

Comportement différé d'une pâte de ciment durcie sous chargement isotrope

Manh-Huyen VU^{a,b}, Jean SULEM^a, Siavash GHABEZLOO^a, Jean-Benoit LAUDET^b

^aUniversité Paris-Es, UR Navier-CERMES, Ecole des Ponts ParisTech, Marne la Vallée, France

^bTOTAL, Management of Residual Gases Project, Pau, France

Résumé

Des essais de compression isotrope drainés jusqu'à 60MPa sur des échantillons de ciment montrent un comportement fortement non-linéaire de la pâte de ciment et aussi la présence de déformations différées significatives sous forte contrainte isotrope. Les échantillons ont été préparés avec un ciment classe G et un rapport eau sur ciment $w/c=0,44$. Les effets de la température d'hydratation et de la température d'essai ont été étudiés en préparant différents échantillons hydratés à 60°C et à 90°C en condition saturée et en réalisant les essais de compression isotrope drainés à 20°C, 60°C et 90°C. Les résultats d'essais montrent une dégradation des propriétés élastiques avec l'augmentation de la température d'hydratation et la température d'essai. Les résultats montrent également qu'il existe un seuil de contrainte au-delà duquel les déformations volumiques se développent plus rapidement. Un modèle viscoplastique est proposé et étalonné sur les résultats de ces essais. Les effets de la température d'hydratation et de la température d'essai sur les paramètres du modèle ont été discutés.

Abstract

Drained isotropic compression tests on hardened cement paste samples show a highly nonlinear behaviour and also the presence of time dependent deformations under high isotropic stress, up to 60MPa. The studied cement paste has been prepared with a class G oil cement and a water to cement ratio $w/c=0.44$. Effects of hydration temperature and test temperature have been investigated by preparing different samples hydrated at 60°C and 90°C under saturated condition and by performing drained isotropic compression tests at 20°C, 60°C and 90°C. The test results show a degradation of the elastic properties with an increase of the hydration temperature and of the test temperature. The results reflect also that there exists a stress threshold beyond which the volumetric strains develop more rapidly. A viscoplastic model is proposed and calibrated on the results of the isotropic compression tests. The effects of the hydration and test temperatures on the parameters of the model are discussed.

Mots clefs : pâte de ciment, hydratation, comportement différé, modèle viscoplastique

1 Introduction

Pour la cimentation d'un puits pétrolier, la pâte de ciment est injectée dans l'espace annulaire entre le cuvelage d'acier et formation géologique autour du puits. Cette gaine de ciment est soumise aux différentes sollicitations thermiques et mécaniques au cours de la vie du puits. En conséquence, la pâte de ciment durcie peut être endommagée et ses propriétés mécaniques et sa perméabilité peuvent être dégradées. La connaissance du comportement de ce ciment est donc importante pour évaluation des performances de la gaine de ciment au cours de la vie d'un puits pétrolier. Ghabezloo *et al.* [1][2][3][4] ont étudié expérimentalement le comportement thermo-poro-mécanique d'une pâte de ciment durcie de class G. Ils ont réalisé des essais poromécaniques classiques tels que des essais de compression isotrope drainés, non-drainés, et sans membrane ainsi que des essais de chauffage drainés et non-drainés. Ils ont montré que le comportement de la pâte de ciment durcie peut être effectivement décrit par la théorie des milieux poreux. En revisitant les résultats expérimentaux de Ghabezloo *et al.* [1], on observe une réponse non-linéaire et des boucles d'hystérésis pendant des cycles de décharge-recharge des essais de compression isotrope drainés qui montrent le comportement visqueux de ce matériau. L'objectif de ce travail est d'étudier l'effet de la température d'hydratation et de la température d'essai sur le comportement différé de la pâte de ciment sous

chargement isotrope. En se basant sur les considérations micromécaniques, un modèle rhéologique viscoplastique est proposé et calibré sur les résultats expérimentaux présentés dans [1][2]. Ces résultats sont complétés par une nouvelle série d'essai correspondant à différentes températures d'hydratation et températures d'essai.

2 Microstructure de la pâte de ciment et micromécanismes de fluage

La pâte de ciment est constituée des hydrates, des grains anhydres, des pores et de l'eau. Le composant majeur des hydrates est le C-S-H, qui est un matériau poreux avec une structure amorphe et colloïdale et une composition chimique variée. Les propriétés du C-S-H ont un rôle dominant pour les propriétés mécaniques de la pâte de ciment. Jennings [5] a proposé un modèle conceptuel pour la microstructure de C-S-H composé d'une unité fondamentale qui est le feuillet de C-S-H sec formant le globule de C-S-H, la porosité intraglobule remplie par l'eau interfoliaire et une monocouche d'eau adsorbée sur la surface du globule. La plus petite taille de pore dans la microstructure correspond à la porosité intraglobule (IGP) avec une taille inférieure à 2nm où l'eau peut entrer ou s'échapper. La structure de C-S-H dans le modèle de Jennings contient des petits pores de gel (SGP) d'une taille comprise entre 2nm et 6nm dans l'espace entre les globules adjacents et des pores plus grands (LGP) avec une taille comprise entre 6nm et 24nm à l'intérieur d'un groupe de quelques globules.

La température d'hydratation affecte la microstructure de la pâte de ciment. Taylors [6] a montré qu'à une température élevée, l'hydratation de la pâte de ciment se déroule plus rapidement. Kjellsen *et al.* [7] ont montré que dans ce cas, l'arrangement des constituants de la microstructure est moins homogène, ce qui donne une porosité à mercure plus importante. En conséquence, les propriétés mécaniques à long terme de la pâte de ciment sont plus faibles [8].

Le fluage de la pâte de ciment est en général attribué à deux types de micromécanismes : phénomènes hydrodynamiques et processus mécaniques. Le premier est lié au mouvement de l'eau dans les petits pores de C-S-H pour atteindre l'équilibre de pression [5][9][10][11][12][13]. Cette relaxation hydrodynamique est responsable du fluage seulement à court-terme [5][9] et elle est supposée être réversible car selon Jennings [5], l'eau peut sortir et rentrer même dans les pores les plus petits (IGP). Les processus mécaniques sont de différents types : effondrement des LGP [5], glissement des feuillets de C-S-H [8][14], développement des microfissures [14]. Les processus mécaniques sont irréversibles et sont considérés comme étant dominants à long-terme lorsque l'équilibre hydrodynamique a été atteint.

3 Etude expérimentale

Dans cette étude, un ciment class G est utilisé pour préparer la pâte de ciment avec un rapport d'eau sur ciment $e/c=0,44$. La préparation des échantillons est présentée en détail dans [1]. Les températures d'hydratation dans cette étude sont 60°C et 90°C. La porosité à mercure est mesurée égale à 0,23 et 0,27 respectivement pour les ciments hydratés à 60°C et 90°C. Les résultats des essais uniaxiaux montrent que la résistance de la pâte de ciment hydratée à 60°C est d'environ 55MPa tandis que les valeurs pour le cas à 90°C sont comprises entre 43MPa à 50MPa. Le module d'Young est 14GPa et 11,5MPa respectivement pour la pâte de ciment hydraté à 60°C et 90°C. Les propriétés mécaniques plus importantes de la pâte de ciment hydratée à 60°C peuvent être attribuées à une porosité à mercure plus faible.

Une cellule triaxiale auto-compensée avec une capacité de 60MPa a été utilisée pour réaliser un essai de compression isotrope drainé à 60°C sur un échantillon hydraté à 60°C. Cette cellule est équipée d'un système de chauffage, d'un générateur pour la pression de pore avec une capacité de 3MPa et d'un générateur de pression de confinement de 60MPa. Trois cycles décharge-recharge ont été effectués à 10MPa, 25MPa et 50MPa. La pression de confinement P_c varie en condition drainée, avec une vitesse de chargement de 0,025MPa/min ou de 0,01MPa/min alors que la pression interstitielle est maintenue constante à 1MPa. Pour simplifier, dans la suite de cet article, le terme « contrainte » désigne la contrainte effective de Terzaghi ($\sigma = P_c - P_p$). La réponse contrainte-déformation de cet essai est présentée dans la Figure 2 et comparée avec les résultats correspondant aux échantillons hydratés à 90°C et testés à 20°C et 90°C [1][2]. On peut observer une réponse fortement non-linéaire de la pâte de ciment durcie sous chargement isotrope. Les cycles décharge-recharge montrent des déformations irréversibles et un phénomène d'hystérésis, qui est plus marqué pour les niveaux de contraintes plus élevés. De plus, sous une contrainte élevée, la déformation volumique continue à augmenter au début des phases de déchargement. Ceci reflète effectivement le

comportement visqueux de ce matériau sous chargement isotrope. Comme mentionné dans la section 2, sous faible contrainte le fluage de la pâte de ciment peut être attribué au mouvement de l'eau dans les petits pores et au glissement des feuillettes de C-S-H. La déformation irréversible n'est pas très importante (<0,3%), et cette phase permet d'accéder aux propriétés viscoélastiques de la pâte de ciment sous faible contrainte. Les déformations volumiques augmentent à une vitesse beaucoup plus importante et la déformation non-élastique devient beaucoup plus élevée au-delà d'un seuil d'environ 43MPa, 35MPa and 25MPa respectivement pour les essais Th90-Tt20, Th60-Tt60 et Th90-Tt90. Ceci montre qu'un mécanisme additionnel tel que le développement de microfissures ou l'effondrement de LGP est activé lorsque la contrainte est suffisamment élevée ce qui accélère le développement de la déformation volumique. Ce mécanisme apparaît à un niveau de contrainte plus faible quand la température d'essai et la température d'hydratation sont plus élevées. L'échantillon testé à 90°C présente un module tangent élastique plus faible comparé aux deux autres essais. De plus, les déformations volumiques sont plus importantes et les effets visqueux sont plus marqués.

4 Modèle viscoplastique

A partir des considérations microstructurales présentées dans la section 2, on peut postuler que sous une contrainte relativement faible, le mécanisme dominant est le mouvement de l'eau et le glissement des feuillettes de C-S-H tandis que pour les contraintes plus élevées l'effondrement de LGP et l'initiation des microfissures sont activés. La réponse du matériau peut être décrite par le modèle rhéologique illustré sur la Figure 1. Il contient deux groupes d'éléments : un élément viscoélastique de Kelvin et un élément viscoplastique de Maxwell en parallèle avec un patin représentant la déformation irréversible. Dans l'élément de Kelvin, un ressort (module de compression K_0) représentant la déformation élastique, et l'élément de Voigt avec un ressort (module de compression K_1) et un amortissement (viscosité η_1) décrivent le fluage primaire. L'élément viscoplastique est activé seulement pour les contraintes supérieures à un seuil σ_s [15] et cause une déformation différée qui évolue à une vitesse constante sous une contrainte constante (module K_2 , et la viscosité η_2). Cette partie viscoplastique décrit le fluage secondaire. Les six paramètres du modèle sont supposés constants pour chaque essai (pour une température d'hydratation et une température d'essai imposées). La déformation volumique totale peut être écrite dans le domaine de la transformation Laplace de la façon suivante :

$$\bar{\varepsilon} = \left(\frac{1}{K_0} + \frac{1}{K_1 + \eta_1 s} \right) \bar{\sigma} + \left(\frac{1}{K_2} + \frac{1}{\eta_2 s} \right) \left(\bar{\sigma} - \delta \frac{\sigma_s}{s} \right) H[\sigma - \sigma_s] \quad (1)$$

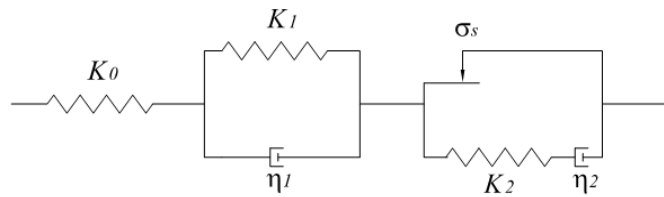


Figure 1: Modèle rhéologique

où H est la fonction de Heaviside, $\delta = 1$ pour la phase de chargement et $\delta = -1$ pour le déchargement. L'évolution en temps de la contrainte appliquée à une vitesse de chargement constante V est exprimée par :

$$\sigma(t) = V \left\{ t - 2(t-t_1) \cdot H[t-t_1] + 2(t-t_2) \cdot H[t-t_2] - 2(t-t_3) \cdot H[t-t_3] + \right. \\ \left. + 2(t-t_4) \cdot H[t-t_4] - 2(t-t_5) \cdot H[t-t_5] + 2(t-t_6) \cdot H[t-t_6] - (t-t_7) \cdot H[t-t_7] \right\} \quad (2)$$

où t_1, t_2, t_3, t_4, t_5 et t_6 sont les temps où le sens du chargement est changé. En utilisant les équations (1) et (2) et en utilisant la transformation de Laplace, une solution analytique est obtenue pour l'évolution de la déformation volumique en fonction du temps.

La procédure d'évaluation des paramètres est la suivante. Le seuil de contrainte σ_s est tout d'abord estimé pour différentes conditions de température comme le niveau de contrainte au-delà duquel la vitesse de déformation volumique évolue significativement. Les paramètres de la partie viscoélastique (K_0, K_1, η_1) sont

évalués pour la partie des courbes contrainte-déformation correspondant à $\sigma \leq \sigma_s$ et les deux autres paramètres (K_2, η_2) sont calibrés dans une deuxième étape pour $\sigma > \sigma_s$. Les paramètres du modèle sont évalués en minimisant l'erreur entre les résultats expérimentaux et les prédictions du modèle en utilisant un solveur numérique (Tableau 1). Le temps caractéristique de fluage pour l'élément viscoélastique (sous faible contrainte), reporté dans le Tableau 1, est défini comme $\tau_1 = \eta_1 / K_1$. On peut voir un bon accord entre les courbes expérimentales et les courbes du modèle sur la Figure 2. Comme présenté dans le Tableau 1, à 20°C on trouve qu'au-delà d'un seuil de contrainte de 43MPa, la partie viscoplastique est activée. Concernant la réponse à long-terme, la déformation de l'élément viscoélastique atteint une valeur stable tandis que la déformation de l'élément viscoplastique augmente linéairement avec le temps sous une contrainte constante.

Tableau 1 : Paramètres du modèle

Th (°C)	Tt (°C)	σ_s (MPa)	K_0 (MPa)	K_1 (MPa)	K_2 (MPa)	η_1 (MPa.mn)	η_2 (MPa.mn)	Temps caractéristique de fluage à court-terme (min)
90	20	43	8000	5500	4500	4.6×10^6	10×10^6	836
	90	25	5000	3000	4000	2.2×10^6	3.8×10^6	733
60	60	35	5600	5500	20000	9×10^6	33×10^6	1636

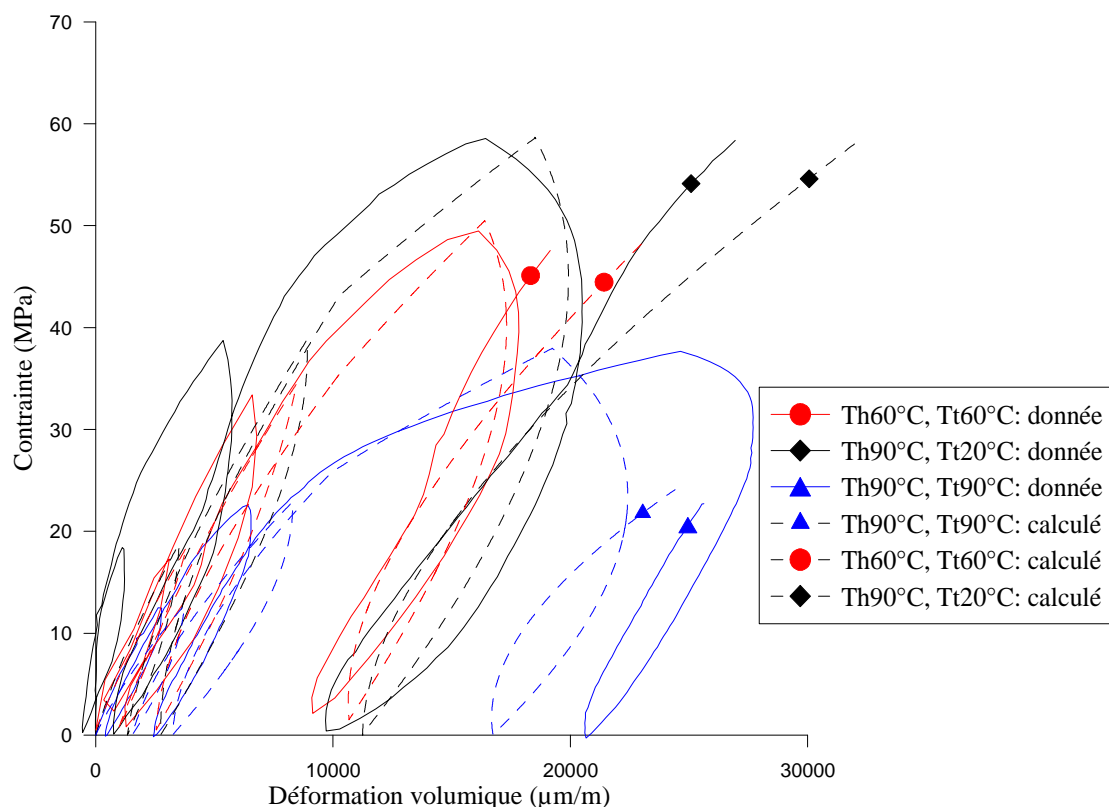


Figure 2: Comparaison des résultats du modèle et les résultats expérimentaux sous chargement isotrope

Les rigidités et les viscosités évaluées pour les essais réalisés sur la même pâte de ciment sont plus faibles à 90°C qu'à 20°C. C'est pourquoi la température d'essai influence le fluage primaire ainsi que le fluage secondaire. Ce résultat est en bon accord avec le fait que le fluage est un processus thermiquement activé [13]. Le Tableau 1 montre que les modules et les viscosités ainsi que le seuil de contrainte décroissent à une température d'essai plus élevée. Cette observation peut être reliée à un affaiblissement des forces de liaison

entre les globules à une température plus élevée, ce qui provoque l'effondrement de LGP. Pour l'essai Th60-Tt60 (à température d'hydratation de 60°C), les viscosités η_1 et η_2 sont significativement plus grandes que celles des deux autres cas (à température d'hydratation de 90°C), mettant en évidence un rôle important de la température d'hydratation sur le comportement différé de la pâte de ciment. En particulier, on peut corrélérer une vitesse de fluage plus faible de la pâte de ciment hydraté à 60°C et sa résistance plus importante (voir la section 3).

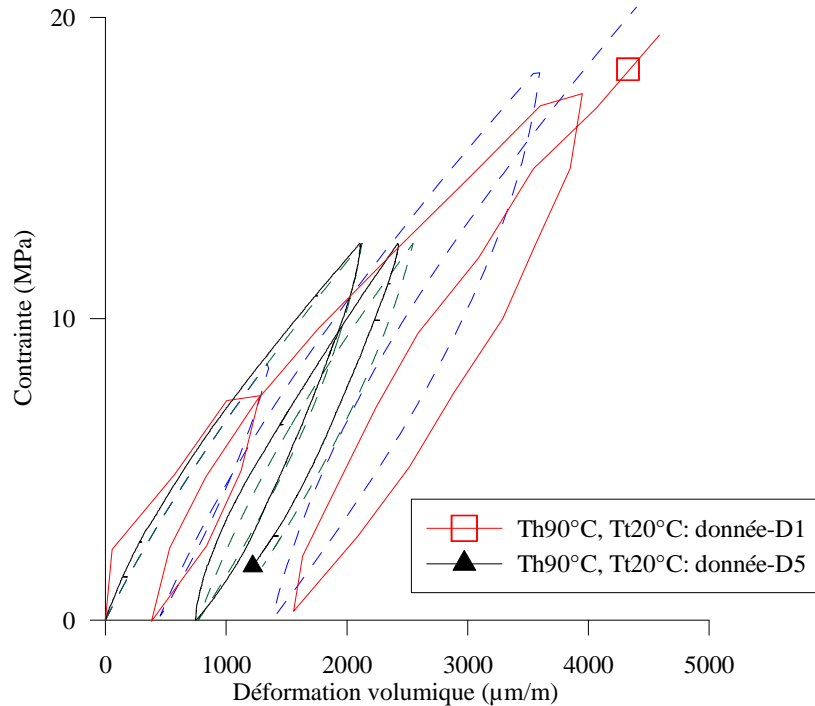


Figure 3 : Essais de compression isotrope drainé réalisés à 20°C sur les échantillons hydratés à 90°C (Essais D1 et D5), données expérimentales en ligne continue, simulation en pointillés

En utilisant les paramètres du modèle, deux autres essais de compression isotrope drainés qui ne sont pas utilisés pour la calibration du modèle sont simulés. Ces essais correspondent aux échantillons hydratés à 90°C et testés à 20°C, référencés comme les essais D-1 et D-5 dans la Figure 4 de [1]. La comparaison de la courbe contrainte-déformation simulée et celle des données expérimentales présentée sur Figure 3 montre aussi une bonne compatibilité.

5 Conclusion

Dans cette étude, l'effet de la température d'hydratation et de la température d'essai sur le comportement de la pâte de ciment classe G sont étudiés en se basant sur une étude expérimentale réalisée sur des échantillons hydratés à 60°C et 90°C. Il a été observé que la porosité à mercure augmente avec la température d'hydratation. Les essais uniaxiaux montrent qu'à une température d'hydratation plus importante la pâte de ciment durcie est moins résistante. Une tendance similaire a été trouvée sur les résultats des essais de compression isotropes drainés qui met en évidence qu'une augmentation de la température d'hydratation et de la température d'essai dégrade les propriétés élastiques de la pâte de ciment. De plus, il existe un seuil de contrainte au-delà duquel les déformations volumiques évoluent plus rapidement. Un modèle comportement viscoplastique a été proposé et calibré sur les résultats des essais de compression isotrope drainés. Les paramètres évalués montrent que les propriétés visqueuses décroissent avec une augmentation de la température d'hydratation et de la température d'essai.

Références

- [1] S. Ghabezloo, J. Sulem, S.Guedon, F.Martineau, J. Saint-Marc, Poromechanical of hardened cement paste under isotropic loading. Cement and Concrete Research 38 (12) (2008).

- [2] S. Ghabezloo, Comportement thermo-poro-mécanique d'un ciment pétrolier, Thèse, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, France, 2008.
- [3] S. Ghabezloo, J. Sulem, J. Saint-Marc, Evaluation of a permeability-porosity relationship in a low-permeability creeping material using a single transient test, *International journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 46 (4) (2009) 761-768.
- [4] S. Ghabezloo, J. Sulem, J. Saint-Marc, The effect of undrained heating on a fluid saturated hardened cement paste, *Cement and Concrete Research* 39 (1) (2009) 54-64.
- [5] H. M. Jennings, Refinements to colloid model of C-S-H in cement: CM-II, *Cement and Concrete Research* 38 (2008) 275-289
- [6] H. F. W Taylor, *Cement chemistry*, Thomas Telford, London, 1997
- [7] K. O. Kjellsen, R.J. Detwiler, O.E. GjØrv, Pore structure of plain cement pastes hydrated at different temperatures, *Cement and Concrete Research* 20(1990), 927-933.
- [8] M. Cervera, R. Faria, J. Oliver, T. Prato, Numerical modelling of concrete curing, regarding hydration and temperature phenomena, *Computers and Structures* 80 (2002) 1511-1521.
- [9] R. Alizadeh, J. J. Beaudoin, L. Raki, Viscoelastic nature of calcium silicate hydrate, *Cement and Concrete Composites* 32 (2010) 369-376
- [10] J. J. Valenza, G. W. Scherer, Evidence of anomalous thermal expansion of water in cement paste, *Cement and Concrete Research* 35 (2005) 57-66.
- [11] O. Bernard, F.-J. Ulm, J.T. Germaine, Volume and deviator creep of calcium-leached cement-based materials, *Cement and Concrete Research* 33 (2003) 1127-1136.
- [12] S. Mindess, J.F. Young, D. Darwin, (2003), *Concrete*, Prentice Hall, Second edition.
- [13] P. Klug, F.H. Wittmann, Activation energy and activation volume of creep of hardened cement paste, *Materials science and Engineering* 15 (1974) 63-66.
- [14] Z. P. Bažant, A.B. Hauggaard, S. Baweja, F.-J. Ulm, Microprestress-solidification theory for concrete creep. I: Aging and drying effects. *Journal of Engineering Mechanics*, 123(11) (1997)
- [15] C. Mazzotti, M. Savoia, Nonlinear creep damage model for concrete under uniaxial compression, *Journal of Engineering Mechanics* 129 (9) 2003.