau libre)
D	Densité
V	Volume
M	Masse

3. Liste des Figures :

N ^o Figure	Intitulé	N ^o Page
	CHAPITRE I	
Figure I-1	Fabrication du ciment	10
Figure I-2	Le schéma des méthodes de la fabrication du ciment	11
Figure I-3	schema de fabrication du ciment par la voie seche	13
Figure I-4	La fabrication du ciment par la voie humide	15
	CHAPITRE II	
Figure II-1	Usine Lafarge Ciment de M'Sila	21
Figure II-2	Les produites fabriqué par l'usine	22
Figure II-3	Constant speed mixer	24
Figure II-4	Erlenmeyer	24
Figure II-5	Thermocouple	24
Figure II-6	Potentiomètre	25
Figure II-7	Consistomètre	25
Figure II-8	teste free fluide après 20 min	25
Figure II-9	Bain thermostat	27
Figure II-10	Moule	27
Figure II-11	Chronomètre	27
Figure II-12	Pied à Coulisser	28
Figure II-13	Près de résistance	28
Figure II-14	Consistometer HT/HP	30
Figure II-15	Potentiomètre	30
Figure II-16	Balance de précision	32
Figure II-17	Creuset	32
Figure II-18	Four à moufle	38
Figure II-19	Dessiccateur	38

4. Nomenclature :

Elément	Formule chimique
Le silicate tricalcique	$3\text{CaO}.\text{SiO}_2$
Le silicate bicalcique	$2\text{CaO}.\text{SiO}_2$
L'aluminate tricalcique	$3\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3$
L'alumino-ferrite tétracalcique	$4\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3.\text{Fe}_2\text{O}_3$
La magnésie	MgO
Chaux	CaO
Silice	SiO_2
Alumine	Al_2O_3
Hématite	Fe_2O_3
Oxyde de soufre	SO_3
Oxyde de potassium	K_2O
Périclase	MgO
Eau	H_2O
Le sulfate de calcium (Le gypse)	CaSO_4
Acide chlorhydrique	HCl
Ethylène glycol	$\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$
Oxyde de sodium	Na_2O
Tri calcium silicate	C_3S
Cyclohexane	C_6H_{12}

ملخص

منذ حوالي قرن استخدم الاسمنت على نطاق واسع في مجال التنقيب عن المحروقات لفصل الطبقات الجيولوجية عن بعضها البعض. خلال فترة استغلال المحروقات في الجزائر كانت تتم سمننة الابار بالاسمنت المستورد وفي الوقت الحالي يتم انتاج اسمنت مخصص لسمننة الابار البترولية محليا في مصنع لافارج بالمسيلة. لذلك كان الهدف من هذه المذكرة هو معرفة خصائص الاسمنت المحلي ومقارنته مع الاسمنت المستورد وقد اثبتت النتائج المحصل عليها ان الاسمنت المصنوع محليا يستوفي جميع المعايير المحددة وفق المعهد الامريكي للبترول.

الكلمات المفتاحية: محروقات، اسمنت محلي، اسمنت مستورد

Résumé :

Depuis près d'un siècle, les ciments sont largement utilisés dans les sondages pétroliers, leur objectif essentiel réside dans la séparation de diverses zones productrices.

Pendant la période d'exploitation des hydrocarbures en Algérie, les puits étaient cimentés avec du ciment importé, et à l'heure actuelle, le ciment pour puits de pétrole est produit localement à l'usine Lafarge de Msila.

Le but de présente étude est de caractériser le ciment local et de le comparer avec le ciment importé.

Les résultats obtenus ont prouvé que le ciment fabriqué localement répond à toutes les normes spécifications de l'American Petroleum Institute.

Mots clés : Hydrocarbures, ciment local, ciment importé.

Abstract:

For almost a century, cements have been widely used in hydrocarbons drilling, their essential purpose lies in the separation of various producing zones.

During the period of hydrocarbon exploitation in Algeria, the wells were cemented with imported cement, and at present, oil well cement is produced locally at the Lafarge plant in Msila.

Therefore, the purpose of this work is to know the characteristics of the locally produced cement and to compare it with the imported cement.

The results obtained proved that the locally manufactured cement meets all the standards specified by the American Petroleum Institute.

Keywords : Hydrocarburons, local cement, imported cement.

Introduction Générale

Introduction Générale

L'Algérie dispose de richesses naturelles considérables en réserves pétrolières et de gaz naturel où elle occupe des places importantes mondialement en matière de production et d'exportation de ces derniers.

L'exploitation d'un gisement des hydrocarbures a pour but d'extraire les hydrocarbures jusqu'à la surface avec des conditions de mise en œuvre favorables, la cimentation est l'opération indispensable et déterminante lors d'un forage pétrolier du fait qu'elle garantit la fiabilité de la production, elle est considérée également comme l'étape primordiale qui a un impact direct sur la durée de vie des puits pétroliers.

Un laitier de ciment se compose d'un ciment, eau et des additifs. Ainsi, afin d'obtenir une formulation de laitier de ciment convenable aux conditions de puits, une série de tests est effectuée au sein de laboratoire avant l'exécution de l'opération de cimentation où toutes les conditions de mise en œuvre sont prises en considération.

Pendant la période d'exploitation des hydrocarbures en Algérie, les puits étaient cimentés avec du ciment importé, et à l'heure actuelle, le ciment des puits de pétrole est produit localement à l'usine Lafarge de Msila, par conséquent, le but de ce travail était de comparer le ciment fabriqué localement avec le ciment importé.

➤ Ce travail est présenté comme suite :

- Le premier chapitre destiné à l'étude bibliographique sur le ciment, dans ce chapitre nous avons exposé les méthodes de fabrication de ciment.
- Le deuxième chapitre dans lequel nous présentons l'usine Lafarge Holcim M'sila Hammam Dalla et les tests expérimentaux effectués pour caractériser le ciment algérien et les laitiers de ciment préparés par ce dernier.
- Le troisième chapitre dans lequel les résultats obtenus sont présentés et discutés.

Chapitre I

Généralités sur le ciment pétrolier

Les ciments sont des matériaux polyphasiques, poreux, et évolutifs dans le temps, l'analyse de la microstructure des ciments est nécessaire pour connaître précisément ces matériaux et leur comportement, les ciments usuels, appelés aussi liants hydrauliques, ne cessent d'être améliorés et appartiennent de plus en plus à la gamme des produits de haute technicité.

À nos jours, le ciment est un produit industriel qui existe sous des formes variées pour des multiples utilisations (bâtiment, infrastructures, isolation, ouvrages d'art, étanchéité des puits pétroliers, ...), les liants hydrauliques ont la propriété de s'hydrater en présence d'eau et cette hydratation transforme la pâte qui a une consistance de départ plus ou moins fluide, solide pratiquement insoluble.

I.1. Le ciment portland

Le ciment portland est un mélange de Clinker et de sulfate de calcium (gypse) finement broyés, aux quels sont ajoutés des constituants secondaires. (Bogue 1955).

Autrement, le ciment est un matériau inorganique qui joue le rôle d'un liant hydraulique au contact de l'eau, forme une pâte qui fait prise et durcit progressivement pour devenir un matériau solide qui résulte de réactions chimiques complexes, le ciment ordinaire anhydre est constitué de clinker, de gypse, éventuellement d'additions minérales inertes ou actives (ex. Fumée de silice, cendre volante) et des produits minéraux ou organiques (adjuvants), les abréviations correspondent aux notations normalisées de la chimie des ciments sont présentées dans le tableau (I.1).(voir tableau I.1) [01]

Tableau I.1 : Notations chimiques et cimentières des principaux constituants du ciment Portland

Nom	Oxyde	Notation cimentière	Teneurs massique
Chaux	CaO	C	62-67 %
Silice	SiO ₂	S	19-25 %
Alumine	Al ₂ O ₃	A	2-9 %
Hématite	Fe ₂ O ₃	F	1-5 %
Oxyde de soufre	SO ₃	S	1-3 %
Oxyde de potassium	K ₂ O	K	///
Périclase	MgO	M	0-3 %
Eau	H ₂ O	H	28-42%

I.2. Les constituents du ciment

- **Clinker :**

Selon Bogue (1952), le clinker est le constituant principal du ciment Portland. Le clinker est le résultat de la cuisson à 1450°C d'un mélange de 80% de calcaire et de 20% d'argiles (le cru). A haute température, le calcaire perd du dioxyde de carbone, par la suite, la chaux, la silice et l'alumine se recombinent pour former :

- Le silicate tricalcique $3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ (C_3S) (50-70% du clinker).
- Le silicate bicalcique $2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ (C_2S) (10-30% du clinker).
- L'aluminate tricalcique $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ (C_3A) (2-15% du clinker).
- L'alumino-ferrite tétracalcique (Ferro-aluminate tétracalcique) $4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ (C_4AF) (5-15% du clinker).

Le clinker contient encore en faibles quantités, sous forme de solution solide ou pris dans des combinaisons complexes, des alcalis (Na_2O , K_2O), de la magnésie (MgO), diverses traces de métaux.

La teneur en alcalis et magnésie doit rester faible, car ces matières peuvent influencer défavorablement la stabilité du ciment durci. A l'aide du microscope, on peut distinguer la structure minéralogique du clinker en trois phases, auxquelles les chercheurs donnèrent les noms suivants :

A = alite (phase cristallisée), se présente sous la forme de cristaux polygonaux assez Grands (grains anguleux fonces) de l'ordre de 50μ .

B = beline (phase vitreuse), se trouve sous forme impure dans le clinker (grains Légèrement arrondis et rayés).

C = celte (phase vitreuse légèrement foncée et claire), se trouve dans le clinker sous Forme impure et de phase vitreuse. [1]

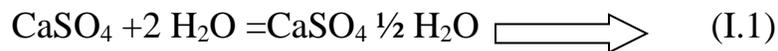
- **Le sulfate de calcium Le gypse (CaSO_4) :**

Le gypse est une roche blanche, d'aspect mat, finement cristallin, tendre (rayable à l'ongle) et de densité 2,3. Quelques traces jaunes de soufre peuvent apparaître, il est constitué en majeure partie de sulfate de calcium hydraté ($\text{CaSO}_4 \cdot 2(\text{H}_2\text{O})$), le gypse est très pur (souvent 98%) et ne nécessite pas de purification lors de son exploitation.

Le sulfate de calcium (gypse : $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) est un régulateur de prise ajouté en faible quantité aux autres constituants du ciment au cours de sa fabrication de 3 à 5% de la masse du ciment.

La teneur en SO_3 ne doit pas dépasser 3.5% dans le ciment, pour chaque nature de clinker, il existe un pourcentage optimal de gypse qui donne à la fois les meilleures résistances et le retrait minimal.

Pendant le broyage sous l'effet de la température atteinte pendant le broyage et le stockage, le gypse va se déshydrater en plâtre, éventuellement en anhydrite et modifier le comportement rhéologique du ciment.



- **Les cendres volantes :**

Elles sont les produits pulvérulents de grande finesse, provenant du dépoussiérage des gaz de combustion des centrales thermiques. On distingue :

- Les cendres volantes siliceuses (V) qui ont des propriétés pouzzolaniques
- Les cendres volantes calciques (W) qui ont des propriétés hydrauliques et parfois pouzzolaniques. [02]

La composition chimique moyenne des cendres est produite dans le tableau (I.2) Suivant : (voir tableau I.2)

Tableau I.2 : Composition chimique moyenne des cendres.

Elément	Pourcentage
SiO_2	50
Al_2O_3	30
Fe_2O_3	8
CaO	2
Na_2O	5

- **Les pouzzolanes (P) :**

Elles peuvent être d'origine volcanique (cendres de volcans), animale ou végétale.

Certains matériaux comme l'argile, les schistes peuvent, après chauffage, broyage, développer

Des propriétés analogues. [03]

- **La fumée de silice :**

Les fumées de silices sont un sous-produit de l'industrie du silicium et de ses alliages. Elles sont formées de particules sphériques de très faible diamètre (de l'ordre de 0,1 μm). Pour entrer dans la composition d'un ciment en tant que constituant principal, elles doivent être présentes pour au moins 85 % (en masse), les fumées de silices utilisées dans l'industrie Cimentaire doivent satisfaire aux conditions suivantes : (voir tableau I.3) [03]

Tableau I.3: Les fumées de silices.

Silice amorphe	$\text{SiO}_2 \geq 85$ en masse
Perte au feu	$\leq 4\%$ en masse
Aire massique	≥ 15 m ² /g

- **Les schistes calcinés :**

Ils sont produits dans un four à 800°C, ils contiennent des phases de clinker, des petites quantités de chaux libres (CaO) et des sulfates de calcium, ainsi que des oxydes. En quantité plus importantes, ils ont de fortes propriétés hydrauliques pouzzolaniques.

Les schistes calcinés, finalement broyés, doivent avoir une résistance à la compression d'au moins 25MPa à 28 jours, leur expansion doit être inférieure à 10mm en utilisant un mélange de 30% en masse de schistes calcinés broyés et de 70% en masse de ciment de référence. [1]

- **Les fillers :**

Ce sont des "constituants secondaires" des ciments, donc ils ne peuvent jamais excéder 5% en masse dans la composition du ciment, ce sont des matières minérales, naturelles ou artificielles qui agissent par leur granulométrie sur les propriétés physiques des liants (maniabilité, pouvoir de rétention d'eau). [2]

I.3. Principe de fabrication du ciment

Le ciment Portland artificiel, est un produit moulu du refroidissement du clinker qui contient un mélange de silicates et d'aluminates de calcium porté à 1450 – 1550 °C, température de fusion.

Le ciment usuel est aussi appelé liant hydraulique, car il a la propriété de s'hydrater et de durcir en présence d'eau et par ce que cette hydratation transforme la pâte liante, qui a une consistance de départ plus ou moins fluide, en un solide pratiquement insoluble dans l'eau.

Ce durcissement est dû à l'hydratation de certains composés minéraux, notamment des Silicates et des aluminates de calcium.

Le principe de la fabrication du ciment est le suivant :

1. Calcaires et argiles sont extraits des carrières, puis concassés, homogénéisés, portés à haute température de 1450 °C dans un four, le produit obtenu après refroidissement rapide (la trempe) est le clinker

Un mélange d'argile et de calcaire est chauffé. Au début, on provoque le départ de l'eau de mouillage, puis au-delà de 100 °C, le départ d'eau d'avantage liée, à partir de 400°C commence la composition en gaz carbonique (CO₂) et en chaux (CaO), du calcaire qui est le Carbonate de calcium (CaCO₃).

Le mélange est porté à 1450-1550 °C, température de fusion, le liquide ainsi obtenu

Permet l'obtention des différentes réactions.

2. On suppose que les composants du ciment sont formés de la façon suivante : une partie de CaO est retenu par Al₂O₃ et Fe₂O₃ en formant une masse liquide, le SiO₂ et CaO restant réagissent pour donner le silicate bicalcique dont une partie se transforme en silicate tricalcique dans la mesure où il reste encore du CaO non combiné.

- La fabrication de ciment se réduit schématiquement aux opérations Suivantes :(fig. I-1)
- ✓ L'extraction de la matière dans la carrière et son homogénéisation
 - ✓ La préparation des matières premières afin de constituer le cru (ou la pâte)
 - ✓ La cuisson aboutissant à la création du clinker
 - ✓ Le broyage du clinker et des ajouts pour fabriquer le ciment
 - ✓ Le stockage et l'expédition des ciments

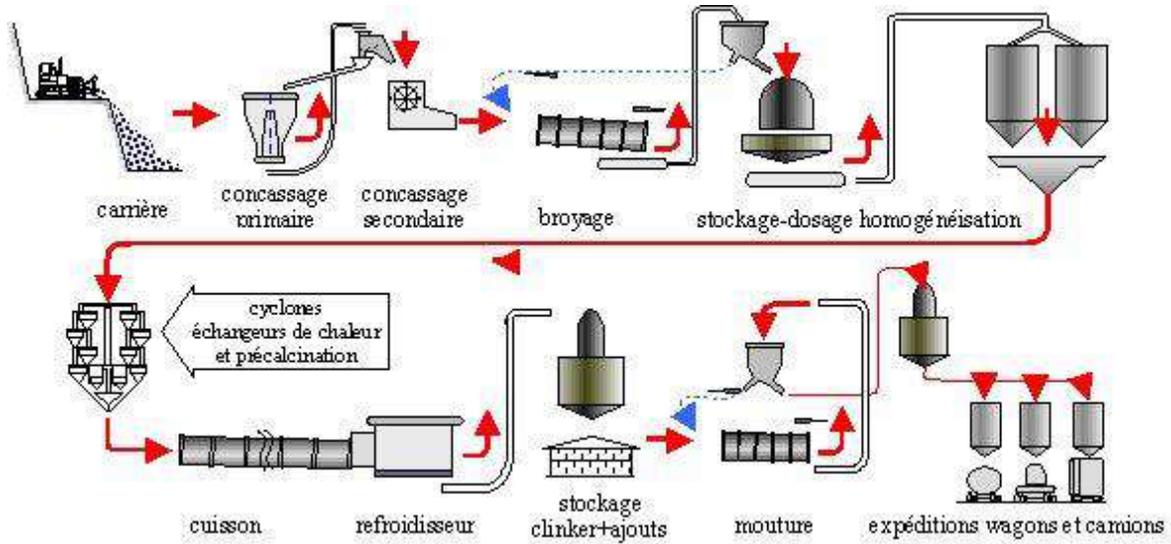


Figure I-1 : schéma de Fabrication du ciment [02]

I.4.Méthodes de fabrication de ciment

Il existe 4 méthodes de fabrication du ciment qui dépendent essentiellement du matériau : (voir figure I-2)

- Fabrication du ciment par voie humide (la plus ancienne).
- Fabrication du ciment par voie semi-humide (en partant de la voie humide).
- Fabrication du ciment par voie sèche (la plus utilisée).
- Fabrication du ciment par voie semi-sèche (en partant de la voie sèche).

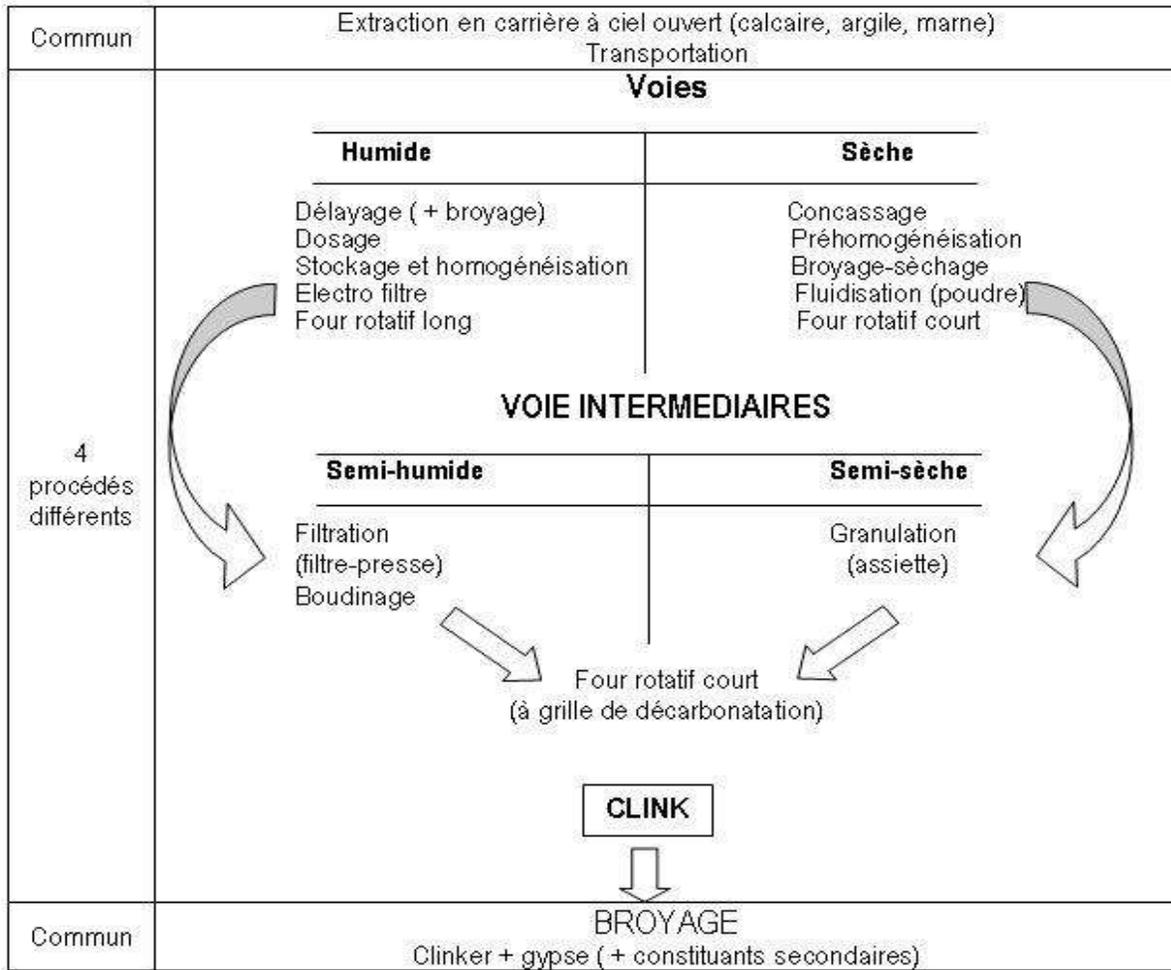


Figure I-2 : Le schéma des méthodes de la fabrication du ciment [02]

Dans les paragraphes suivants on va expliquer les deux méthodes les plus utilisées dans la fabrication du ciment:

1. Fabrication par voie sèche :

Les ciments usuels sont fabriqués à partir d'un mélange de calcaire (CaCO_3) environ de 80% et d'argile ($\text{SiO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$) environ de 20%, selon l'origine des matières premières, ce mélange peut être corrigé par apport de bauxite, oxyde de fer ou autres matériaux fournissant le complément d'alumine et de silice requis. (Voir figure I-3)

Après avoir finement broyé, la poudre est transportée depuis le silo homogénéisateur jusqu'au four, soit par pompe, soit par aérogليسeur.

➤ Les fours sont constitués de deux parties :

- Un four vertical fixe, préchauffeur (cyclones échangeurs de chaleur).
- Un four rotatif.

Les gaz réchauffent la poudre crue qui circule dans les cyclones en sens inverse, par gravité. La poudre s'échauffe ainsi jusqu'à 800 °C environ et perd donc son gaz carbonique (CO₂) et son eau.

La poudre pénètre ensuite dans un four rotatif analogue à celui utilisé dans la voie humide, mais beaucoup plus court.

➤ La méthode de fabrication par voie sèche pose aux fabricants d'importants problèmes techniques :

- La ségrégation possible entre argile et calcaire dans les préchauffeurs. En effet, le système utilisé semble être néfaste et en fait, est utilisé ailleurs, pour trier des particules. Dans le cas de la fabrication des ciments, il n'en est rien, la poudre reste homogène et ceci peut s'expliquer par le fait que l'argile et le calcaire ont la même densité (2,70 g/cm³). De plus, le matériel a été conçu dans cet esprit et toutes les précautions ont été prises.
- Le problème des poussières. Ce problème est rendu d'autant plus aigu, que les pouvoirs publics, très sensibilisés par les problèmes de nuisance, imposent des conditions draconiennes.
- Ceci oblige les fabricants à installer des dépoussiéreurs, ce qui augmente considérablement les investissements de la cimenterie, les dépoussiéreurs sont constitués de grilles de fils métalliques portés à haute tension et sur lesquels viennent se fixer des grains de poussière ionisée.
- Ces grains de poussière s'agglomèrent et sous l'action de vibreurs qui agitent les fils retombent au fond du dépoussiéreur où ils sont récupérés et renvoyés dans le four, en dehors des panes, ces appareils ont des rendements de l'ordre de 99%, mais absorbent une part importante du capital d'équipement de la cimenterie.
- Le problème de l'homogénéité du cru est délicat, nous avons vu comment il pouvait être résolu au moyen d'une pré homogénéisation puis d'une homogénéisation.

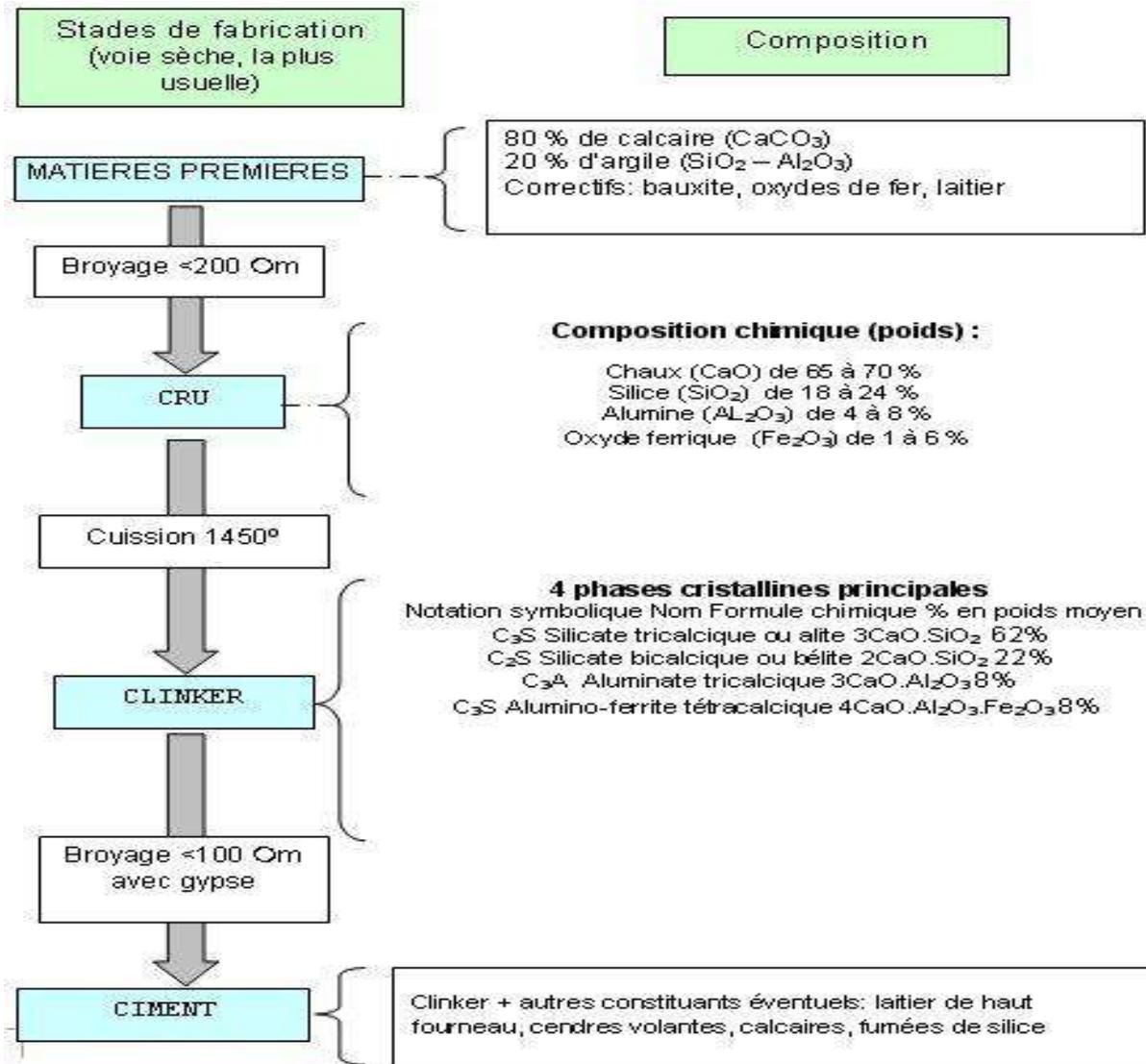


Figure I-3: schéma de fabrication du ciment par la voie sèche [02]

1. Fabrication Par voie humide

Cette voie est utilisée depuis longtemps, c'est le procédé le plus ancien, le plus simple Mais qui demande le plus d'énergie.

Dans ce procédé, le calcaire et l'argile sont mélangés et broyés finement avec l'eau de Façon, à constituer une pâte assez liquide (28 à 42% d'eau), on brasse énergiquement cette pâte dans de grands bassins de 8 à 10 m de diamètre, dans lesquels tourne un manège de herses.

La pâte est ensuite stockée dans de grands bassins de plusieurs milliers de mètres cubes, où elle est continuellement malaxée et donc homogénéisée, ce mélange est appelé le cru.

Les analyses chimiques permettent de contrôler la composition de cette pâte, et d'apporter les corrections nécessaires avant sa cuisson.

La pâte est ensuite envoyée à l'entrée d'un four tournant, chauffé à son extrémité par une flamme intérieure, un four rotatif légèrement incliné est constitué d'un cylindre d'acier dont la longueur peut atteindre 200 mètres, on distingue à l'intérieure du four plusieurs zones, dont les 3 zones principales sont :

- Zone de séchage.
- Zone de décarbonatation.
- Zone de clinkérisation.

Les parois de la partie supérieure du four (zone de séchage - environ 20% de la longueur du four) sont garnies de chaînes marines afin d'augmenter les échanges caloriques entre la pâte et les parties chaudes du four.

Le clinker à la sortie du four, passe dans des refroidisseurs (trempe du clinker) dont il existe plusieurs types (refroidisseur à grille, à ballonnets). La vitesse de trempe a une influence sur les propriétés du clinker (phase vitreuse).

De toutes façons, quel que soit la méthode de fabrication, à la sortie du four, on a un même clinker qui est encore chaud d'environ 600-1200 °C. Il faut broyer celui-ci très finement et très régulièrement avec environ 5% de gypse CaSO_4 afin de « régulariser » la prise.

Le broyage est une opération délicate et coûteuse, non seulement parce que le clinker est un matériau dur, mais aussi parce que même les meilleurs broyeurs ont des rendements énergétiques déplorables.

Les broyeurs à boulets sont de grands cylindres disposés presque horizontalement, Remplis à moitié de boulets d'acier et que l'on fait tourner rapidement autour de leur axe (20t/mn) et le ciment atteint une température élevée (160°C), ce qui nécessite l'arrosage extérieur.

Des broyeurs, on introduit le clinker avec un certain pourcentage de gypse en partie haute et on récupère la poudre en partie basse.

Dans le broyage à circuit ouvert, le clinker ne passe qu'une fois dans le broyage.

Dans le broyage en circuit fermé, le clinker passe rapidement dans le broyeur puis à la sortie, est trié dans un cyclone, le broyage a pour but, d'une part de réduire les grains du clinker

en poudre, d'autre part de procéder à l'ajout du gypse (environ 4%) pour réguler quelques propriétés du ciment portland (le temps de prise et de durcissement).

A la sortie du broyeur, le ciment a une température environ de 160 °C et avant d'être transporter vers des silos de stockages, il doit passer au refroidisseur à force centrifuge pour que la température de ciment reste à environ 65 °C. (Voir figure I-4)

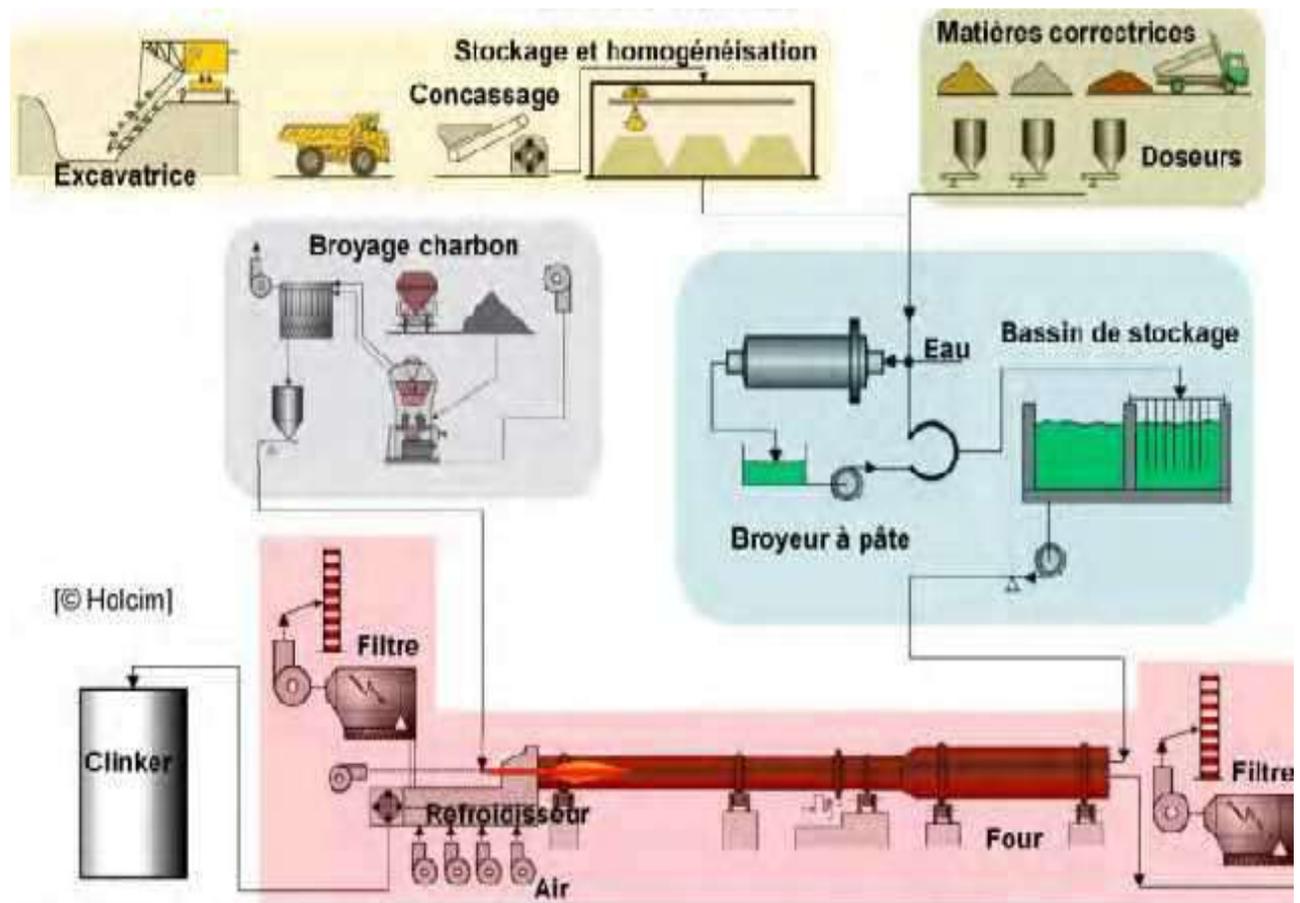


Figure I-4 : la fabrication du ciment par la voie humide [02]

I.5.L'utilisation du ciment dans domaine des hydrocarbures

L'industrie cimentière met aujourd'hui à la disposition de l'utilisateur un grand nombre de ciments qui présentent des caractéristiques précises et adaptées à des domaines d'emploi déterminés.

De compositions, de résistances, de vitesse de prise et durcissement répond aux usages très divers qui sont faits du béton sur chantier ou en usine, pour la réalisation de bâtiments ou de structures de génie civil et même si au domaine des hydrocarbures le ciment est utilisé pour plusieurs opération come suite :

A. Cimentation d'un tubage :

- Assurer l'étanchéité entre le tubage et la formation.
- Assurer le bon ancrage du tubage.
- Prévenir l'éboulement des parois du puits.
- Fermer les couches à haute pression pour éliminer les risques d'éruption.
- Réaliser la séparation entre les différentes couches productrices pouvant contenir des fluides différents à des pressions différentes.
- Protéger les tubages en place contre les effluents provenant de la formation et faire face à la corrosion électrochimique.
- Éviter la pollution des nappes phréatique.
- Prévention du dévissage des tubages pour le prochain forage.
- Assurer une longévité du puits

B. L'injection d'un laitier de ciment colmatant pendant les pété de circulation lors du forage.

C. Neutraliser ou abandonner un puit.

D. Un bouchon de ciment pour une déviation.

I.6.Les class du ciment pétrolier

Il existe diverses catégories de ciment, définies par des normes fixées par l'institut américain de pétrole API, ces catégories sont déterminées selon la profondeur et la température de fond du puits, ce classement permet de résoudre pratiquement tous les problèmes posés par la cimentation dans les sondages :

- **Classe A** : utilisé de la surface jusqu'à 6000 pieds (1829 m), lorsque aucune caractéristique particulière n'est demandée. Type ordinaire.
- **Classe B** : utilisé de la surface jusqu'à 6000 pieds (1829 m), lorsque les conditions nécessitent une résistance modérée ou élevée aux sulfates.
- **Classe C** : utilisé de la surface jusqu'à 6000 pieds (1829 m), lorsque les conditions nécessitent une haute résistance initiale. Disponible en type ordinaire et en type à résistance modérée ou élevée aux sulfates.
- **Classe D** : utilisé de 6000 à 10000 pieds (1829 à 3048 m) en conditions de température et pression modérément élevées. Disponible dans les deux types, résistance modérée et élevée aux sulfates.
- **Classe E** : utilisé de 10000 à 14000 pieds (3048 à 4268 m), dans des conditions de température et pression élevées. Disponible dans les deux types, résistance modérée et élevée aux sulfates.
- **Classe F** : utilisé de 10000 à 16000 pieds (3048 à 4877 m), dans des conditions de température et pression très élevées. Disponible dans les deux types, résistance modérée et élevée aux sulfates.
- **Classe G** : utilisé comme ciment de base pour cimenter de la surface jusqu'à 8000 pieds tel que ou, avec des accélérateurs ou retardateurs de prise afin de couvrir une large gamme de profondeurs et de températures. Disponible dans les deux types, résistance modérée et élevée aux sulfates.
- **Classe H** : utilisé dans les mêmes conditions que le ciment classe G, mais prévu pour des densités de laitier supérieures. Disponible en type, moyenne résistance aux sulfates.
- **Classe J** : utilisé de 12000 à 16000 pieds (3660 à 4880 m) pour des températures et pressions extrêmement élevées. [04]

I.7. Les additifs du ciment pétrolier

On peut définir tout simplement le laitier de ciment par le mélange entre le ciment et l'eau de gâchage, ce dernier doit répondre à certaine exigence et pour cela on doit ajouter des additifs. [04]

Définition des additifs :

Les additifs sont des produits chimiques que nous mélangeons avec le ciment soit à sec dans le ciment, soit à l'eau de mixage en vue d'obtenir un laitier aux propriétés particulières, ces additifs peuvent être classés en sept grandes familles. [05]

• Accélérateurs :

Ces additifs sont destinés à accélérer le durcissement du ciment. Les accélérateurs permettent d'accélérer la prise du ciment, d'augmenter la résistance initiale et de pouvoir reformer plus rapidement.

• Retardateurs :

On utilise des retardateurs pour permettre d'ajuster le temps de pompabilité du ciment à la valeur désirée car dans un grand nombre de cas le ciment fait prise trop rapidement pour laisser le temps à la l'opération de le mettre en place.

• Dispersants :

Ces produits comme leur nom indiquent, vont disperser les grains de ciment en suspension dans l'eau, provoquant ainsi une fluidification du laitier de ciment. Leur mode d'action est voisin de celui Des retardateurs, car ils enrobent les grains de ciment d'une fine pellicule chargée électriquement.

• Allégeant :

Ce sont des matières inertes légères mélangées au ciment dont l'effet est d'une part de réduire la densité des laitiers, d'autre part d'en réduire les coûts. Par contre, la plupart des allégeant ont un effet sur le temps de prise et sur la résistance à la compression du ciment. Il sera souvent nécessaire de compenser par des additifs appropriés.

• Alourdissant :

Les alourdissant ont pour rôle :

- Augmenter le rendement du laitier sans réduire l'eau de mixage.
- Contrôler les pressions de fond élevées.

Parmi les principaux Alourdissant citons : la baryte, les oxydes de fer.

• Agents de contrôle de filtration :

Ils évitent la perte d'eau du laitier par filtration dans les formations perméables, ce qui risque de déclencher, soit une prise intempestive, soit une absence de prise due à l'absence d'eau nécessaire à l'hydrolyse et à la cristallisation de composants du ciment.

- **Agents spéciaux :**

Il y a deux types d'agents spéciaux :

- Les anti-moussants : Ils évitent l'excès de mousse produit au mixage de, cela risque d'interférer avec le bon fonctionnement des pompes,
- Les gélifiants : Ils modifient les caractéristiques thixotropiques de certain laitier.

CHAPITRE II

LES TESTES EXPÉRIMENTAUX

Ce chapitre comporte les essais sur le ciment pétrolier class G local et importé, effectués au sein de laboratoire O.W.C de Lafarge de M'SILA.

II .1. Présentation de l'usine Lafarge Ciment de M'Sila

L'usine du ciment Lafarge est située dans Wilaya de M'Sila, commune Hammam Dalla, D'Bil, il est mis en service en 2003, cette usine a une capacité de production annuelle de 5.3 millions de tonnes de ciment par ans [06] (voir figure II.1)



FigureII-1 : Usine Lafarge Ciment de M'Sila [06]

II.2. Les produits de l'usine

- « Chamil », CPJ - CEM II/B 32,5 R NA442 est un ciment de très haute qualité pour tous les usages courants (logement individuel, travaux de finition...etc.).
- « Mâtine », CPJ - CEM II/B 42,5 R NA442 est destiné aux constructions qui nécessitent performance et haute résistance, telles que les grands édifices.
- « Moukaouem », CPJ - CEM I 42,5 N-SR3 NA442 est un ciment résistant aux sulfates. Il est destiné aux réalisations en milieu chimiquement agressifs et certains ouvrages spéciaux tels que les barrages, canalisation...etc.
- « OWC class G », CRS - ciment pétrolier pour les puits pétrole et gaz, Un ciment très haute qualité pour tous les forages pétroliers. [06] (voir **figure II.2**)



FigureII-2 : Les produits fabriqués par l'usine[06]

II.3. Principales étapes de production

- Extraction matières premières
- Préparation de la matière crue (concassage et pré- homogénéisation)
- Broyage de la matière crue et stockage
- Clinkérisation (cuisson dans les fours à 1450°C)
- Broyage du ciment et stockage dans 5 silos
- Ensachage et expédition en sacs ou vrac [06]

II .4. Les tests réalisés :

On a fait plusieurs tests sur des laitiers préparés par le ciment local et d'autres préparés par le ciment importé d'une part et d'autre part on a réalisés des tests pour les caractérisations chimiques des échantillons de ciment local (classe G) et des échantillons de ciment importé.

II.4.1. Les mesures effectuées sur les laitiers de ciment class G :

➤ **La préparation du laitier de ciment est faite selon le protocole suivant :**

- Le ciment à tester doit être scellé dans un sac ensuite tamisé à 850 µm, le refus doit être jeté,
- La palle doit être pesée et positionnée lame vers le haut dans le Constant speed mixer,
- Pesage d'une quantité de ciment 792 ± 0.5 g dans un bol qui doit être sec,
- Pesage d'une quantité de d'eau distillé 349 ± 0.5 g,

- Il est important de noter la température de la saie, ciment et eau (60 secondes avant le test, les températures doivent être à 23 ± 1 °C pour l'eau et ciment),
- Mettre l'eau ensuite le ciment dans le Constant speed mixer, (voir figure II-3)
- La première étape consiste à malaxer le mélange pendant 15 secondes à 4000 tours / mn, ± 250 tour/mn. (N.B : Ne pas mettre la spatule durant le malaxage),
- La deuxième étape consiste à faire le mélange pendant 35 ± 1 secondes à 12000 tours / mn, ± 500 tour/mn,
- Lors de l'enlèvement du Constant speed mixer, il faudrait vérifier si le laitier de ciment coule à travers les joints (vers le bas), si c'est le cas, le test doit être refait, vérifier s'il y'a des grumeaux sur le laitier de ciment. [07]

II.4.1.1. L'eau libre:

a) Objective du test

Cette mesure va caractériser le phénomène de sédimentation de la suspension de particules de ciment dans l'eau.

L'eau qui ne participe pas à l'hydratation du laitier de ciment, après le durcissement cette eau libre va être portée sur le laitier de ciment.

Donc s'il y aura une quantité importante d'eau libre, on aura une partie du puits non cimenté. [07]

b) Les équipements du test (Voir les figures II-3, II-4, II-5, II-6, II-7, II-8)

- **Thermocouple** : est un instrument de mesure thermique, il permet de connaître la température d'une pièce ou d'une surface. (Voir figure II-5)
- **Consistomètre atmosphérique** : Les consistomètre atmosphériques sont des éléments fondamentaux de l'équipement de laboratoire, conçus pour se conformer aux normes API 10A/10B2, les consistomètre utilisent un bain d'huile minérale chauffé pour maintenir la température de le laitier à moins de 2°F (1°C) du point de consigne.

La bouillie est conditionnée en température par rotation à 150 rpm pendant la durée de la période de conditionnement. Après le conditionnement dans un consistomètre atmosphérique, le laitier est maintenant prêt pour d'autres tests y compris les tests de fluide libre, de rhéologie, de perte de fluide, de résistance à la compression et de

résistance du gel. (Voir figure II-7) [08]

- **L'erlenmeyer** : est un récipient de laboratoire, généralement en verre, qui présente une base conique et un col cylindrique [08] (voir figure II-4)



Figure II-3: Constant speed mixer



Figure II-4: Erlenmeyer



Figure II-5: Thermocouple [07]



Figure II-6 : Potentiomètre



Figure II-7 : Consistomètre Atmosphérique



Figure II-8: teste free fluide après 20 min [07]

c) Préparation du test

- Préparation de laitier de ciment,
- Conditionner le laitier de ciment dans le consistomètre atmosphérique à $27^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ pendant $20 \text{ mn} \pm 30$ secondes. (N.B : La cellule doit être scellée),
- L'opération entre le malaxage et la mise en conditionnement ne doit pas dépasser 5mn,
- Après le conditionnement la pale doit être enlevée (pour enlever l'air dans le laitier de ciment),
- Vérifier l'étanchéité de la cellule, il faudrait vérifier si le laitier de ciment coule à travers les joints (vers le bas), si c'est le cas, le test doit être refait,
- Remplir $760 \text{ Gr} \pm 5 \text{ g}$ du laitier de ciment dans l'erenmeyer (opération ne doit pas dépasser 1minute), (voir figure II.5)
- Enregistrer cette masse (m_s),
- Mettre un bouchon sur le flacon pour éviter l'évaporation de l'eau,
- La température à laquelle doit être exposé le laitier de ciment est à $23^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$,

- Le laitier de ciment doit être conditionné sur une surface sans vibration pendant $2h \pm 5mn$,
 - Au final, à l'aide d'une pipette faut aspirer l'eau qui s'est formée à la surface du laitier de ciment, (voir figure II-8)
 - Enregistrer en Millilitre l'eau libre V_{FF} . **[06]**
- Le volume d'eau libre est calculé par la formule suivante :

$$V_{FF} = d * \frac{v}{m} \dots \dots \dots (II.1)$$

Tel que :

d: Densité du laitier de ciment $1,91 \text{ g/cm}^3$ pour les ciments classe G

v : Le volume d'eau extrait (ml) à la fin de l'essai

m_s : La masse (g) du laitier de ciment mis dans l'Erlenmeyer

II.4.1.2. La résistance mécanique:

a) L'objectif du test

On mesure la résistance mécanique à l'écrasement du ciment conservé en températures sous une pression maximal de 207 bars, pendant une durée variable (8 heures, 24 heures ...7 jours...,6 mois...).

-La mesure se fait a l'aide d'une Presse, sur des cubes de 5 cm de côté.

-Le laitier de ciment est conservé le temps voulu en pression et température mais la mesure, elle se fait à pression atmosphérique et à température ambiante.

-La détermination de la résistance à la compression est faite selon la norme API RP 10B (API 2013). **[07]**

b) Equipements du test (voir les figures II-9, II-10, II-11, II-12, II-13)

- **Pied à coulisse :** est un instrument de mesure utilisant le vernier, deux becs permettent de mesurer des épaisseurs ou de déterminer les cotes d'alésage, l'un des becs est lié au réglet fixe, l'autre à la réglette mobile. **[09]** (voir figure II-13)

- **Chronomètre** : Instrument permettant de mesurer des intervalles de temps avec une grande précision [11] (voir figure II-11)
- **Un bain thermostaté** : est un système pouvant fonctionner selon le principe du bain marie, on chauffe au moyen d'un serpentin un liquide, le plus souvent de l'eau, et on immerge un objet dans ce liquide. [08]
- **prèss de résistance** : Machine qui permet d'opérer une très grande force de compression et permettant ainsi de déformer ou soulever un bloc, une pièce de poids considérable. [08] (voir figure II-12)



Figure II-9: Bain thermostaté

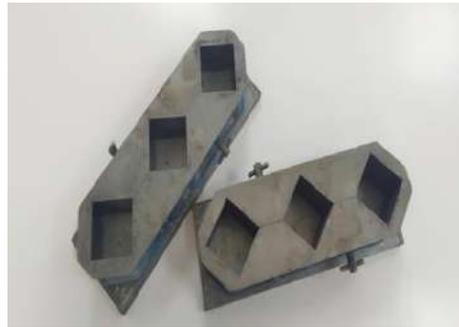


Figure II-10: Moule



Figure II-11 : Chronomètre [07]



Figure II-12 : press de résistance



Figure II-13 : Pied à Coulliss [07]

c) Préparation du teste

- Préparation du laitier
- Remplir la moitié du moule (cubique) (sans agiter le laitier de ciment),
- A l'aide de la tige métallique donnez 27 coups par cube,
- Remélangez le laitier de ciment dans le constant speed mixer avec la tige métallique et versez le tout pour compléter le remplissage du moule, ensuite à l'aide de la tige métallique redonnez 27 coups par cube,
- Raser la surface, (N.B : Après le malaxage nous disposons de 5 mn pour les mettre dans le bain thermostaté), (voir figure II.10)
- Enlever les moules qui fuient,
- Mettre un couvercle sur le moule,
- Mettre le moule dans le bain thermostat (38 et 60°C) ± 2 °C 8h ± 15 mn, enlever le moule avant 45 mn ± 5 mn,
- Enlevez précieusement les cubes pour qu'ensuite les mettre dans un autre bain thermostaté à 27 ± 3 °C pendant 40mn ± 5 mn,
- Ne jamais laisser les cubes plus de 5mn à l'air libre,
- Vérifier s'il y'a la formation des nids de poules sur la surface (problème d'air),
- Mesurer les dimensions des éprouvettes (cubique) et les faire nettoyer ($50\text{mm} \pm 1,6$ mm),
- Les cubes endommagés devront être enlevés, et s'il reste moins de deux cubes le test doit être refait,
- Si la dimension du cube est inférieure à 47.5mm le cube doit être annulé,
- Mettre le cube au niveau de la presse (mettre la surface du cube qui était en contact avec

la plaque à l'envers) et mesurez les résistances,

- Pour les cubes préparés à 38°C utiliser le programme slow rate et pour 60°C utiliser le programme fast rate. [07]

- La résistance mécanique est calculée par la formule suivante :

$$R = \frac{F}{S} \dots \dots \dots \text{(II.2)}$$

Tel que :

F : la force **S** : la surface

II.4.1.3. Thickening Time:

a) L'objectif du test

Le Thickening time le temps mis par le laitier, maintenu en agitation sous condition de pression et de température, pour atteindre une consistance de 100B.c. Pratiquement, il correspond à la durée, pendant laquelle le laitier reste pompable dans les conditions de température et de pression normalisés en fonction du type de cimentation envisagée.

La prise du ciment étant influencée par l'agitation, la température et la pression et en Température qu'il subira lors de son refoulement dans le puits.

Ces tests sont effectués par des consistomètre qui sont des appareils normalisés par l'API. [07]

b) Equipements du test : (Voir les figures II-14, II-15)

- **Le consistomètre HT/HP** : C'est un appareil normalisé par API, reproduisant les variations simultanées de température et de pression rencontrés dans le puits.

Il est spécialement utilisé pour tester le temps d'épaississement du ciment de puits de pétrole, cet équipement peut également fabriquer des échantillons pour tester la pâte de ciment, la viscosité, la perte d'eau, la rhéologie. [08] (voir figure II-14).

- **Potentiomètre** : Appelé aussi "Résistance variable", et parfois Rhéostat, le potentiomètre peut être considéré comme une résistance dont on peut faire varier la valeur ohmique entre deux points, par simple action mécanique sur un axe rotatif ou rectiligne, Il est constitué d'une piste résistive sur laquelle entre en contact un curseur mobile, qui peut se promener d'une extrémité à l'autre de la piste [10] (voir figure II-15)



Figure II-14: Consistometer HT/HP



Figure II-15: Potentiomètre [07]

c) Préparation du teste :

- Préparation du laitier de ciment,
- Remplir le potentiomètre avec le laitier de ciment,
- Lors du remplissage du potentiomètre il faudrait taper au tour pour faire sortir l'air emprisonné,
- Lors de la fixation du pot de mèche sur le slurry-Cup il est impératif d'arrêter la rotation du moteur,
- Ensuite, faut renverser la cellule, et lors du serrage, nous remarquerons une fuite d'huile en haut, cela veut dire que la cellule est bien remplie,
- Entre le malaxage et commencement du test ne pas dépasser 5 mn,
- Lancement du test. [07]

II.4.2. Les mesures effectuées sur les échantillons de ciment pétrolier class G :**II.4.2.1. Dosage de la chaux libre :****a) L'objective du test**

La détermination de la teneur en chaux libre (oxyde de calcium de formule CaO) dans un ciment est une analyse essentielle dans le contrôle du ciment.

En effet, de grandes quantités d'oxyde de calcium modifient ses propriétés mécaniques elles provoquent son gonflement en passant sous forme $(Ca(OH)_2)$ et diminuent ainsi sa résistance. [07]

b) Equipements du test : (voir les figures II-16, II-17)

- **Creuset :** Petit récipient en métal, en matériau réfractaire, servant à fondre ou calciner certaines substances. (Voir figure II-16) [08]
- **Les balances de précision :** sont des instruments électroniques conçus pour peser des masses de manière très précise (voir figure II-17) [07]



Figure II-16 : Balance de précision



Figure II-17 : creuset [07]

c) Préparation du test

- Peser exactement 01 gramme d'échantillon 'Clinker finement broyé ou ciment dans une Erlen Meyer de 200ml, préalablement lavé et séché, (voir figure II-4)
- Ajouter 40 ml d'éthylène glycol à l'échantillon de ciment et mettre la solution dans un bain marie Température entre 65 à 70°C, (voir figure II-9)
- Mettre en service l'agitation automatique pendant 30 min,
- Placer un papier filtre et filtrer la solution obtenue,
- Laver le précipité 3 fois avec au total 30 ml d'éthylène glycol chauffé (65 à 70°C),
- Ajouter au filtrat 05 gouttes de vert de bromocrésol coloration bleu, titrer avec une solution de HCl 0,1 N jusqu'au virage du bleu au jaune verdâtre,
- Calciner environ 01 gramme de CaCO_3 dans le four à 950°C, faire sortir et placer dans le dessiccateur pour refroidissement, peser exactement dans un Erlen Meyer Propre et sec, 10, 20 et 30 mg de CaO_3 , ainsi obtenu, lui ajouter 40 ml d'Ethylène Glycol et placer dans le bain marie à une température de 65 à 75°C,
- Démarrer l'agitation automatique pendant 30 minutes,
- Prendre chaque Erlen Meyer et titrer avec la solution d'HCl en présence de l'indicateur Vert de Bromocrésol jusqu'à obtention de la couleur verdâtre,
- Noter les volumes V_1 , V_2 , et V_3 correspondants aux titrages de m_1 , m_2 , et m_3 respectivement, [07]

- Le facteur de la chaux libre est obtenu comme suit :

$$\text{Fact} = \frac{V_2 - V_1}{m_2 - m_1} = \frac{V_3 - V_2}{m_3 - m_2} \dots\dots\dots (\text{II.3})$$

Avec :

V1. V2. V3 = Volumes de solution HCL 0,1 N

m1 .m2 .m3 = Masse CaCO₃

- Le calcul de pourcentage de la chaux libre se fait en utilisant l'équation suivante :

$$\% \text{ CaO libre} = \text{Fact} * \text{VHCL} \dots\dots\dots (\text{II.4})$$

Avec :

Fact = Facteur de solution HCL 0,1 N

V = Volume de solution HCL dosé

HCL : acide chlorhydrique

II.4.2.2. Analyse par fluorescence de perles préparées par fusion de poudres :

a) L'objective du test

C'est une Méthode d'analyse permettant le dosage des éléments Si, Al, Fe, Ca, Mg, K, Na, S, Ti, Mn, P, Cr, Zr et Sr, par fluorescence X dans le ciment, clinker et les matières premières. [07]

b) Préparation du test

- Pour les farines, crus, ciments, clinkers, matières premières : travailler à PAF nulle selon la méthode A&M-2001-59,
- Pour les laitiers : travailler sur échantillon calciné exactement 1 h à 950°C, attention les mesures de perte au feu sont délicates sur certains produits hygroscopiques (cas des crus ou des calcaires), Il en est de même pour les prises d'essai calcinées à 950°C, il faut peser très rapidement les échantillons pour éviter une reprise en H₂O ou CO₂ qui fausserait la prise d'essai donc le résultat d'analyse. [07]

1. Dans un creuset en platine spécial (Claise), peser très exactement :

- 1,2 g de matière calcinée à 950°C.

- 7,8 g de fondant FLUOREX.
- Mélanger intimement fondant et matière calcinée à l'aide d'une spatule, il faut que le mélange des deux constituants soit lisse et homogène.
- Fusion :
- Les Programmes de chauffe peuvent être utilisés :
- Programme1 : Programme utilisé pour la majorité des produits.
- Programme2 : Plus spécifiquement utilisé pour les matériaux fortement dosés en calcium ou magnésium (la différence avec le programme 1 est le refroidissement).

2. Mise en marche du fluxeur : (Se reporter au vue appareil)

- Mettre la hotte d'aspiration en route,
- Ouvrir la vanne principale de gaz,
- Ouvrir la vanne de gaz arrivant sur l'appareil : la pression de gaz doit être comprise entre 8 et 10 psi sur le manomètre de contrôle,
- Mettre le fluxeur sous tension, le bouton de marche sur « ON », les brûleurs utilisés en position 1.
- Le bras de l'appareil supportant les creusets est en position arrière,
- Installer les creusets contenant le mélange (fondant – échantillon) entre les pinces, le creuset est bien positionné dans sa broche lorsqu'un mouvement de rotation manuel se fait sans effort),
- Abaisser le bras du fluxeur (position avant), laisser l'appareil s'initialiser quelques secondes, le n° du programme dernièrement utilisé s'affiche,
- Pour changer de programme : appuyer sur « P » puis le n° du programme choisi (1, 2 ou 3)
- Basculer le bras en position arrière, puis en avant, afin que le fluxeur se réinitialise avec le nouveau programme,
- Lancer la fusion en appuyant sur « START ».

3. Récupération de la perle fusionnée :

- Quand le programme est terminé, l'affichage revient au numéro de programme,
- Lever la languette noire « commande de bascule » en bas à gauche – cf. pour libérer le bras et ramener celui-ci en position arrière,
- A l'aide d'une étiquette identifiant la perle, récupérer cette dernière en collant cette étiquette sur la face de l'échantillon qui ne sera pas analysée (face supérieure en fin de fusion),
- Eviter de toucher cette perle avec les doigts pour ne pas souiller la surface qui sera analysée,
- La perle peut être analysée par FX,
- Nettoyage des creusets en platine,
- Les creusets en platine utilisés pour la fusion des perles, sont nettoyés après chaque cycle de fabrication dans une solution d'acide chlorhydrique à 10% portée à ébullition,
- Ils sont ensuite rincés à l'eau déminéralisée puis séchés quelques minutes sur plaque chauffante,
- Les coupelles de coulées sont généralement propres après utilisation, un nettoyage sommaire à l'air peut être réalisé,

4. Arrêt du Fluxeur :

- En fin d'utilisation le fluxeur est arrêté,
- Le bras portant les creusets est ramené en position arrière,
- Les boutons d'allumage des brûleurs sont mis en position « 0 », le bouton de marche sur OFF, les vannes de gaz fermées et la hotte aspirante arrêtée. [07]

II.4.2.3. Détermination du Résidu Insoluble

a) L'objectif du test

Cette méthode conventionnelle dans laquelle le résidu insoluble des ciments est obtenu au moyen d'une attaque par une solution d'acide chlorhydrique pour éviter au maximum la précipitation de la silice en solution.

Le résidu de cette attaque est repris par une solution bouillante de carbonate de sodium afin de remettre en solution les traces de silice qui auraient été précipitées, le résidu est dosé par gravimétrie après calcination.

b) Préparation du test

- Dans un bêcher de 250 ml, peser (1.00 ± 0.05) g de ciment (**M1**),
 - Ajouter 90 ml d'eau déminéralisée à l'éprouvette puis 10 ml d'HCl concentré au moyen de la dispensent tout en agitant et en écrasant l'échantillon au moyen d'une tige en verre,
 - Chauffer sur plaque chauffante jusqu'à le point d'ébullition pendant 15 minutes,
 - Filtrer l'insoluble (sur papier filtre WHATMAN 40),
 - Ajouter 100ml de solution de carbonate de sodium à 50 g/l,
 - Porter à ébullition 15 min (triturer le filtre pour le déchiqeter),
 - Filtrer (papier filtre WHATMAN 40) puis rincer à l'eau déminéralisée chaude,
 - Rincer avec 20ml de solution d'acide chlorhydrique 1/19 chaude,
 - Laver à l'eau chaude jusqu'à disparition des chlorures (faire un test au nitrate d'argent prélever à la sortie de l'entonnoir quelques gouttes de solution dans un tube à essai, ajouter 2 gouttes de nitrate d'argent et contrôler l'absence d'opalescence),
 - Introduire le filtre dans une capsule en platine tarée (**M2**),
 - Calciner lentement sans enflammer le papier (d'abord au bord du four) 20min à 350°C ou à 550°C, puis 30min à 950°C,
 - Sortir du four, refroidir en dessiccateur, Peser la capsule contenant l'insoluble (**M3**).
- Le résidu insoluble est calculé selon la formule :

$$\% \text{ Résidu insoluble} = (M3-M2) * 100/M1 \dots\dots\dots \text{(III.5)}$$

Tel que :

M1 : Prise d'essai du ciment en grammes

M2 : Tare de la capsule en grammes

M3 : Masse de la capsule contenant le résidu insoluble calciné en grammes.

II.4.2.4. Détermination de la perte au feu à 950 °C :**a) L'objective du test**

L'échantillon de ciment est brûlé à haute température, les matériaux organiques sont oxydés et transformés sous forme de gaz carbonique (CO₂) et de vapeur d'eau.

Après combustion, il ne reste que la fraction minérale du sol dans le récipient, la mesure de la perte au feu permet une bonne estimation des teneurs réelles en matières organiques de ciment.

b) Equipements du test (voir les figures II-20, II-19)

- **Dessiccateur** : il est utilisé pour conserver des substances sensibles à l'humidité et pour sécher des produits humides, pour le stockage à sec et la protection des produits sensibles à l'humidité. (Voir figure II-19) **[08]**

- **Four à moufle** : les fours à moufle sont utilisés dans très nombreuses applications de laboratoire, leur polyvalence et leur simplicité d'utilisation les rendent compatibles avec la plupart des traitements thermiques, quel que soit le secteur d'activités les fours à moufle sont destinés au traitement thermique à haute température jusqu'à 1600 °C. (Voir figureII-18) **[08]**



Figure II-18 : Four à moufle [07]



Figure II-19: Dessiccateur [07]

c) Préparation du test

- Peser et noter la masse d'un creuset en platine.,
- Peser et noter la masse de l'échantillon **Pe** comme défini dans le tableau ci-dessous,
- Placer la capsule dans le four à 950°C +/- 25°C et laisser calciner comme indiqué dans le tableau ci-dessous,
- Sortir le creuset du four et laisser refroidir quelques minutes dans un dessiccateur,
- Peser et noter la masse de la capsule après perte au feu **m3**

Matière	Prise d'essai	Temps de calcination
Ciment	1g	30 min

➤ La valeur de perte au feu est calculée comme suite :

$$PF = \frac{(m1 + pe) - m3}{pe} \times 100 \dots\dots\dots (II.6)$$

Avec :

PF : Perte au feu

m1 : masse de creuset vide en g

Pe : prise d'essai en g

m3 : masse finale (creuset + matière calcinée)

Chapitre III

Résultats et Interprétations

Dans ce chapitre, on présente les différents résultats expérimentaux des essais effectués sur les deux échantillons du ciment pétrolier locale et de l'importation class G, et aussi sur les laitiers formulés à partir de ces deux ciments.

Remarque :

- Owc-hsr (local) : ciment pétrolier fabriqué localement.
- Owc-hsr(sagunto) : ciment pétrolier importé.

III.1. Présentation des résultats et interprétation

III.1. Présentation des résultats des mesures effectuées sur les échantillons de laitiers et leurs interprétations

III.1.1. Test de l'eau libre (voir Tableau III.1)

Tableau III.1 : résultats du test d'eau libre

Norme API	OWC-HSR (local)	OWC -HSR (sagunto)
≤5,9%	3.65%	2.51%

D'après les résultats:

on constat que les valeurs obtenues des deux échantillons du ciment en pourcentage d'eau libre sont inférieures à % 5,9.

Les résultats obtenus sont bonnes et approuvent la norme **API**

III.1.2. Thickening time (voir TABLEAU III.2)

TABLEAU III.2: résultats du test de thickening time

Norme API	OWC-HSR (local)	OWC -HSR (sagunto)
100B.c 90-120 mn	104mn	108mn

D'après les résultats:

On remarque que les deux valeurs obtenues à 100 B.c des deux laitiers de ciment sont entre 90 et 120 minutes ce qui approuve les exigences de l'API.

III.1.3. Résistance à la compression (voir TABLEAU III.3)

TABLEAU III.3: résultats du test de résistance à la compression

Norme API	OWC-HSR (local)	OWC -HSR (sagunto)
8h 38°C ≥ 2,1MPa	6.34 Mpa	4.5 MPa
8h 60°C ≥ 10,3MPa	14.09 MPa	18.5 MPa

D'après les résultats obtenus:

On remarque que les valeurs des deux tests effectués sur les deux laitiers de ciment a 38°C et a 60°C sont dans l'intervalle de la norme API.

III.2. Présentation des résultats des mesures effectuées sur les échantillons de ciments et leurs interprétations (voir tableau III.4)

TABLEAU III.4: Résultats des composants chimiques

Paramètres	Exigences API	OWC-HSR (local)	OWC -HSR (sagunto)
SiO ₂	//	21.2 %	21.61 %
Al ₂ O ₃	//	3.82 %	3.57 %
Fe ₂ O ₃	//	4.8 %	4.26 %
CaO	//	64.81 %	64.63 %
MgO	≤ 6%	1.47 %	1.52 %
SO ₃	≤ 3%	2.22 %	2.78 %
LOI	≤ 3%	0.91 %	0.79 %
Na ₂ O	//	0.05 %	0.15 %
K ₂ O	//	0.53 %	0.64 %
Cl	//	0.018 %	0.018 %
IR	≤ 0,75%	0.25 %	0.35 %
Na ₂ O	≤ 0,75%	0.40 %	0.57 %
Al ₂ O ₃ /Fe ₂ O ₃	≥ 0,64%	0.80 %	0.84 %
C ₃ A	≤ 3%	2.01 %	2.27 %
C ₄ AF	//	14.59 %	12.94 %
C ₄ AF + 2C ₃ A	≤ 24%	18.61 %	17.48 %
Tri calcium silicate(C ₃ S)	[48-65] %	63.64 %	60.80 %
Cx	//	1.36 %	0.41 %

D'après les résultats obtenus:

On remarque que les pourcentages des composants chimiques dans les deux échantillons de ciment sont proches.

Et ainsi pour certains éléments avec exigences de l'API tel que le Tri calcium silicate(C₃S) et l'oxyde de magnésium (MgO) par exemple, leurs valeurs sont dans l'intervalle autorisé.

III.3. Les résultats des paramètres minéralogiques (voir tableau III.5)**TABLEAU III.5 : résultats d'analyse minéralogique**

Paramètres	OWC-HSR (local)	OWC -HSR (sagunto)
Alite_Sum	58.33 %	66.49 %
Belite_beta	18.83 %	14.74 %
Alum_cubic	1.16 %	0.74 %
Alum_ortho	0.04 %	0
Alum_Sum	1.2 %	0.74 %
Ferrite	14.28 %	12 %
Lime	0.25 %	0.14 %
Portlandite	0.83%	0.1 %
FCaO_XRD	0.88 %	0.21 %
Periclase	0.21 %	0.27 %
Quartz	0.08%	0.01 %
Arcanite	0.52 %	0.31 %
Gypseum	0.55 %	0.56 %
Hémi-hydrate	0.68 %	0.42 %
Anhydrite	1.5 %	1.36 %
Calcite	0.52 %	0.88 %
Dolomite	0.54 %	0.14 %
SO3_XRD	1.91 %	1.72 %
BFS_amorphous	1.36 %	1.28 %
Gypseum_XRD	3.28 %	2.48 %

D'après l'analyse minéralogique des deux échantillons du ciment par fluorescence X :

On remarque que le ciment importé et le ciment local partagent une variété des minéraux.

CONCLUSION

Le laitier de ciment et le ciment doivent répondre à la norme API à travers plusieurs tests.

- Pour les laitiers de ciment on a les tests d'eau libre, la résistance mécanique et Thickening time.
- Pour les échantillons de ciment il y a une variété des tests tel que le dosage de la chaux libre, analyses par fluorescence X, résidu insoluble et la perte à feu.

les résultats obtenus montrent que le ciment local a approuvé tous les tests requis par l'institut américain du pétrole (API), donc il mérite l'encouragement et plus d'investissement dans le marché algérien.

On recommande l'utilisation du ciment local class G dans le domaine de forage des hydrocarbures car il est caractérisé par :

- On peut l'utiliser comme ciment de base pour cimenter de la surface jusqu'à 8000 pieds, avec des accélérateurs ou retardateurs de prise afin de couvrir une large gamme de profondeurs et de températures.
- Ses caractéristiques physique et chimique approuvés par API,
- Sa disponibilité dans le marché algérien et dans les deux types résistance modérée et élevée aux sulfates.
- L'opération de forage est très coûteuse, le ciment local class G est une option favorable pour réduire les frais de la réalisation d'un forage. .

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[01] Emmanuel guilonle, « durabilité des matériaux cimentaire-modélisation de l'influence des équilibres physico-chimique sur la microstructure et les propriétés mécanique résiduelles », par laboratoire de mécanique et technologie (ENS Cachan/CNRS/université de paris 6),61 avenu président Wilson, 994235 CAVHAB CEDEX (France), 24/09/2004

[02] Granulats, « sole ciments et bétons- Caractérisation des matériaux de génie civile » par Laboratoire, R. dupain- R. Landion –J-C. Sait- Arroman, Edition casteilla 25 rue monge 7500 Paris.

[03] Dr cherait Yacine et Mr. Nafa Zahreldine, « Eléments de matériaux de construction et essais », université de guelma,2007

[04] ENSPM, Module laitier et ciments, Cours formation industrie, IFP 2008

[05] Jean-Paul NGUYEN, « Techniques d'exploitation pétrolière le forage » ouvrage, 1993, Paris.

[06] Dossier de presse, Lafarge Holcim Algérie, janvier 2020

[07] Livre de la norme API 10A, spécifications for cement and Materials for well cementing, Twenty-fifth Edition, 2019

[08] Nassima HAMICHI et Malha HARRAT « Procédure de contrôle de qualité du ciment pétrolier et de l'efficacité des additifs du ciment en deux systèmes de laitiers doux et salé », Département de Génie des Procédés UKMO, 2017.

[09] NF E11-091« Specification géométrique des produits, Instruments de mesurage dimensionnel, Réception et vérification des pieds à coulisse », mars 2013.

[10] Arnold Thackeray et Minor Myers, Jr. (preface de James D. Watson), Arnold O. Beckman: livre «one hundred years of excellence, Philadelphia, Chemical Heritage Foundation», 2000

[11] Dava Sobel , livre « L'Histoire vraie du génie solitaire qui résolut le plus grand problème scientifique de son temps, Le Seuil, coll». « Points Sciences », 1998

