

# Effet des conditions environnementales sur les propriétés mécaniques d'un ciment de puits géothermique

Effect of environmental conditions on the mechanical properties of geothermal well cement paste

Nauleau E., Martineau F., Kréziak C.  
*Université Paris-Est, IFSTTAR, Marne-la-Vallée, France*

Ghabezloo S.  
*Université Paris-Est, Laboratoire Navier/CERMES, Ecole des Ponts ParisTech, France*

**RÉSUMÉ:** Afin de remplir l'espace annulaire entre le tubage des puits de forage géothermiques et la formation géologique environnante, une gaine de ciment est utilisée et assure un rôle d'étanchéité. Des conditions environnementales comme la température, la pression et la présence de NaCl dans les eaux de l'aquifère du Dogger peuvent potentiellement influencer l'hydratation du coulis de ciment. Une cellule de maturation a été mise au point au sein de l'IFSTTAR afin d'étudier les effets de ces conditions sur l'hydratation et sur les propriétés de la pâte de ciment durcie. Des mesures de vitesse du son et de détermination du module de Young ont été réalisées sur la pâte de ciment durcie. Les éprouvettes sont préparées dans la cellule de maturation sous différents couples de pression/température, avec ou sans présence de NaCl dans le fluide environnant. Les résultats montrent une réduction significative des propriétés mécaniques de la pâte de ciment durcie avec l'augmentation de la température d'hydratation entre 20°C et 90°C. Une augmentation de la pression d'hydratation à 20MPa et la présence du NaCl à 20°C n'ont pas d'influence significative sur les propriétés mécaniques

**ABSTRACT:** In a geothermal well, a cement sheath is placed between the casing and geological formation for support and sealing purpose. Environmental factors such as temperature, pressure and the presence of NaCl in the fluids in Dogger aquifer can potentially affect the hydration of cement. A maturation cell is developed at IFSTTAR to study the effects of environmental conditions on the properties of the hardened cement paste. Ultrasonic wave velocity measurements and Young modulus tests are performed on specimens prepared in the cell under various pressure/temperature conditions, with or without NaCl in the surrounding fluid. The results show a significant reduction in the mechanical properties of the hardened cement paste with increasing hydration temperature between 20°C and 90°C. An increase in the pressure to 20 MPa and the presence of NaCl at 20°C show no significant influence on the mechanical properties

**MOTS CLÉS :** Pâte de ciment durcie, cellule de maturation, vitesse du son, module de Young, conditions d'hydratation  
**KEYWORDS:** hardened cement paste, maturation cell, ultrasonic wave velocity, Young modulus, hydration conditions

## 1 INTRODUCTION

Le principe des puits géothermiques basse énergie consiste à extraire l'énergie géothermique contenue dans l'aquifère du Dogger (situé à 1800 mètres de profondeur à une température de 85°C) pour l'utiliser sous forme de chauffage. Dans un puits géothermique une gaine de ciment est placée entre la roche et le cuvelage d'acier pour assurer l'étanchéité et la stabilité de puits et protéger le cuvelage contre la corrosion. La tenue de cette gaine de ciment pendant la vie du puits est importante pour éviter tout problème de perte d'étanchéité qui pourrait causer des dégâts à l'échelle du puits mais aussi de pollution des nappes environnantes. Dans un puits, le gradient géothermique, les circulations d'eau chargée en éléments chimiques (Rojas et al. 1989, Ignatiadis et al. 1991), e.g. NaCl, au sein même de l'aquifère ainsi que les fortes contraintes dues à la profondeur sont susceptibles d'influencer l'hydratation du coulis de ciment et peuvent à long terme, contribuer à une dégradation prématurée du puits. Ces facteurs environnementaux (la température, la pression et les concentrations en NaCl) jouent un rôle prépondérant sur la cinétique d'hydratation, la composition chimique des hydrates et la microstructure de la pâte de ciment durcie (Theissing et al. 1978, Ramachandran et al. 1984, Escalante-Garcia et Sharp, 1997), ce qui modifie naturellement la perméabilité et les propriétés mécaniques du matériau et influence sa contribution dans l'étanchéité et la stabilité du puits. Afin d'étudier les influences de ces facteurs environnementaux sur le comportement de la pâte de ciment durcie, une cellule de maturation a été mise au point à l'IFSTTAR. Cette cellule de maturation permet de reproduire

l'environnement d'un puits géothermique en combinant la pression, la température et la présence de NaCl.

Cet article s'intéresse donc, dans une première partie, à décrire le programme expérimental et le coulis de ciment utilisé, ses caractéristiques ainsi que les différents essais de caractérisation utilisés (détermination du module de Young et mesures de vitesse du son). La seconde partie de l'article est consacrée à la présentation de la cellule de maturation, de sa conception à son fonctionnement. Enfin la troisième partie s'intéresse aux résultats expérimentaux.

## 2 PROGRAMME EXPERIMENTAL

### 2.1 Matériaux utilisés

Un ciment de classe G (classification de l'American Petroleum Institute, API) a été utilisé pour la préparation des éprouvettes. Ce ciment est fréquemment utilisé pour la cimentation des puits de forage géothermiques ou pétroliers. Il s'agit d'un ciment à Haute Résistance aux Sulfates (teneur en C<sub>3</sub>A inférieure à 3% d'après la norme 10A/ISO 10426-1 : 2000 de l'API). Le rapport eau/ciment choisi pour les essais est égal à 0.44 et la densité est égale à environ 1.9 (tous deux représentatifs des valeurs utilisés dans un puits). La composition du ciment de classe G utilisé est présentée dans le tableau 1.

Tableau 1 : Composition de ciment de classe G utilisé

Composants	C <sub>3</sub> S	C <sub>2</sub> S	C <sub>3</sub> A	C <sub>4</sub> AF
Pourcentage %	61.2	17.7	1.7	16.3

## 2.2 Fabrication et conservation des éprouvettes

Un mixeur équipé d'une cuve de 2.5 litres est utilisé pour la préparation de coulis de ciment. La première étape de fabrication est le malaxage de l'adjuvant anti-mousse avec l'eau pendant 5 min. Par la suite, deux autres adjuvants (un dispersant et un anti-sédimentation) ainsi que le ciment sont ajoutés et le tout est mélangé à haute vitesse (12000 t/min) pendant 35 secondes.

Le coulis de ciment est versé dans des moules cylindriques de 45 mm de diamètre et de 110 mm de hauteur. Pour être plus proche des conditions de puits, ces moules sont préparés avec un calcaire oolithique de 20% de porosité et de perméabilité égale à  $10^{-15}$  m<sup>2</sup> (Figure 1). Ce choix s'explique d'une part par le fait que l'aquifère du Dogger est constitué d'un calcaire oolithique similaire, d'autre part, pour que le coulis de ciment soit en contact avec une solution saline, il était nécessaire d'utiliser un matériau poreux (figure 1 et 2).

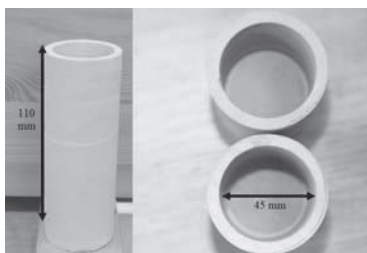


Figure 1. Moules préparés en calcaire oolithique

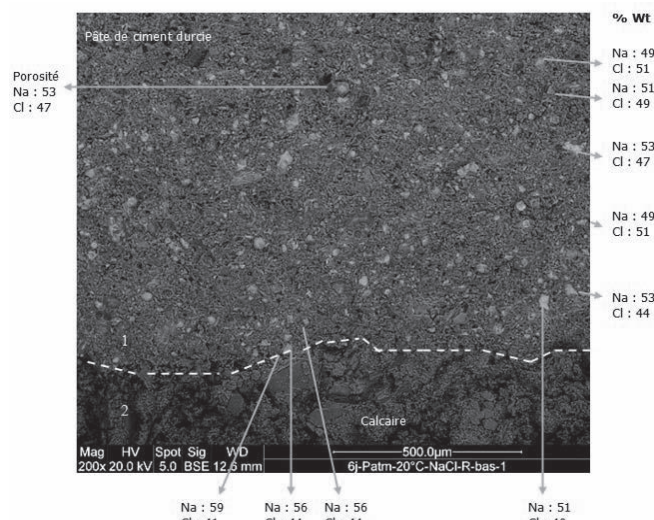


Figure 2. Image MEB de la pâte de ciment hydratée à 20°C à 6 jours avec présence de NaCl dans le fluide environnant.

C'est pour cette raison, que des essais au Microscopie Electronique à Balayage (MEB) ont été réalisés afin de vérifier la pénétration du sel. En effet, la figure 2 représente une image MEB de la pâte de ciment hydratée à 20°C avec présence de NaCl dans le fluide environnant. Elle montre bien la migration des ions Na<sup>+</sup> et Cl<sup>-</sup> (valeurs indiquées en pourcentage massique %Wt) du calcaire oolithique dans la pâte de ciment.

L'objectif est de simuler les conditions environnementales de l'hydratation du ciment (température, pression, présence du NaCl dans le fluide) dans un puits géothermique et de comparer séparément l'influence de ces facteurs sur les propriétés physico-mécaniques du matériau. Les moules sont ainsi soumis à différents couples de température et de pression pendant 7 jours. Les différents couples pression/température sont présentés dans le tableau 2. Les températures et les pressions choisies représentent le plus fidèlement possible les conditions environnementales pour l'hydratation en sub-surface, à environ 1000m et 2000m de profondeur (60°C et 90°C). Les cases grisées matérialisées par « x » représentent les couples réalisés

et la notation « + sel » précise qu'il s'agit d'éprouvettes hydratées avec la présence de NaCl dans le fluide environnant. A noter qu'au minimum 4 éprouvettes ont été coulées pour chaque couple P/T. Tous les essais ont été réalisés sur des échantillons appartenant à une même préparation.

Tableau 2 : Descriptif du programme expérimental

	P <sub>atm</sub>	10MPa	20MPa
20°C	x (+ sel)		x
60°C	x	x	x
90°C	x		x

Après 7 jours, les éprouvettes sont carottées au diamètre 40 mm, puis sont sciées et rectifiées pour obtenir une longueur de 80 mm. L'ensemble de ces opérations est réalisé à température ambiante et les éprouvettes sont par la suite conservées dans des bains à 20°C et à P<sub>atm</sub> ou avec une teneur en NaCl pour les essais avec présence de sel.

## 2.3 Essais réalisés

Des essais de vitesse du son et la détermination du module de Young ont été réalisés pour connaître les effets des conditions environnementales sur les propriétés mécaniques du ciment.

### 2.3.1 Vitesse du son (NF EN 14579 (2005)).

La vitesse de propagation du son dans les matériaux est une fonction directe de leurs propriétés élastiques et de leur compacité. Plus la porosité du matériau est faible, plus la propagation des ondes est rapide. Les mesures sont faites par transparence et longitudinalement car il est considéré que les éprouvettes étudiées ne présentent pas d'anisotropie. Afin d'assurer une bonne transmission du signal, du miel est utilisé comme produit couplant. Cet essai présente une bonne répétabilité inférieure à 3%.

### 2.3.2 Détermination du module de Young (NF P 94-425 (2002)).

L'essai s'effectue sur une éprouvette à section transversale circulaire d'un diamètre de 40 mm. Il consiste à appliquer, à l'aide d'une presse de 10 tonnes, un effort axial de compression avec un cycle de chargement/déchargement. Les déformations longitudinales ainsi que transversales de l'éprouvette sont mesurées durant l'essai qui est mené jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Au départ, l'essai est contrôlé avec une vitesse de chargement de 0.25 kN/min. Un cycle de chargement/déchargement est réalisé (selon la norme la contrainte de début de décharge est comprise entre un tiers et deux tiers de la résistance à la compression estimée et la contrainte minimale lors du déchargement est environ égale à un tiers de cette contrainte). L'objectif est d'évaluer le module de Young sécant du matériau. Après ce cycle, l'essai est poursuivi en contrôlant le déplacement avec une vitesse de 0.0005mm/min jusqu'à la rupture. Pendant l'essai, le déplacement axial est mesuré à l'aide de 3 capteurs LVDT placés sur l'éprouvette grâce à un collier de mesure. Le module de Young est calculé par  $E = \sigma_1 / \varepsilon_1$  avec  $\sigma_1$  la contrainte axiale de l'éprouvette et  $\varepsilon_1$  la déformation axiale de l'éprouvette.

## 3 CELLULE DE MATURATION IFSTTAR

### 3.1 Présentation générale

Un nouveau dispositif expérimental a été conçu à l'IFSTTAR avec pour objectif la reproduction des conditions de l'hydratation du ciment en terme de pressions, températures et des fluides chargés chimiquement dans un puits géothermique (Figures 3 et 4). Le système est composé d'une enceinte de 4 litres en inox formé d'un couvercle étanche d'une capacité maximale de 220 bars relié à un surpresseur, d'un manomètre sortie de 0-300 bars, d'une vanne d'isolement et d'une vanne

d'impulsion. Le surpresseur est relié à une bouteille d'azote. La cellule d'hydratation peut accueillir quatre éprouvettes. Le groupe de surpression de 200 bars est constitué d'un filtre entrée gaz, d'un manomètre d'entrée 0-250 bars (0-25MPa) et d'un châssis en aluminium anodisé. Par ailleurs, des colliers chauffants sont disposés autour de la cellule et reliés à un boîtier de régulation pour atteindre les températures souhaitées.

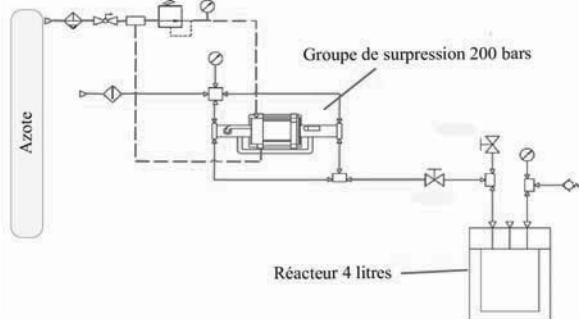


Figure 3. Schémas de principe de l'ensemble surpresseur/cellule (D'après le concepteur Maximator)

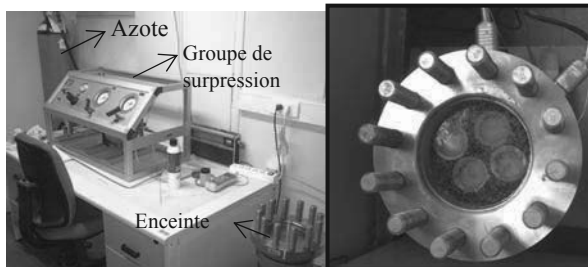


Figure 4 : Réacteur de maturation.

### 3.2. Principe de fonctionnement

Le principe de fonctionnement est le suivant : le gaz utilisé (dans ce cas de l'azote), est mis sous pression dans le surpresseur. Ce dernier est constitué d'une chambre et d'un piston de large diamètre. L'augmentation de la pression s'obtient en évacuant le gaz vers un piston de diamètre inférieur et à l'aide de clapets anti-retour. La pression souhaitée atteinte est envoyée dans la cellule *via* un circuit fermé. Des vannes pilotes permettent d'arrêter l'augmentation de la pression dans la cellule, le surpresseur régule lorsque la pression finale est atteinte.

La pression initiale à fournir pour atteindre une température et une pression souhaitée a été calculée en utilisant l'équation des gaz parfaits présentée dans la Figure 5. A titre d'exemple, si la température et la pression finale souhaitées sont respectivement de 60°C et 200 bars (20MPa), il est nécessaire de fournir une pression initiale de 176 bars.

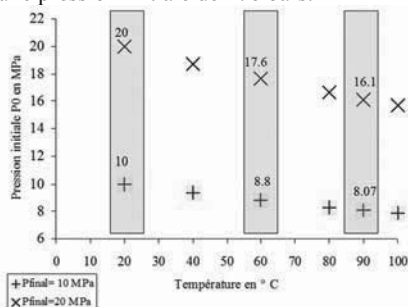


Figure 5 : Pression initiale à mettre en fonction de la température souhaitée

## 4 RÉSULTATS

Des mesures de vitesse du son et des modules de Young ont été effectuées sur les éprouvettes présentées dans le tableau 3. La Figure 6 présente les courbes contrainte-déformation des

essais de compression uniaxiale réalisés sur trois échantillons hydratés sous une pression de 20 MPa à différentes températures : 20°C, 60°C et 90°C. Les modules de Young ont été évalués pour chacune des courbes et sont présentés dans le Tableau 3. Chaque essai a été réalisé pour au minimum trois éprouvettes. Les valeurs moyennes des résistances en compression simple (précision d'environ 3%), les modules de Young statiques (précision inférieure à 4%) ainsi que les mesures de vitesse du son (précision inférieure à 3%) sont présentés dans le Tableau 3.

On observe une diminution significative du module de Young, de la résistance en compression uniaxiale, ainsi que de la vitesse du son avec l'augmentation de la température d'hydratation. Ces diminutions sont principalement dues à une augmentation de la porosité de la pâte de ciment durcie avec l'augmentation de la température d'hydratation et sont en accord avec les conclusions présentées dans la bibliographie (Escalante-Garcia and Sharp 1997-1998, Verbeck and Helmuth, 1968, Jennings and al. 2007).

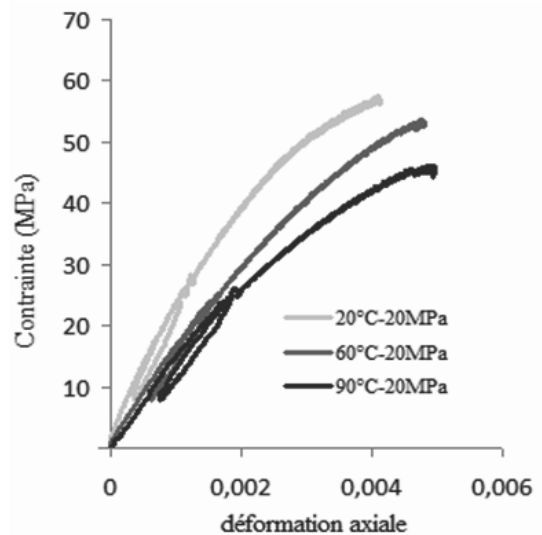


Figure 6 : Courbes de contrainte-déformation pour des échantillons hydratés à température différentes (20°C, 60°C et 90°C) et une pression de 20MPa.

Tableau 3 : Résultats du module de Young, de la résistance à la compression simple et de la vitesse du son évalués pour des échantillons hydratés sous 20MPa de pression à différentes températures.

Température (°C)	Module de Young (GPa)	Résistance à la compression (MPa)	Vitesse du son (m/s)
20°C	22.0	63.0	3526
60°C	16.6	53.2	3415
90°C	14.2	43.1	3243

La Figure 7 compare les courbes de contrainte-déformation entre deux éprouvettes hydratées à 20°C sous une pression atmosphérique et sous une pression de 20MPa. Les résultats présentés dans le Tableau 4 montrent que la pression d'hydratation n'a pas d'effet significatif sur les propriétés mécaniques de la pâte de ciment durcie, bien qu'elle joue un rôle d'accélérateur de prise (Yazici 2006).

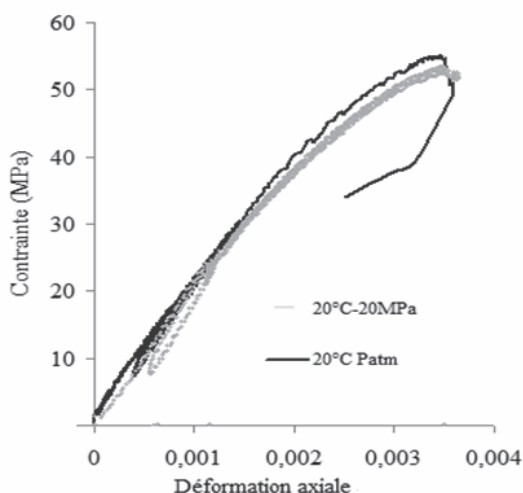


Figure 7: Courbes de contrainte-déformation pour des ciments hydratés à différentes pressions (pression atmosphérique et 20MPa) à une température de 20°C.

Tableau 4 : résultats du module de Young, de la résistance à la compression simple et de la vitesse du son pour des ciments hydratés à 20°C sous Patm et 20MPa

Couple P/T	Module de Young (GPa)	Résistance à la compression (MPa)	Vitesse du son (m/s)
20°C P <sub>atm</sub>	21.2	65.0	3578
20°C 20MPa	22.0	63.0	3526

Les résultats expérimentaux concernant la présence du NaCl sont présentés dans le Tableau 5. La comparaison des modules de Young, des vitesses du son ainsi que des résistances à la compression entre les échantillons avec ou sans NaCl montrent que la présence du NaCl dans le fluide environnant n'a pas d'influence significative sur les propriétés mécaniques de la pâte de ciment durcie hydratée à 20°C. Les essais similaires sur les ciments hydratés à 90°C seront réalisés dans la suite de l'étude.

Tableau 5 Résultats des essais pour des ciments hydratés à 20°C-P<sub>atm</sub> avec ou sans NaCl dans le fluide environnant

Couple P/T	Module de Young (GPa)	Résistance à la compression (MPa)	Vitesse du son (m/s)
20°C P <sub>atm</sub>	21.2	63.0	3591
20°C P <sub>atm</sub> + sel	22.0	58.7	3506

## 5 CONCLUSION

Une cellule de maturation a été mise au point à l'IFSTTAR afin de reproduire les conditions environnementales de l'hydratation de coulis de ciment en température, pression de fluide et présence du NaCl dans un puits géothermique.

Un ciment de classe G a été utilisé pour la préparation des éprouvettes avec un rapport eau/ciment égale à 0.44 sous différents couples de pression/température ainsi que la présence ou non de NaCl dans le fluide environnant pendant l'hydratation. Afin de faciliter les échanges entre le ciment et le fluide interstitiel de la roche environnante, la pâte de ciment a été coulée dans des moules préparés avec un calcaire ayant une porosité de 20%. Ceci a permis une pénétration des ions Na<sup>+</sup> et Cl<sup>-</sup> (visible au Microscope Electronique à Balayage). Différents couples de pression et température ont été appliqués pour la préparation des échantillons. Les résultats montrent un effet significatif de la température d'hydratation sur les propriétés mécaniques de la pâte de ciment durcie. La résistance à la compression et le module de Young montrent une diminution importante avec l'augmentation de la température d'hydratation entre 20°C et 90°C. Les résultats montrent également que la

pression d'hydratation entre la pression atmosphérique et 20MPa n'a pas d'influence significative sur les propriétés mécaniques. De façon similaire, la présence du NaCl dans le fluide environnant à 20°C n'a pas d'influence significative sur les résultats.

## 6 RÉFÉRENCES

- Escalante-Garcia J.I. and Sharp J.H. 1997. Effect of temperature on the hydration of the main clinker phases in Portland cements: part II, blended cements. *Cement and concrete research* 28, 1259–1274.
- Ignatiadis I. Cheradame J.M. Lafforgue M. Castagne S. 1991. Evolution des concentrations en sulfures dissous dans les fluides géothermaux du Dogger du bassin de Paris. *BRGM R 33518 IRG SGN 91*, 134.
- Jennings H.M. Thomas J.J. Gevrenov J. Constantinides G. Ulm F.J. 2007. A multi-technique investigation of the nanoporosity of cement paste. *Cement and Concrete Research* 37, 329–336.
- Ramachandran, V.S. Seeley R.C. Polomark G.M. 1984. Free and combined chloride in hydrating cement and cement compounds. *Materials and Structures*, vol. 19, 285-289
- Rojas J. 1989. Caractérisation et modélisation du réservoir géothermique du Dogger, Bassin parisien, France, rapport final. *Rap. BRGM R 30169 IRG SGN 89*, 239 p.
- Taylor H.F.W. 1976. Hydraulic cement pastes: their structure and properties. *Cement and concrete Association*, 14-19.
- Theissing E.M. Mebius-Van de Larr T. De Wind G. 1978. The combining of sodium chloride and calcium chloride by a number of different hardened cement pastes. *Cement and concrete Research*, 8 (6), 683-692.
- Verbeck G.J. and Helmuth R.A. 1968. Structures and physical properties of cement paste. *Proceeding of fifth international symposium on chemistry of cement*, 3, 1-32.
- Yazici H. 2006. The effect of curing conditions on compressive strength of ultra high strength concrete with high volume minerale admixtures. *Building and Environment*.42. 2083-2089.
- 10A/ISO 10426-1 : 2000. Industries du pétrole et du gaz naturel – Ciments et matériaux pour la cimentation des puits- Partie 1 : Spécification. *American Petroleum Institut (API)*.
- NF EN 14579 2005. Méthodes d'essai pour pierres naturelles – Détermination de la vitesse de propagation du son.
- NF P 94-425 2002. Détermination du module de Young et du coefficient de poisson.