

9/04



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE



**Projet de fin d'étude en vue de l'obtention d'un diplôme
D'INGENIORAT EN GENIE CHIMIQUE**

Thème :

**EVALUATION DES PERFORMANCES DES
EMULSIFIANTS UTILISES DANS LES
FLUIDES DE FORAGE**

Proposé par :

M^r M.KHODJA

Etudié par :

**SABER Meriem
&
SEBTI Aicha**

Dirigé par :

**M^r M.KHODJA
M^r T. Ahmed ZAID**

Promotion 2004

10.avenue Hassene Badi, BP 182 El-Harrach Alger - Algérie

Dédicaces

je dédie ce modeste travail à:

Mes adorables grands-mères "Dabbia "et "Baya"

Mes merveilleux père et mère, à qui je dois ce que je suis aujourd'hui;

Mon cher frère Amine et Ma chère sœur Sissi;

Mes tantes, mes oncles et toute ma grande famille;

Mes petites cousines : Loubna , Sininou, Khawla, yasmine, Fella, Khadidja ,Dabbia et Soraya;

Mes cousins: Mohamed, Said, Abdallah;

Mes chères copines: Samra, Lamia, Khadidja, Nadia, Hannane;

Une personne exceptionnelle que je chérie profondément "Nabila";

Tous mes camarades de la promotion 2004 sans exception.

INTRODUCTION	01
--------------------	----

Chapitre I : LES FLUIDES DE FORAGE

I.1 Généralités sur le forage et les fluides de forage	02
I.2 Les principales fonctions des fluides de forage	03
I.3 Caractéristiques optimales des fluides de forage	06
I.4. Le cycle de la boue de forage	07
I.5 Propriétés des fluides de forage	08
I.6 Composition des différents types de fluides de forage	12

Chapitre II : LES AGENTS TENSIOACTIFS

II.1 Généralités sur les tensioactifs	19
II.2 Agent de surface et processus interfaciaux	20
II.3 Classification des agents de surface	21
II.4 La concentration micellaire critique	23
II.5 Caractéristiques des tensioactifs ..	24
II.6 Choix du tensioactif - notion de HLB	27
II.7 La solubilité des tensioactifs	29
II.8 Les applications des agents de surfaces	29

Chapitre III : COMPORTEMENT DES EMULSIONS

III.1. Définitions.....	31
III.2. Formation des émulsions.....	31
III.3. Les différents types d'émulsions	32
III.4. Influence des agents émulsifiants ..	33
III.5. Classification des émulsions	34
III.6 Propriétés rhéologiques des émulsions	34
III.7. Effet des solides sur les émulsions	38
III.8. Contrôle des émulsions	39

PARTIE EXPERIMENTALE

CARACTERISATION DES TENSIOACTIFS

I. La concentration micellaire critique	45
II. La balance lipophile hydrophile	47

ETUDE COMPARATIVE DU POUVOIR EMULSIFIANT DES DIFFERENTS TENSIOACTIFS

I. Comportement des émulsions en présence d'un seul type de tensioactifs	50
II. Comportement des émulsions en présence du couple de tensioactifs (P,S)	53

COMPORTEMENT DES EMULSIONS EN PRESENCE DES CONTAMINANTS

I. Influence de la salinité	60
II. Influence de la teneur en phase dispersée	61

INFLUENCE DES ADDITIFS SUR LE COMPORTEMENT DES EMULSIONS INVERSES

I Influence de l'argile organophile et du réducteur de filtrat	68
II Influence de la chaux et de la baryte	71
III. Influence de l'ordre d'ajout des additifs	72

V. EVALUATION ET MODELISATION DES BOUES INVERSES EN PRESENCE DES TENSIOACTIFS

V.I. Plan d'expérience du groupe B	76
V.II. Plan d'expérience du groupe A	79

CONCLUSION	84
------------	----

ملخص:

هذه الدراسة تهدف إلى تقييم فعالية المواد التي لها خاصية الحفاظ على تجانس المستحلبات العكسية، و المعروضة من طرف بعض الموردين.

هذه المواد الكيماوية تستعمل كأهم عنصر مثبت لتجانس سوائل الحفر المستحلبة عكسيا وقد تساهم بوجود باقي المكونات في تحسين كل من مميزات الميوعة والترشيح.

كلمات المفتاح:

سوائل الحفر، مثبت المستحلبات، المستحلبات العكسية.

Résumé:

Cette étude a pour but l'évaluation du pouvoir émulsifiant d'un ensemble de tensioactifs proposés par des différents fournisseurs. Ces tensioactifs sont utilisés dans les fluides de forage à base d'huile en tant que stabilisant primordial des émulsions inverses, ils contribuent également à l'amélioration des caractéristiques rhéologiques et de filtration de ces boues et ce en présence des autres additifs.

Mots clefs:

Fluide de forage, agent de surface, émulsion inverse.

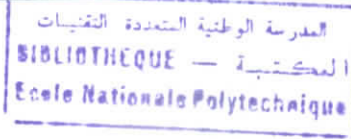
Abstract:

The purpose of this study is the evaluation of surface- active agents' capacity which are proposed by various suppliers, to make and stabilize emulsion. these surface – active agents are used in the oil based muds as invert emulsions' essentiel stabilisant, they also contribute to the improvement of the rheological characteristics and filtration of these muds and this in the presence of the other additives.

Key words:

Drilling muds, Invert emulsion, Surface active agent

Introduction



Les fluides utilisés pour les forages pétroliers (émulsions/suspensions de divers constituants), classiquement appelés boues, ont des propriétés rhéologiques complexes : ils sont rhéofluidifiants, thixotropes et fortement thermodépendants, et ceci à différents degrés suivant le type de boue et les conditions d'utilisation.

Les fluides de forage à base d'huile sont des émulsions inverses constituées d'une phase aqueuse se trouvant dispersée dans une phase huileuse. L'huile généralement utilisée dans les forages algériens est le gasoil issu des raffineries nationales. Cette huile de base est mélangée avec des tensioactifs émulsifiants, d'agents viscosifiants, et d'autres additifs. La majorité des additifs employés dans les boues inverses sont des produits importés. Dans une formulation de boue, il est nécessaire d'atteindre un maximum de stabilité et de consistance, dans les conditions techniques et économiques imposées.

Les tensioactifs semblent être les principaux produits responsables de ces paramètres. Ce sont des produits commerciaux masqués ce qui rend leur identification extrêmement compliquée.

L'objectif de ce travail est d'étudier le comportement des émulsions inverses utilisés dans les systèmes de fluides de forage conventionnels en présence d'agents émulsifiants. Après avoir caractérisé ces produits, des tests de stabilité seront réalisés. En particulier ceux recommandés par la norme et qui sont basés principalement sur la détermination du pouvoir émulsifiant.

Il s'agit ensuite d'étudier systématiquement les relations entre les principaux additifs de boues (phase dispersée, argile organophile, réducteur de filtrat) et les comportements spécifiques des émulsions (stabilité et rhéologie). On recherchera autant que possible des interprétations physiques aux phénomènes observés.

Une dernière partie du travail étudiera à travers un plan d'expérience les interactions existantes entre ces différents additifs, les conséquences pratiques de ces résultats en termes de stabilité et de propriétés d'écoulement. L'étude de ces systèmes modèles permettra d'identifier les mécanismes dominants et de mieux comprendre le comportement des boues inverses.

I. LES FLUIDES DE FORAGE

I.1 Généralités sur le forage et les fluides de forage

L'exploration, la découverte et l'exploitation des gisements ou champs se font à l'aide de forage. Le régime et le bon fonctionnement de cette opération sont fonction de plusieurs paramètres, parmi eux, le fluide de forage qui est un facteur déterminant du succès du forage. Comme les puits sont de plus en plus profonds, les fluides de forage ont pris de l'importance, en répondant à un grand nombre de besoins et en résolvant des problèmes très différents d'un endroit à un autre.

I.1.1 Le forage des puits

Le forage rotary a largement remplacé le forage au câble, c'est le procédé le plus utilisé de nos jours, car il permet d'obtenir de meilleures vitesses d'avancement et, surtout, d'atteindre des profondeurs extrêmement élevées (plus de 7000 mètres). Dans cette technique, le trépan se trouve à l'extrémité d'un tuyau rotatif et doit pour accomplir son travail:

- Etre animé d'un mouvement de rotation autour de son axe.
- Etre appuyé avec une certaine force sur le fond du puits.

Ces deux actions lui sont transmises depuis la surface par les tiges qui sont vissées au-dessus de lui. Au fur et à mesure que la roche est débitée en petits débris (cutting), encore appelées déblais de forage, une circulation continue de boue descendante par l'intérieur des tiges est remontant par l'espace annulaire compris entre les tiges et le trou les évacue vers la surface [1].

I.1.2 Les boues dans le forage

En 1900, alors qu'ils foraient un puits de pétrole à Spindletop, au Texas, des ouvriers ont conduit un troupeau de bovins dans une fosse remplie d'eau. La boue ainsi obtenue, un lisier boueux et visqueux composé d'eau et d'argile, a été déversée dans le puits.

Les fluides de forage sont toujours appelés boue, mais les ingénieurs n'ont plus recours à l'eau et l'argile. A présent, ils préparent des composés et des mélanges satisfaisants aux besoins spécifiques des différentes conditions de forage [2].

▪ Destination des fluides de forage

Le forage par rotation rend impérative la circulation du fluide de forage. Le nettoyage du puits est une opération technologique importante qui détermine le succès, aussi bien que l'efficacité de l'établissement du puits dans son ensemble.

Au cours du forage et à l'état de repos, la boue remplit des fonctions hydrodynamiques, hydrostatiques et physico-chimiques, ce qui dans l'ensemble constitue la technologie du processus [3].

▪ **Classification des fluides de forage**

Les différents types de fluide de forage sont au nombre de trois: fluide à base d'eau, fluide à base d'hydrocarbure et fluides émulsionnés.

Les boues à base d'eau et d'hydrocarbures sont classées en fonction de la composition chimique du milieu dispersif:

- *les boues à base d'eau*: à base d'eau douce et à base d'eau minéralisée ;
- *les boues à base d'hydrocarbure*: à base d'huile, à base des produits de raffinage du pétrole (gas-oil, fuel-oil).

D'après la composition de la phase dispersée les boues à base d'eau peuvent être à argile, carbonatée, les boues à base d'huile à bitume et à argile organique. Selon la nature du milieu dispersif envisagé, des agents sous forme gazeuse tels que l'air, le gaz naturel ou le gaz d'échappement, peuvent être utilisés [3].

La présence et l'état des phases dispersées liquides, solides et gazeuses permet de classer les boues à base d'eau et à base d'huile en boues émulsionnées, émulsionnée à l'air et alourdies. La division en un système déterminé de boue est dictée par le mode de stabilisation du système dispersif, c'est à dire par la nature et la concentration des divers agents stabilisateurs.

▪ **Prix de la boue**

Le prix de la boue représente 5 à 15% du prix total du sondage; ce pourcentage varie en fonction du programme boue (léger, moyen, lourd) et des incidents rencontrés (perte, venues de gaz ou d'eau, mauvaise tenue des parois...)[4].

Le budget "boue" représente bien souvent une assurance versée grâce à laquelle l'objectif sera atteint. Vouloir faire des économies sur ce poste équivaut parfois à compromettre la réussite du forage.

I.2 Les principales fonctions des fluides de forage

L'environnement difficile des opérations de forage souterrain a encouragé les initiatives de recherche et développement en vue de concevoir des fluides de forage pouvant jouer plusieurs rôles importants:

I.2.1 Fonctions hydrodynamiques

- **Nettoyage du puits et transport des cuttings en surface:**

C'est probablement l'une des plus importantes fonctions de la boue. Le débit de fluide à la sortie des évents favorise la destruction du terrain et maintient propre le fond de trou. Ceci contribue à un meilleur avancement et améliore la vie de l'outil.

La rhéologie de la boue ainsi que les facteurs liés à l'hydraulique de l'installation, déterminent la vitesse de remontée des déblais. Des vitesses de l'ordre de 30 à 60 m/mn sont généralement utilisées [4].

- **Stabilisation des formations forées**

Le fluide de forage peut interagir avec la roche environnante de plusieurs manières. Par exemple, si la roche renferme beaucoup de sel, l'eau dissoudra le sel et aura tendance à rendre les parois du puits instables. Un fluide à base d'huile est plus approprié dans cette situation. Les formations rocheuses à forte teneur en argile ont également tendance à être évacuées avec l'eau. Ce type de formation nécessite un fluide inhibiteur pour maintenir la stabilité du puits et empêcher l'élargissement du trou ou les fuites d'eau.

Au fur et à mesure que le forage avance, le puits est garni d'un tubage en acier qui est cimenté afin de consolider le puits et d'offrir un passage pour remonter le pétrole à la surface lorsque le réservoir est atteint. Une fois le réservoir atteint, il arrive que la composition du fluide de forage doive être modifiée pour empêcher l'obturation des pores de la roche. Le maintien des pores ouverts permet au pétrole de circuler plus librement dans le puits jusqu'à la surface[2].

- **Lubrification et refroidissement [2]**

Lorsque le métal se déplace contre la roche, un frottement et un échauffement se produisent. Les fluides de forage permettent de lubrifier et de refroidir le trépan, ce qui assure un fonctionnement sans à-coups et prolonge la durée de vie du trépan. La lubrification peut s'avérer particulièrement importante sur les puits très profonds ou les puits horizontaux où le frottement entre la tige de forage, le trépan et la surface rocheuse doit être réduit au minimum.

- **Erosion des terrains dans la taille**

La plupart des chercheurs considèrent que l'action des jets de boue lancée à grande vitesse (plus de 120 m/s) est favorable quelle que soit la nature des roches et s'explique par un meilleur curage de la taille [4].

1.2.2 Fonctions hydrostatiques

▪ Le pouvoir de suspension

L'écoulement du fluide de forage dans la tige de forage est parfois interrompu suite à un problème ou pour dégager la tige de forage afin de changer le trépan. A l'arrêt du forage, les déblais en suspension dans le fluide risquent de couler au fond du trou, bloquant ainsi la foreuse. Les fluides de forage ont une propriété très intéressante qui résout ce problème. En effet, la viscosité du fluide augmente au fur et à mesure que le fluide ralentit. Lorsque la circulation du fluide s'arrête, il se transforme en un gel épais qui retient les déblais rocheux et les empêche de tomber au fond du puits. Lorsque le fluide recommence à circuler, il se fluidifie et retrouve sa forme initiale [4].

▪ Contrôle de la pression

La boue sert à empêcher les accidents en neutralisant la pression naturelle des fluides dans la formation rocheuse. Il faut réussir à équilibrer la pression du fluide de forage qui doit être suffisante pour contrecarrer la pression exercée par les formations rocheuses et par le pétrole ou le gaz, mais pas trop forte pour ne pas endommager le puits. Si le poids du fluide de forage est trop élevé, la roche risque de se fracturer et le fluide de forage se répandra dans le puits.

La pression d'un liquide dépend de sa densité. Des agents denses peuvent être ajoutés au fluide de forage pour augmenter sa densité et, par conséquent, pour accroître la pression exercée sur les parois du puits. La densité du liquide peut être ajustée pour satisfaire aux conditions du puits [3].

▪ Flottabilité

Un puits peut avoir plusieurs milliers de mètres de profondeur. Une tige de forage en acier de cette longueur pèse plusieurs tonnes. L'immersion de la tige de forage dans le fluide produit un effet de flottabilité, ce qui réduit son poids et limite la tension appliquée sur le mécanisme de forage [3].

1.2.3 Fonctions physico-chimiques

▪ Conservation de la perméabilité des roches

En filtrant à travers les roches imperméables, la phase liquide de la boue pénètre dans la couche, provoquant ainsi des éboulements et des écroulements du fait que la cohérence entre les particules de la roche diminue. Pour conserver et même renforcer cette cohérence, il faut introduire des agents chimiques spéciaux appelés inhibiteurs, par exemple, la chaux, le verre soluble, le potassium, etc [4].

L'une des fonctions physico-chimique de la boue est de conserver cette cohérence. L'autre fonction consiste à conserver la perméabilité des couches productives lors de leur décapage par le trépan .Pour parer à ce phénomène les boues sont traitées aux substances tensioactives ou solutions spéciales [4].

▪ **Formation d'un cake imperméable**

Une boue de forage doit déposer un cake imperméable sur les parois pour les consolider et réduire les filtrations futures. Cette propriété est également améliorée par les produits colloïdaux type bentonite, carboxyméthylcellulose, amidon, lignosulfaonates...

Ainsi, un cake mince, formé par une quantité suffisante de particules colloïdales, contribue à améliorer la stabilité des parois, lui-même étant assez résistant. Une quantité insuffisante de ces particules, conduit à la formation d'un cake épais, ce qui contribue à la formation d'un bouchon sous le trépan [3].

1.2.4 Obtention d'information concernant les formations forcées

Des caractéristiques optimales sont nécessaires pour assurer la meilleure protection de terrains. Cependant, certaines caractéristiques peuvent être volontairement sacrifiées au profit d'une meilleure connaissance des formations. Ainsi dans certains cas on ajoute du sel qui augmente le filtrat mais permet une meilleure interprétation des logs. L'huile améliore les qualités de la boue et même du réservoir mais elle gêne les travaux des géologues et pour cette raison son emploi peut être réduit [4].

1.3 Caractéristiques optimales des fluides de forage

Les différentes fonctions importantes des fluides de forage peuvent être regroupées en trois qui paraissent essentielles et fondamentales, lorsqu'il s'agit de choisir un programme de boue: [4]

1. Participation à l'avancement ;
2. Nettoyage du trou ;
1. Maintient du trou ouvert.

Ainsi des pertes prévues motiveront l'emploi de boue visqueuse à base de colmatants ou le forage à la mousse ; des traversées anhydrites justifieront une boue au gypse; des terrains secs et durs de mauvaise forabilité expliqueront l'emploi d'eau ou éventuellement d'air [4].

IL n'existe pas en effet de caractéristiques optimales permettant de forer tous les terrains. Ceux-ci étant très divers des points de vue de la nature chimique, argiles, sel, grés, teneur en eau, etc.) et physique (compactage, régime de pression...), il en résulte qu'à chaque problème il y a une solution particulière.

I.4 Le cycle de la boue de forage [5]

La majeure partie de la boue utilisée dans une opération de forage est recyclée en continu :

1. La boue est mélangée et conservée dans le bassin de décantation.
2. Une pompe achemine la boue dans la tige de forage qui descend jusqu'au fond du puits.
3. La boue emprunte ensuite le chemin inverse en remontant à la surface les morceaux de roche, appelés déblais, qui ont été arrachés par le trépan.
4. La boue remonte jusqu'à l'espace annulaire, entre la tige de forage et les parois du puits. Le diamètre type d'une tige de forage est d'environ 10 centimètres. Au bas d'un puits profond, le puits peut mesurer 20 centimètres de diamètre
5. A la surface, la boue circule dans la conduite d'aspiration de la boue, une tige qui mène au tamis vibrant
6. Les tamis vibrants se composent d'un ensemble de crépines métalliques vibrantes servant à séparer la boue des déblais.

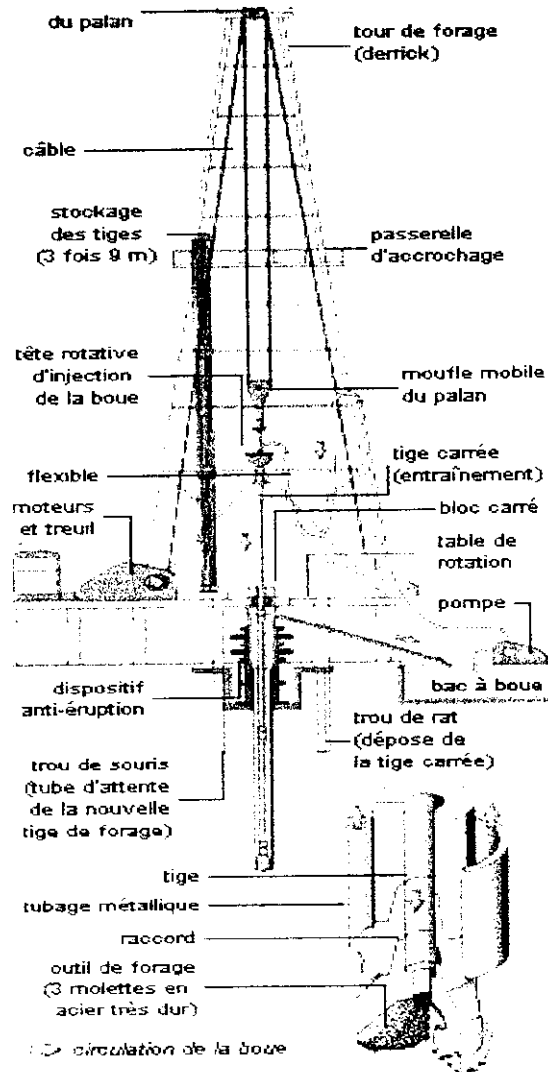


Figure I.1: Le cycle de la boue dans le forage rotary. [6]

7. Les déblais de la roche glissent le long de la glissière du tamis pour être rejetés. En fonction des impératifs environnementaux, notamment, ils peuvent être lavés avant leur rejet. Une partie des déblais est prélevée pour être examinée par des géologues afin d'étudier les propriétés des roches souterraines présentes au fond du puits.

1.5 Propriétés des fluides de forage

L'efficacité d'une boue de forage est déterminée par le contrôle des différentes caractéristiques suivantes:

1.5.1 La masse volumique

La masse volumique de la boue est le quotient de sa masse par son volume à une température donnée. Elle caractérise son pouvoir de remplir les fonctions hydrostatiques et hydrodynamiques. Plus elle est grande, plus la pression exercée par la colonne de boue sur le fond et les parois du puits est forte.

Plus la différence entre la pression du pore et de la colonne de boue est grande, plus la compactibilité des roches au niveau de la taille est élevée, ce qui altère la forabilité des terrains [2].

1.5.2 Rhéologie des fluides de forage

La rhéologie est la science traitant les phénomènes de la déformation et de l'écoulement de la matière. Les propriétés des corps associées à ces phénomènes sont dites rhéologiques. Ces propriétés conditionnent le bon rendement des pompes, la pression de refoulement, et elles sont à l'origine de l'ensemble des fonctions assurées par le fluide de forage.

a. La viscosité

Il existe deux formes de viscosité des solutions dispersives, la viscosité apparente et plastique. D'autre part, les solutions dispersives à structure sont déterminées par une deuxième variable, la yield value, encore appelée le seuil d'écoulement [3].

Plus la viscosité est forte, meilleure est l'évacuation des déblais à partir du fond. D'autre part, son augmentation rend la pression de la circulation plus grande, ce qui altère le fonctionnement du trépan, réduit l'avancement et la vitesse mécanique.

De plus une boue plus visqueuse absorbe plus facilement le gaz, perd en densité, ce qui accroît le danger d'éjection de pétrole, de gaz et d'eau à partir du trou. Généralement, la viscosité d'une boue non alourdie est maintenue au niveau de 35 à 50 stocks, et d'une boue alourdie, à moins de 80 stocks [3].

b. Propriétés de gel et thixotropie

Pour évaluer les propriétés utiles des boues. Il faut connaître leurs caractéristiques non seulement en mouvement, mais aussi au repos.

La propriété au gel est définie comme étant la contrainte minimale qui provoque le début d'écoulement d'un fluide plastique, elle est représentée au viscosimètre Fann par la tension de cisaillement correspondant à une vitesse de rotation de 3 tr/mn.

- Le gel 0: Caractérise la résistance de gel après une sévère agitation de système.
- Le gel 10: Caractérise la résistance du gel après une agitation et un repos de 10 mn

La différence entre le taux de cisaillement enregistré après 10 mn (gel 10) et celui enregistré après une forte agitation de la boue (gel 0) définit la thixotropie qui est la propriété de la boue d'augmenter sa résistance au repos. [1]

c. La yield - value

Cette grandeur est en générale due aux interactions physiques ou chimiques existant entre particules en suspension. Ces interactions vont dépendre de la nature de la dispersion des particules, de leurs nombre et de leurs taille, et donc de la teneur en solide.

Ainsi, il est admis que la yield - value est proportionnelle au carré de la teneur en solide, et inversement proportionnelle à la taille des particules. Elle est calculée par la relation suivante: [7]

$$YA = 2 * (VA - VP)$$

Un traitement chimique approprié, agissant sur les charges superficielles des particules, peut avoir un effet extrêmement sensible sur la yield - value, à tel point qu'une faible yield - value est souvent prise comme critère de bon équilibre chimique d'une boue.

d. Equations rhéologiques [1]

La rhéologie d'un fluide est généralement définie par une équation d'état, reliant la tension de cisaillement noté τ au vitesse de déformation (taux de cisaillement) notée γ telle que:

$$\tau = \eta \cdot \gamma$$

η : la viscosité qui est une équation du taux de cisaillement selon les différents modèles rhéologiques suivants:

- *Le modèle de newton* : $\tau = \nu \cdot \gamma$

ν : le coefficient de viscosité absolue du liquide, c'est une constante indépendante de τ et γ .

- *Le modèle de Bingham* : $\tau = YV + VP \cdot \gamma$

VP: représente la viscosité plastique

YV: représente la valeur de la contrainte à partir de laquelle l'écoulement apparaît: elle est appelée le seuil d'écoulement.

- **Le modèle en puissance:** $\tau = k \cdot \dot{\gamma}^N$ avec :

k et N des paramètres rhéologiques; N peut être évalué par la relation empirique suivante:

$$N = 3.31 * \log (Fann600/Fann300)$$

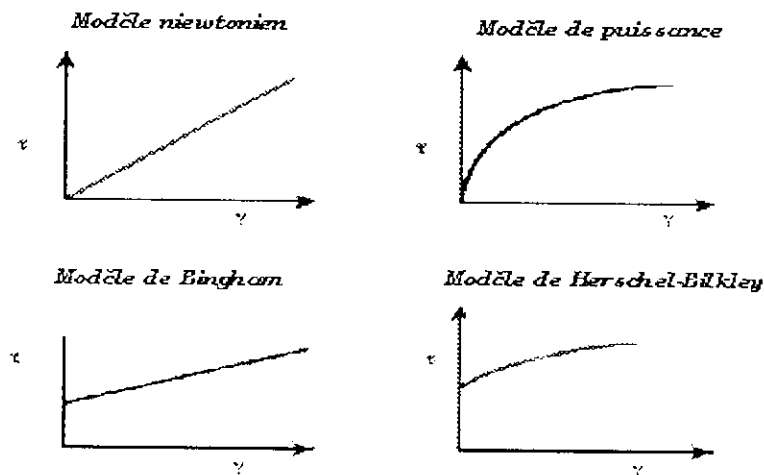


Figure I.2: Les différents modèles rhéologiques [5].

Pour les fluides de forage à émulsion inverse, c'est le modèle en puissance qui s'applique le mieux. En effet, cette loi empirique permet de décrire aussi bien le comportement des liquides fluidifiants (ou pseudo plastiques) pour lesquels $N < 1$, que celui des liquides épaississant (ou dilatant) pour lesquels $N > 1$ [8].

e. Mesure des propriétés rhéologiques

Ces mesures se font au moyen de viscosimètres à cylindres coaxiaux (Appareils Fann ou Stormer). Le cylindre extérieur (rotor) tourne à une ou plusieurs vitesses déterminées dans un échantillon de boue. Le cylindre intérieur (stator) maintenu fixe par un ressort antagoniste, a tendance à être entraîné par la boue qui remplit l'espace annulaire. Le couple résistant exercé par ce ressort est, sur l'appareil Fann, directement gradué en centipoises.

Si C_{600} et C_{300} sont les valeurs de ce couple aux vitesses 600 et 300 tr/mn, il en résulte des caractéristiques de l'appareil que: [1]

- La viscosité plastique de fluide en centipoises est : $V_P = C_{600} - C_{300}$;

Cette propriété résulte des frottements inter particules. Elle est liée à la viscosité des liquides ainsi qu'à la concentration et la forme des solides en présence.

- La viscosité apparente qu'aurait le fluide plastique s'il était considéré comme newtonien dans les mêmes conditions d'écoulement serait exprimée en centipoises :

$$Va = C_{600}/2.$$

I.5.3 Filtrat et cake

Le filtrat se produit sous l'effet de la différence de pression entre le fluide de forage et les parois perméables des formations traversées. Pour la boue à base d'huile, le volume du filtrat et l'épaisseur du cake résultant sont mesurés simultanément avec un filtre HPHT (Haute Pression Et Haute Température), l'échantillon à étudier est soumis pendant un temps de 30 mn à une pression différentielle de 500 psi et une température de 250 °F [2].

Les boues à faible filtrat (jusqu'à 5cm³ en 30mn) sont utilisées pour le forage des terrains instables, en particulier des argiles, qui sous l'action du filtrat perdent la cohérence et s'éboulent. Des terrains plus stables sont forés en utilisant des boues à coefficient de filtration plus grand (20 à 30 cm³ en 30 mn) [3].

L'influence de ce filtrat sur le forage consiste dans le fait que le filtrat de la boue contenant des agents chimiques, en pénétrant dans les pores, les élargit et en crée des nouveaux par adsorption des agents à la surface des fissures. La résistance de la roche se trouve ainsi réduite et sa forabilité s'améliore [1,3].

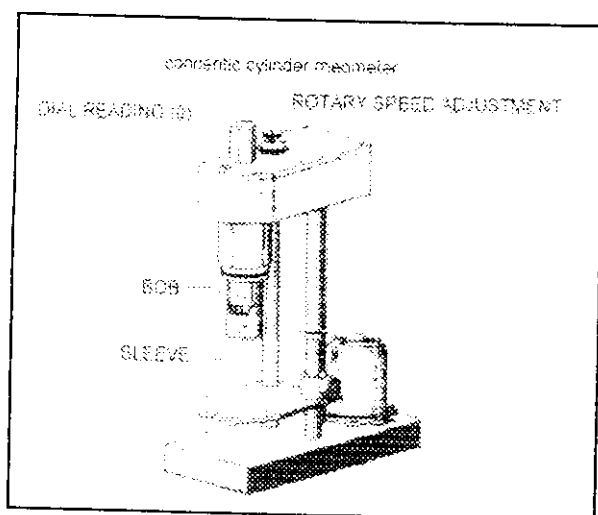


Figure 1.3 : Rhéomètre de Fann [8].

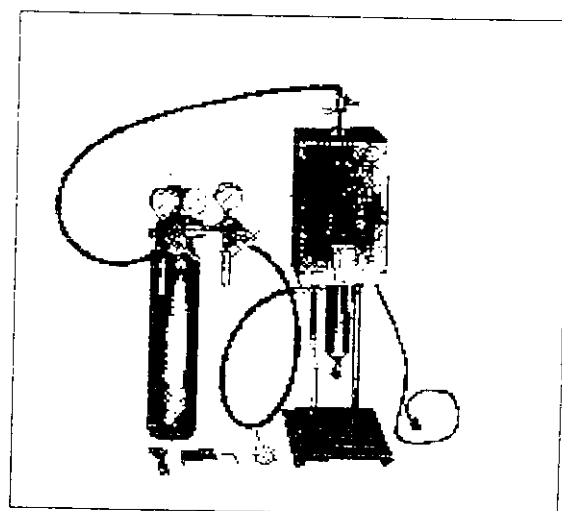


Figure 1.4: Le filtre HPHT [2].

1.5.4 Concentration en solide, en eau et en huile

On peut connaître ces trois constituants de boue par l'emploi d'un distillateur à boue qui consiste à distiller l'huile et l'eau, puis procéder à la décantation du mélange obtenu. Le volume du solide est déterminé par différence, soit:[7]

$$100 - \text{volume (eau + huile)}$$

1.6 Composition des différents types de fluides de forage

Le fluide de forage est un mélange plus ou moins complexe. Ce dernier est constitué dans la majorité par une phase dispersée dans une autre phase dispersante. sa composition diffère selon la nature de ces deux phases.

1.6.1 Les fluides de forage à base d'eau

Ce sont les fluides où le milieu dispersif est une eau industrielle dont la concentration en électrolyte varie de celle d'une eau douce (<10 g/l), jusqu'à la saturation (320g/l).

A cette eau de base plusieurs produits sont ajoutés pour satisfaire aux caractéristiques recherchées de la boue, parmi les principaux produits, on note:

- *Les colloïdes minéraux:*

Les bentonites qui sont de la classe des montmorillonites, sont les argiles les plus utilisées pour ce type de fluide de fait de leur pouvoir gonflant. Néanmoins, ces suspensions supportent mal l'action du sel, ce qui nécessite l'emploi d'autres variétés d'argiles comme les attapulgites ou les zéolites[1].

- *Les colloïdes organiques:*

Ils sont ajoutés pour maintenir les caractéristiques essentielles de la boue en présence des contaminants (sel, température...). Les colloïdes organiques principalement employés sont:

- Les amidons pour leur faible filtrat à pH élevé (voisin de 12 pour éviter la fermentation).
- Les carboxyméthylcellulose qui ont une résistance considérable aux températures élevées, et une stabilisation même à pH inférieure à 10.
- Les farines fucus et les alginates qui permettent des traitements à des coûts de revient peu élevés[1].

- *Les amincissants:*

Ce sont des produits destinés à réduire la viscosité et le gel de fluide qui en résulte de l'ajout des colloïdes. Les tanins avec différentes variétés sont utilisés, ainsi que les phosphates de sodium pour des puits à faibles températures.

▪ **Les produits basiques:**

A des concentrations différentes, ces produits sont ajoutés pour régler et maintenir le pH désiré. Dans ce but, la chaux grasse ordinaire qui intervient également comme réducteur de filtrat et la soude caustique, sont généralement employées.

▪ **Les agents alourdissants:**

Pour atteindre la densité satisfaisante aux conditions de température et de pression rencontrées au cours du forage, la barytine (sulfate de baryum, $d = 4.2$ à 4.4), les hématites, les pyrites et sidérite sont des produits de densités élevées et chimiquement inertes, permettent de porter le fluide de forage à base d'eau à une densité supérieure à 2 [8].

▪ **Les polymères hydrosolubles:**

Leur emploi permet de réduire le filtrat et de maintenir la rhéologie de fluide. Ces polymères doivent également stabiliser les suspensions d'argiles et les protéger de la floculation [8].

Les critères d'utilisation de ces polymères dépendent essentiellement de leur stabilité thermique et mécanique à différentes conditions de salinité. Les principaux polymères utilisés dans ce but sont:

- Les polysaccharides comme les CMC, les gommes de xanthan, les gommes de guar, et les lignosulphonates ;
- Les polymères synthétiques comme le polyacrylate de sodium, le polyacrylamide partiellement hydrolysé et les polyamines cationiques [8].

b. Les émulsions directes (huile/eau)

Une boue émulsionnée s'obtient en ajoutant, à une boue à l'argile déjà bien conditionnée, 5 à 20% de gas-oil contenant un émulsifiant organique soluble destiné à renforcer l'action émulsifiante de l'argile. On obtient ainsi une émulsion " huile dans l'eau " dont les gouttelettes de l'huile ont un diamètre compris entre 0.5 et 7 microns.

La proportion de l'huile dépend du résultat recherché. L'expérience montre que l'optimum correspond à 15-20% par rapport au volume final. L'adjonction se fait progressivement au cours d'un ou deux cycles de circulation [8].

1.6.2 Les fluides de forage gazeux

Ce sont les fluides où, la phase continue est un gaz (généralement de l'air ou du gaz naturel) mélangé avec de l'eau à différentes proportions, formant ainsi une boue aérée ou moussante.

Le forage à l'air ou au gaz permet de résoudre deux catégories de problèmes souvent difficiles:

- Les problèmes de perte de circulation;
- Les problèmes de traversée des couches à faible pression (sans les polluer), tout en permettant des avancements extrêmement rapides et donc des prix de revient très bas.

L'application de ces fluides a été limitée aux forages à faible profondeur, puisqu'on ne peut l'utiliser dans des formations contenant une proportion d'eau assez importante et que, par ailleurs, la puissance nécessaire pour remonter les déblais du fond convenablement croît rapidement avec la profondeur [1].

1.6.3 Les fluides de forage à base d'huile

Une boue de forage à base d'huile est obtenue par un processus en plusieurs étapes. Une huile de base est mélangée avec de la chaux ou une autre matière alcaline, des émulsifiants, des tensioactifs et d'autres additifs. Une solution aqueuse est préparée en mélangeant de l'eau et un sel pour former une saumure.

- **L'huile de base:** l'huile généralement utilisée est le gasoil, parfois quelques bruts sont satisfaisants. Cependant, ces huiles sont parfois remplacées, pour des raisons environnementales, par d'autres huiles minérales (végétales ou synthétiques) contenant une faible proportion d'aromatiques (< 0.25% en poids), mais qui ont un coût relativement élevé [6].
- **La phase dispersée :** la phase dispersée est généralement une saumure, dans laquelle le pourcentage et la nature des sels sont variables. Un problème peut survenir avec l'utilisation des boues de forage à base d'eau : l'eau de la boue hydrate les couches souterraines. Cela peut conduire à des problèmes d'instabilité dans le trou lui-même. [9]

Avec les boues à base d'huile, ces problèmes sont surmontés grâce à l'emploi d'une solution de saumure dans la phase aqueuse de la boue, qui produit un niveau d'activité égal à celui des couches souterraines dans lesquelles le trou est foré. Cela empêche l'eau de migrer de la boue de forage vers la roche forée. Le chlorure de calcium et le chlorure de sodium sont les sels qui sont généralement utilisés pour préparer la saumure destinée à la phase aqueuse.

- **Les additifs:** ces derniers sont très nombreux; nous citerons les principaux:

Les agents tensioactifs

Les savons métalliques, solubles ou dispersibles dans les huiles minérales ont un rôle d'émulsifiant eau dans huile, mais ils permettent aussi de contrôler la viscosité; leur nature est diverse: sel (alcalino-terreux ou magnésiens) d'acides gras à long chaîne, surtout les savons issus de tall-oil qui est un mélange d'acides complexes issus du bois. Des savons de sodium solubles dans l'eau sont utilisés.

La saponification des acides s'effectue, bien souvent, in situ par adjonction de chaux vive ou de soude [10].

Des produits tensioactifs, ayant, selon leur nature, une fonction d'émulsifiant de l'eau dans l'huile, une fonction de stabilisation de l'émulsion particulièrement aux températures élevées, une fonction d'agent suspensif vis-à-vis des alourdissants éventuellement ajoutés à la boue. Ces produits peuvent être naturels plus ou moins traités (lécithine, tall-oil éthoxylé, huile de caster hydrogénée) ou synthétique (sels d'ammonium quaternaire, amides éthoxylées).

D'une manière générale, chaque surfactant peut jouer plusieurs rôles.

L'argile organophile

Le développement d'une argile capable de former un gel dans l'huile, comme le forme la bentonite dans l'eau, était une majeure contribution à la technologie des boues à l'huile.

E.A.Hauser [2], a découvert que de l'argile hydrophile pouvait être convertie sous une forme en état organophile par réaction avec des sels organiques d'ammonium appropriés [2].

D'autres auteurs ont étudié la réaction de la bentonite avec une série des sels d'amine aliphatique et ils ont trouvé que les produits de réaction de l'amine ayant douze atomes ou plus de carbone dans la chaîne droite gonflent et forment des gels dans le nitrobenzène et d'autres liquides organiques.

Les complexes d'argile organophile ont été formés en remplaçant le cation échangeable de la bentonite par les groupes cationiques de l'amine et par adsorption accrue de la chaîne d'hydrocarbure sur la surface d'argile [2].

Les réducteurs du filtrat

Des études effectuées par J.W.jordan sur des réactions des sels aliphatiques d'amine ont menés à la découverte d'un agent réducteur de filtration pour des boues à l'huile. ce matériau, décrit en tant que humates se composant d'ammonium de n-alkyl, était préparé par la réaction entre l'amine quaternaire ayant douze à vingt-deux atomes de carbones dans une des chaînes alkyliques, et la fraction alkylique de la lignite [2].

Les produits de cette réaction ont été aisément dispersés dans l'huile, et donnant une filtration nettement réduite sans augmentation sensible de viscosité. Cet agent également facilitait l'émulsification de l'eau.

Les asphaltes soufflés, noirs de fumée (essentiellement utilisé pour les boues à l'huile), silicates de soude, tall-oil, argiles organophiles (bentones) etc; sont également des produits servants à contrôler le filtrat et la viscosité de la boue.

Les agents alourdissants

Pour régler la densité de ce fluide et en plus de l'alourdissement offert par la saumure, la baryte est ajoutée à la boue, la présence de l'agent émulsifiant rend sa surface hydrophobique afin de la maintenir dans la phase continue. Le carbonate de calcium est également utilisé comme agent alourdissant en raison de sa densité relativement faible et sa surface relativement hydrophobique. La galène est parfois utilisée pour des densités très élevées [8]

1.6.3.1 Caractéristiques des boues à base d'huile

En plus du refroidissement assuré par l'huile sur les tiges de l'outil, qui réduisant les frottements des tiges contre les parois, les boues à base d'huile sont surtout sélectionnées pour les qualités techniques suivantes : [10]

- très bonnes caractéristiques de filtration statique (filtrat faible et constitué par de l'huile) avec un cake mince et soluble dans le brut;
- caractéristiques rhéologiques remarquables permettant le maintien des déblais et des alourdissants en suspension;
- inertie vis-à-vis des contaminants: argiles, marnes, sel, gypse, ciment;
- viscosité élevée de la phase fluide par rapport à celle des boues à base d'eau.

Cet ensemble de caractéristiques fait que ces fluides sont principalement utilisés pour:

- le forage et le carottage des niveaux producteurs;
- les reprises et l'entretien des puits productifs;
- l'empêchement des dommages de la formation productive par le fluide de forage par la pénétration du cake dans les capillaires du terrain.
- une stabilité aux températures élevées plus grande que celles des boues à l'eau. Cette propriété peut être très avantageuse en cas d'arrêt prolongé dans les perforations.
- résoudre les problèmes de forage suivants:

- argile gonflante ou à fort pouvoir dispersant;
- grande épaisseur de sel ou d'anhydrite ;
- puits profond et très chaud (les boues inverses sont très employées dans ce cas).
- Le forage des collages de schiste et les formations contenant des fluides corrosifs, tels que le sulfure d'hydrogène;
- endommagement limité des formations: cet effet de non colmatage des formations a essentiellement deux raisons:
 - nature de filtrat qui est constitué uniquement par de l'huile inerte;
 - absence des particules de dimension très faibles (inférieure à 1μ) responsables d'endommagements profonds et définitifs;

Ces propriétés sont très importantes dans le cas de mise en production des couches à faible pression.

1.6.3.2 Classification des boues à base d'huile

Pour ces types de boue, l'émulsion formée est toujours de type eau dans l'huile, on distingue ainsi, les boues à l'huile et les émulsions inverses:

a. Les boues à l'huile

La phase liquide continue de ce type de boue est principalement constituée d'huile avec un très faible pourcentage d'eau (2 à 5 %) qui peut provenir des formations traversées. Un excès d'eau non contrôlé a pour effet d'augmenter considérablement la viscosité de la boue [8].

Ce type de boue est surtout utilisé pour des forage d'exploitation et, même dans ce cas à la traversée de la zone productive. L'utilisation de ces boues a été limitée, du fait de l'obtention d'une viscosité suffisante et d'un filtrat très réduit. Des polymères solubles dans l'huile sont utilisés pour le contrôle de ces paramètres [8].

b. Les émulsions inverses (eau/huile)

Ce sont les fluides dont la phase continue est de l'huile, et la phase dispersée est une eau douce ou salée, représentant de 5 à 60 % en volume.

Ces fluides présentent des caractéristiques rhéologiques et de filtration très intéressantes, ce sont les fluides à base d'huile les plus utilisés dans le domaine du forage. Ce type de boue s'est révélé moins sensible à un excès d'eau, moins salissant (nettoyage plus facile) et plus économique [10].

▪ Tests au laboratoire des boues inverses

On procède au laboratoire aux mesures classiques suivantes:

- densité: les bonnes boues à l'huile ou inverses, peuvent couvrir des densités allant de 0.93 à 2.4 [10].
- filtrat: le filtrat A.P.I est en général nul et le filtrat HT-HP (35 bars, 120°C) doit être de quelques cc et être constitué uniquement d'huile;
- la viscosité apparente et plastique: ces caractéristiques chutent vite avec la température mais en revanche augmentent avec la pression;
- la mesure du gel 0/10;
- la mesure de la stabilité sous différentes conditions opératoires.

▪ Stabilité de la boue émulsionnée

La stabilité de l'émulsion est obtenue par l'utilisation des agents émulsifiants, empêchant la coalescence des gouttelettes et la séparation des phases. Parmi les émulsifiants utilisés pour ce type de fluide, on cite les polyamides et les acides à longue chaîne hydrocarbonée, activée par $\text{Ca}(\text{OH})_2$, pour former le savon du calcium [6].

L'ajout des fines solides, particulièrement les argiles (bentonite ou hectorite) saturées avec un cation organique (généralement une amine quaternaire) permet de stabiliser l'émulsion, viscosifier la phase huileuse et contrôler le filtrat.

Pour le contrôle de la stabilité de l'émulsion, on effectue les tests suivants : [10]

- mesure des filtrats HT-HP après vieillissement en pression et en température;
- test de tenue à l'argile: on ajoute progressivement de la bentonite dans l'émulsion; si l'émulsion tolère 225g/l sans se rompre, il est admis que sa stabilité est convenable.
- détermination du potentiel d'éclatement (stabilité électrique) au tester-emulsion, le principe de cette mesure est le suivant: un courant alternatif est appliqué entre deux électrodes plongées dans la boue étudiée; on fait croître progressivement le voltage jusqu'au moment où le milieu devient conducteur, il s'agit là d'une indication relative qui permet de suivre l'évolution de l'émulsion.

II. LES AGENTS TENSIOACTIFS

II.1 Généralités

Les agents de surface, sont des substances naturelles ou synthétiques de structure particulière ; ces molécules sont en effet dotées: [11,15]

- D'une partie polaire, ionisée ou non, capable de développer des interactions de Van Der Waals [15], des interactions acide-base de Lewis [15] et éventuellement des interactions électrostatiques lorsqu'une fonction ionisable est présente. De ce fait elle est susceptible d'assurer une affinité pour les surfaces nettement polaires telle que l'eau ;
- D'une partie apolaire présentant sous forme d'une chaîne hydrocarbonée capable uniquement d'interactions de Van Der Waals [15] et donc ayant peu d'affinité pour l'eau.



Figure II.1 : Schéma représentatif d'une molécule amphiphile [18].

De par sa structure, le tensioactif tend à s'accumuler dans les zones interfaciales séparant un liquide polaire associé d'un liquide ou d'un solide non-polaire, ou d'une phase gazeuse. En s'adsorbant, il confère de nouvelles propriétés à l'interface, dont le rôle est très important dans la stabilisation des émulsions ou des mousses [15]. Dans le domaine des fluides de forage ils sont utilisés en tant qu'émulsifiants, stabilisants, agents mouillants, moussants, et surtout pour diminuer l'hydratation de la surface d'argile [2].

La première des propriétés conférées par le film de tensioactif est l'élasticité, c'est à dire la capacité à retrouver son étendue initiale à l'issue d'un étirement. Cette élasticité interfaciale permet au film de supporter les sollicitations mécaniques sans s'amincir, l'amincissement étant l'une des causes qui peut conduire à la rupture du film [15].

La deuxième propriété essentielle est liée la déformation par torsion du film interfacial. En raison des interactions moléculaires existantes- et qui ne sont en général pas strictement égales- de chaque coté du film avec chacune des deux phases liquides en

présence, l'interface peut adopter une courbure spontanée. Par exemple, un tensioactif lipophile aura tendance à imposer une courbure spontanée négative qui correspond à un enfermement de la phase polaire. L'écartement de cette courbure spontanée et ce en augmentant la taille de gouttelettes d'eau par exemple, consomme de l'énergie. Ce coût énergétique est directement proportionnel à la constante de rigidité du film [15].

La dernière propriété que confère le tensioactif adsorbé à l'interface est la création d'une double couche ionique, s'il est doté de fonctions ionisables. L'existence de cette double couche a pour conséquence d'éviter la floculation et de renforcer la résistance mécanique du film mince [15].

II.2 Agent de surface et processus interfaciaux

La propriété fondamentale des solutions aqueuses d'agents de surface est une adsorption préférentielle en surface et aux interfaces. En pratique, cela signifie que leur concentration y est plus importante qu'au sein même de la solution. En effet, cette adsorption conduit à deux types d'effets distincts intervenant séparément ou simultanément: [11,16]

- Diminution d'une ou de plusieurs forces de liaison aux interfaces du système ;
- Stabilité des interfaces par formation de couches adsorbées qui s'opposent mécaniquement à toute diminution de l'aire des interfaces et à leur disparition

II.2.1 Amphiphilie

Les propriétés des tensioactifs étant déterminées par leur structure, le caractère fondamental de ces produits est l'amphiphilie, (présence de deux groupements ayant des solubilités totalement différentes): [11,16]

- Un groupement soluble dans l'huile, dit lipophile ;
- Un groupement soluble dans l'eau, dit hydrophile.

II.2.2 Adsorption aux interfaces

Cette chimie particulière permet aux agents de surface de se concentrer: [11,16]

- Aux interfaces liquide-liquide à cause de l'amphiphilie qui les caractérise, chaque groupement se dirige vers le liquide pour lequel il a plus d'affinité ;
- Aux interfaces liquide-gaz, liquide-solide, le liquide repousse vers l'extérieur les groupements qui ont une tendance opposée.

II.2.3 La tension de surface

A l'intérieur d'un liquide, chaque molécule est entourée par d'autres molécules et soumise à un certain nombre d'attractions provenant de toutes les directions. Statiquement, cette attraction est uniforme, sauf à la surface où il n'y a pas d'attraction venant de l'extérieur, d'où la formation d'une force pour rétablir l'équilibre. Cette force se nomme tension superficielle [16].

La tension superficielle varie en fonction de la concentration en soluté. Elle décroît lorsque la concentration des agents de surface augmente, selon la loi de Gibbs elle atteint un palier qui correspond à la tension superficielle de l'agent tensioactif [13,16].

II.3 Classification des agents de surface

Les agents de surface sont classés en quatre groupes distincts, suivant la nature du ou des groupements fonctionnels hydrophiles qu'ils supportent et de l'ion qu'ils développent en milieu aqueux. Ainsi on rencontre: [11,13]

II.3.1 Les agents de surface anioniques

Dans ces tensioactifs, le groupement hydrophile est négativement chargé, ce sont donc des substances qui se dissolvent en donnant un anion amphipathique et un cation (généralement Na^+ ou K^+). Nous citons ci-après quelques exemples : [11,13]

- Les alcanes sulfonates : $\text{R-SO}_3^-\text{M}^+$, ce sont essentiellement des détergents ;
- Les alkylglycéréthersulfonates : $\text{R-O-CH}_2\text{-CHOH-CH}_2\text{-SO}_3^-\text{M}^+$ ce sont des agents mouillants, émulsionnants et moussants ;
- Les phosphates d'alkyles : de formule générale $\text{R-O-P(OH)}_2\text{=O}$ ces substances sont également des émulsionnants et peuvent être utilisées pour réaliser des microémulsions. Ces tensioactifs n'agissent qu'en milieu alcalin, ils sont très irritants et présentent de nombreuses incompatibilités, notamment avec les agents de surface cationiques. Quant au comportement de ces tensioactifs vis à vis des argiles, ils sont adsorbés au niveau des sites positifs aux extrémités du réseau cristallin [11,2].

II.3.2 Les agents de surface cationiques

Ces agents de surface s'ionisent en solution aqueuse pour fournir des groupements ioniques chargés positivement. Parmi les plus importants produits de cette gamme se trouvent

les amines grasses et leurs dérivés et les sels d'ammonium quaternaires. Nous présentons ci après quelques exemples: [11,16]

- Le bromure de cétyl triméthyl ammonium $C_{16}H_{33}((CH_3)_3N^+ Br^-)$;
- Les sels d'alcoyls pyridinium : $R-N^+(C_5H_5)_3 X^-$; avec X atome d'halogène et R chaîne hydrocarbonée contenant de 8 à 18 atomes de carbone ;
- Les sels d'amines ; tels que l'oxyde diméthyl lauryl amine, qui a pour formule : $C_{12}H_{25}-N(CH_3)_2=O$;

Ils sont employés comme agent anti-moussant, mouillant, émulsionnant, agent de flottation et additif de l'asphalte et du pétrole. Ces agents de surface n'agissent qu'en milieu acide. L'attraction électrostatique est à l'origine de l'adsorption de ces tensioactifs sur les surfaces des roches qui sont pratiquement toutes chargées négativement [11,2].

II.3.3 Les agents de surface ampholytes ou amphotères

Ils possèdent deux ou plusieurs groupements fonctionnels qui peuvent, selon les conditions de milieu, s'ioniser en solution aqueuse, en conférant au composé le caractère d'agent de surface anionique ou cationique. Ce sont d'excellents détergents fournissant une mousse abondante et stable. Acides aminés, esters et amines amino-sulfonique sont des exemples de surfactants ampholytes [11,16].

II.3.4 Les agents de surface non-ioniques

Ils ne donnent pas naissance à des ions en solution aqueuse. La solubilité de ces composés dans l'eau est due à la présence de groupements fonctionnels ayant une forte affinité pour l'eau. La partie hydrophile et la partie hydrophobe sont reliés par des liaisons ester, éther-oxyde ou amide. Les produits non ioniques sont majoritairement préparés par action d'oxydes d'éthylène sur des composés ayant au moins un atome d'hydrogène libre, tels que les alcools gras, phénols et autres acides gras [11,16].

Nous présentons ci-après quelques exemples de ces tensioactifs: [11,13]

- Esters de glycol et d'acides gras : de formule générale $R-COO-CH_2-CH_2OH$
Ces esters sont surtout des stabilisateurs d'émulsions ;
- Ester du glycérol et d'acides gras : la formule générale est : $R-COO-CH_2-CHOH-CH_2OH$, ces agents de surface sont des agents émulsionnants, des opacifiants et des stabilisants ;

- Les alcooamides : de formule générale : $R-CO-NH-CH_2-CH_2OH$, ils sont utilisés pour leurs propriétés moussantes, détergentes, émulsionnantes et mouillantes.

Les tensioactifs non-ioniques sont stables en présence des sels et actifs quel que soit le pH, compatibles avec les trois types de tensioactifs cités précédemment. En concurrence avec l'eau, ces surfactants s'adsorbent sur les surfaces d'argile, de ce fait ils limitent l'expansion du gonflement des argiles [11,16].

II.4 La concentration micellaire critique

Les propriétés thermodynamiques des agents de surface en solution sont gouvernées par la tendance à l'auto association des monomères et à former des structures organisées ou micelles. Ces agrégats se forment spontanément pour une concentration suffisante appelée concentration micellaire critique CMC. A une concentration plus faible que la CMC, les agents de surface se trouvent généralement sous forme de monomère. Au-dessus de la CMC, il existe un équilibre dynamique entre les monomères et les micelles [13,17].

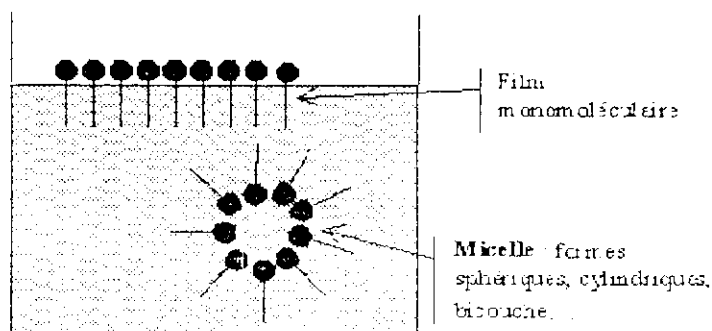


Figure II.2 : schéma représentatif d'une micelle [18].

La CMC est une caractéristique des tensioactifs qui varie avec la température et le pH. Elle dépend en grande partie de la nature et de la longueur du radical lipophile ; en effet, pour une même classe de tensioactifs la valeur de la CMC diminue lorsque le caractère hydrophobe augmente. Pour les tensioactifs ioniques elle diminue en présence des sels tandis que pour les non ioniques elle est peu affectée par la présence de la salinité [11,14].

Le tableau II.1 donne les ordres de grandeur de la CMC pour différentes classes de tensioactifs à température ambiante.

Tableau II.1: valeur de la CMC pour différentes classes de tensioactif [19].

Classe de l'agent tensioactif	CMC (M)
Non-ionique	10^{-5} - 10^{-4}
Anionique	10^{-3} - 10^{-2}
Amphotère	10^{-3} - 10^{-1}

▪ Mesure de la CMC

Au voisinage de la concentration micellaire critique, toutes les propriétés physiques des solutions d'agents tensioactifs subissent une discontinuité [11].

La figure II.3 donne un exemple de l'évolution de différentes propriétés en fonction de la concentration en tensioactif [12,13].

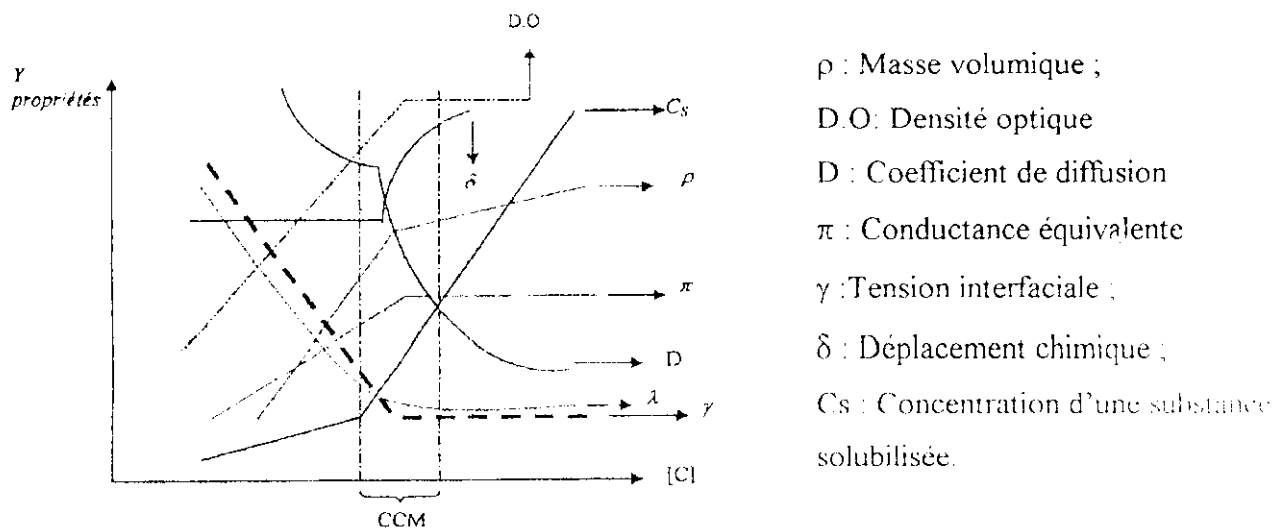


Figure II.3 : Evolution de quelques propriétés physiques en fonction de la concentration en tensioactif [13].

II.5 Caractéristiques des tensioactifs

Grâce à leur comportement aux interfaces, leurs propriétés physico-chimiques en solution et leur tendance à former des agrégats, les tensioactifs présentent un certain nombre de propriétés intéressantes qui se traduisent par leurs différents pouvoirs [16].

II.5.1 Pouvoir moussant

La mousse est un ensemble de cellules gazeuses séparées par des lames minces de liquide et formé par la juxtaposition de bulles que donne un gaz dispersé dans un liquide [11].

Les caractéristiques mécaniques des films superficiels influent en grande partie sur la facilité avec laquelle la mousse se développe et sur sa stabilité. Il suffit de variations très faibles de la composition de ces films pour modifier le pouvoir moussant et la stabilité des mousses [11].

Seule la diminution de la tension superficielle, à l'aide des substances à pouvoir interfacial permet la formation de mousse. Cependant il n'y a pas de relation directe entre la diminution de la tension superficielle et l'importance de moussage [12,13].

II.5.2 Pouvoir émulsionnant

Les émulsions sont des systèmes hétérogènes à deux ou plusieurs phases liquides, constituées par un liquide et au moins un deuxième liquide, dispersé dans le premier sous forme de fines gouttelettes [11].

Pour obtenir une bonne dispersion dans la phase continue, il est nécessaire d'ajouter un tensioactif qui, en modifiant les propriétés de l'interface des deux liquides, permet l'obtention d'une phase fine dispersée en globules protégés par le tensioactif. Les groupements polaires de l'émulsifiant s'orientent vers la phase aqueuse, et les chaînes hydrocarbonées vers le milieu organique. Le rôle de l'émulsifiant est donc de créer un film suffisamment résistant autour des globules de la phase dispersée pour éviter la coalescence [16].

Le pouvoir émulsionnant, n'est pas une valeur absolue liée à chaque agent de surface. Il n'a de sens que pour un système de phase liquide déterminé et ne s'applique qu'à ce système [11].

II.5.3 Pouvoir mouillant

Le pouvoir mouillant d'une solution d'agent de surface est défini comme son degré d'aptitude à la mouillance ou sa tendance à s'étaler sur une surface [11].

Les solutions aqueuses de tensioactifs dénotent en général une tendance marquée à mouiller les surfaces solides qui, en raison de leur nature et de leur état physique, sont peu mouillables par l'eau seule ; Ce pouvoir est lié aux réductions de la tension superficielle de la solution et de l'angle de contact liquide-solide [11,17].

Les propriétés d'agents mouillants sont influencées par des facteurs externes tels que la température, le pH, la présence d'électrolytes ou l'addition de composés organiques polaires [11,13].

II.5.4 Pouvoir dispersant

Le pouvoir dispersant est la propriété que possède un agent de surface de maintenir des particules solides en suspension dans un liquide.

Une dispersion désigne en effet le mélange de deux phases non miscibles, l'une étant répartie en fines particules au sein de l'autre. Les émulsions, les suspensions et les aérosols sont des dispersions [11].

Le mécanisme par lequel ces agents de surface peuvent provoquer la dispersion des agglomérats est toujours celui de l'adsorption sur les surfaces des particules. Cette adsorption entraîne une réduction des forces interfaciales entre les particules, de sorte que l'attraction entre ces dernières et le liquide suspensif soit plus grande que celle entre les particules elles-mêmes [12].

II.5.5 Pouvoir détergent

La détergence est le processus selon lequel des salissures sont enlevées et mises en solution ou en dispersion. Les tensioactifs sont choisis de façon à optimiser leur efficacité en fonction des conditions d'utilisation (pH, T°, dureté de l'eau,...) et du type de salissures (huileuses, particules solides,...) [11,17].

Pour atteindre l'objectif, le tensioactif doit en premier lieu jouer le rôle d'un mouillant de façon à venir en contact avec la surface à traiter.

Le détergent doit aussi faciliter le décrochage de la salissure et enfin solubiliser ou disperser celle-ci afin qu'elle ne puisse plus se redéposer sur la surface.

La formation de micelles est particulièrement intéressante dans ce cas car elle permet de « solubiliser » (dispenser) les substances non solubles dans l'eau [17].

II.5.6 Le pouvoir solubilisant

Au-dessus de la concentration critique, les solutions de tensioactifs ont le pouvoir de solubiliser des produits insolubles ou peu solubles. Il existe trois phénomènes par lesquels cette solubilisation peut avoir lieu: [12]

1. La solubilisation interne où les produits insolubles sont inclus à l'intérieur des micelles ;
2. La solubilisation par association qui a lieu entre les molécules de l'agent de surface et celles du produit à solubiliser. Elle conduit à la formation des micelles mixtes ;
3. La solubilisation externe est liée à l'adsorption des molécules du produit à solubiliser à l'extérieur des micelles.

II.5.7 Tension d'adhésion

La tension d'adhésion est la résultante de l'affinité mutuelle des molécules du liquide et de celles du solide. C'est un facteur primordial du mouillage des corps solides, des phénomènes de détergence et de peinture [11].

Un liquide adhérerà à un solide si l'attraction des molécules au solide est plus grande que leur attraction entre elles. En d'autre terme, le travail d'adhésion doit être plus important que le travail de cohésion, thermodynamiquement ce critère peut être exprimé par :

$$W_{adh} = F_s + F_l - F_{sl} \quad \text{ou}$$

W_{adh} : est le travail d'adhésion, F_s énergie libre de surface de solide, F_l énergie libre de surface du liquide, F_{sl} énergie libre de l'interface formé [11].

II.6.1 Choix du tensioactif - notion de HLB

La stabilité est le critère fondamental d'une émulsion. Elle est dépendante des facteurs suivants : granulométrie des gouttes d'émulsion, rapport des densités des deux phases, concentration des deux phases, apport en énergie mécanique, température, pH et présence d'électrolytes. Cependant ces derniers ne peuvent à eux-seuls assurer cette stabilité car ce système en équilibre subit une évolution plus au moins rapide qui se traduit par une séparation des deux phases. Nous touchons donc là toute l'importance du choix du surfactant pour retarder la séparation et assurer la stabilité [16,19].

Pour réaliser une émulsion inverse (eau dans huile), il est nécessaire d'utiliser un tensioactif à tendance lipophile. A l'inverse pour réaliser une émulsion directe (huile dans eau), le tensioactif requis est à tendance hydrophile [11,16].

On définit ainsi la HLB (*Hydrophilic to Lipophilic Balance*), grandeur adimensionnelle traduisant l'importance relative des groupements polaires et la partie

apolaire. Elle conditionne les affinités relatives de la molécule pour l'eau et pour les milieux organiques. Cette notion s'applique aux tensioactifs non ioniques mais peut dans une certaine mesure être étendue aux surfactants ioniques [16].

Le tableau II.2 indique les propriétés de l'agent tensioactif en fonction de sa valeur HLB:

Tableau II.2 : Propriété de l'agent tensioactif en fonction de sa valeur HLB. [14]

Propriété de l'agent	HLB min	HLB max
Antimoussant	1.5	3
Emulsifiant eau dans l'huile	3	6
Mouillant	7	9
Emulsifiant huile dans l'eau	8	13
Détergent	13	15
Solubilisant	15	20

Connaissant la HLB d'un émulsifiant ou d'un mélange d'émulsifiants, on peut savoir si le système à émulsifier donnera une émulsion huile dans l'eau ou eau dans l'huile. La HLB d'un émulsifiant est liée à sa solubilité, par conséquent, l'émulsifiant de HLB peu élevée aura tendance à être soluble dans l'huile, dans le cas contraire il sera soluble dans l'eau [14].

II.6.2 Détermination du HLB

La HLB est un meilleur paramètre qui permet de classer les tensioactifs selon leurs pouvoirs, et donc, de guider au mieux le choix de l'utilisateur et d'éviter de nombreux essais préliminaires. De ce fait, il est intéressant de savoir comment on peut déterminer ce rapport. Deux types de méthodes sont utilisés: [11,14]

- **méthode par calcul**

La méthode incrémentielle de Davies [11] permet de calculer la HLB d'un tensioactif en utilisant la formule suivante: [11,14]

$$HLB = \Sigma \text{ nombres groupe hydrophile} + 7 - \Sigma \text{ nombre groupe hydrophobe}$$

Davies [11] a attribué pour chaque groupement de la molécule tensioactive un coefficient appelé *nombre de groupe*. Ce dernier peut être positif ou négatif selon que le groupement

soit hydrophile ou lipophile. Donc l'utilisation de cette méthode nécessite la connaissance préalable de la structure chimique du tensioactif.

▪ **Méthode expérimentale**

Dans une éprouvette de 100cc, on mélange 10cc d'huile contenant 10% de tensioactif avec 90cc d'eau. L'éprouvette contient donc 9cc d'huile, 1cc de tensioactif et 90cc d'eau. Ensuite, on retourne l'éprouvette manuellement une vingtaine de fois. Le volume émulsionné correspond à la valeur de HLB [16].

II.7 La solubilité des tensioactifs

La solubilité des agents de surface dans l'eau ou dans les hydrocarbures est fonction de leur constitution (HLB) mais aussi de la température. Pour les tensioactifs ioniques la solubilité dans l'eau augmente brusquement à partir d'une certaine température appelée point de Kraft. A cette température, les chaînes hydrocarbonées fondent en même temps, l'eau a de ce fait accès aux groupements fonctionnels hydrophiles des molécules pour entraîner la dissolution de l'ensemble [11,13].

Pour les tensioactifs non-ioniques dérivés d'oxyde d'éthylène il existe une température au dessus de la quelle il y a précipitation du tensioactif, devenu insoluble (température de trouble). Les interactions pôle hydrophile-phase aqueuse, qui déterminent l'hydrophilie du tensioactif, varient en sens inverse de la température : elles diminuent lorsque la température augmente [15].

II.8 Les applications des agents de surfaces

Les agents de surface ont des applications très importantes dans les activités industrielles et domestiques, ils sont utilisés soit comme: [12]

- Des matières premières de base pour la formulation : détergents pour linge, shampoings, produits d'entretien, ...
- Des produits auxiliaires pour l'industrie facilitant certaines opérations de fabrication.

Nous présentons ci-après quelques applications des tensioactifs dans différentes industries :

▪ **Industrie pétrolière**

Les tensioactifs sont utilisés dans l'industrie pétrolière depuis l'extraction du pétrole brut jusqu'à l'obtention des produits finis. Parmi les usages les plus importants, la rupture des émulsions d'eau et d'huile de naphta.

Les agents de surface sont utilisés aussi comme mouillants et dispersants dans les fluides de forage pour mettre en suspension les particules solides et comme agents anti-corrosifs.

Les tensioactifs interviennent aussi dans la récupération tertiaire assistée des pétroles et ce en diminuant la tension interfaciale pétrole-eau à moins de 10^{-3} dynes/cm [12.13].

- **Lubrification**

Beaucoup d'additifs contenus dans les lubrifiants et les carburants sont également des tensioactifs. Grâce à leur forte tension d'adhésion vis à vis des métaux, ils évitent la rupture ou le décollement du film huileux sous l'effet de fortes contraintes [12].

- **Industrie textile [12]**

Les opérations générales des industries textiles offrent des possibilités nombreuses d'usages intéressants des agents tensioactifs. En règle générale, chaque type d'agent tensioactif possède quelques propriétés saillantes qui peuvent être utilement mises à profit; ce sera un grand pouvoir mouillant ou pénétrant ou effet spécifique dans la teinture; ou sa compatibilité avec les sels ou autres produits chimiques ou une certaine affinité pour les fibres.

- **Flottation des minerais**

Il s'agit d'un procédé d'enrichissement des minerais en milieu aqueux. Cet enrichissement est lié à la propriété que possèdent les bulles gazeuses, au sein d'une solution, d'entraîner avec elles les petites particules lorsque celles-ci sont hydrophobes. Une substance dite collecteur est ajoutée à une boue de minerais finement pulvérisé, elle est capable de s'adsorber sur le composé métallique pour le rendre hydrophobe, et ce en augmentant l'angle de contact du solide avec le liquide [12].

III. COMPORTEMENT DES EMULSIONS

III.1. Définitions

Une émulsion est un système thermodynamiquement instable, constituées par une phase liquide continue et au moins une deuxième phase liquide dispersée dans la première sous forme de fines gouttelettes. Les deux liquides considérés étant insolubles ou très peu solubles l'un dans l'autre. Dans la plupart des cas, l'une des deux phases considérée est l'eau, et les formes d'émulsion sont les suivantes:

E/H : émulsion eau dans l'huile ou huileuse, celle pour laquelle la phase interne (dispersée) est l'eau.

H/E : émulsion huile dans l'eau ou aqueuse, celle pour laquelle la phase externe (milieu dispersant) est l'eau.

E/H/E : émulsion multiple où la phase continue est hydrophile, mais la phase lipophile contient des sphérules hydrophiles plus petites.

Dans l'émulsion eau dans l'huile, la partie hydrophobe de la molécule de l'émulsifiant se trouve dans la partie dispersante et inversement, dans les émulsions huile dans l'eau.

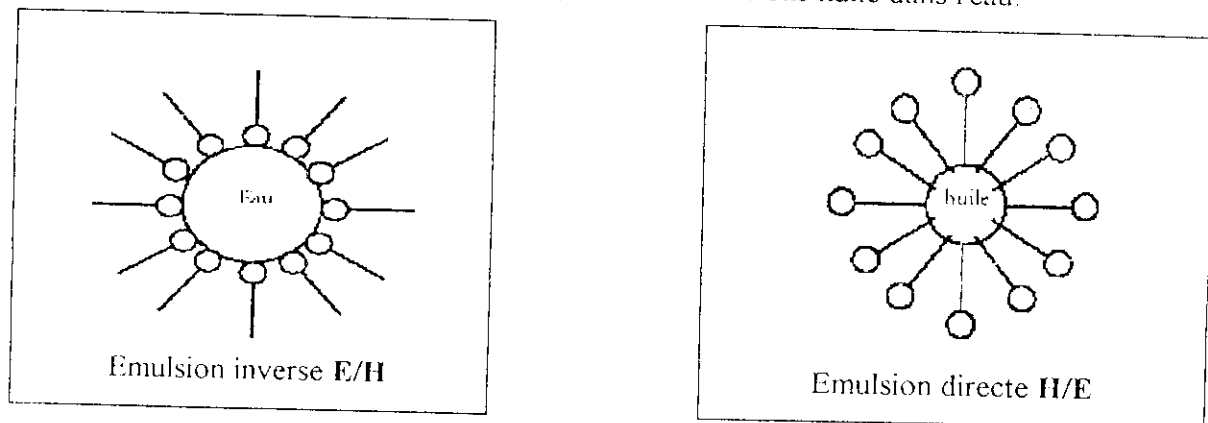


Figure III.1 Les deux formes d'émulsion [16].

Les formes d'émulsion ne sont pas le résultat du mode de préparation, ni même de la concentration plus ou moins grande de la phase dispersée dans la phase continue. Elles sont plutôt dépendantes de la nature de l'agent émulsifiant utilisé selon que son équilibre hydrophile/lipophile est plus hydrophile que lipophile ou inversement [14].

III.2. Formation des émulsions

Pour que les émulsions puissent se former, il est généralement admis que la tension interfaciale entre les deux phases doit être faible, bien qu'il existe des émulsions stables dont la tension interfaciale entre les deux liquides est très élevée et inversement.

Cependant, il faut noter que plus la tension interfaciale est faible, plus faible sera l'énergie à développer pour former cette émulsion.

Pour augmenter une interface d'une surface dS , il faut fournir au système une quantité d'énergie dE telle que: [14]

$$dE = \gamma dS$$

La pratique confirme qu'une émulsion est moins stable à chaud qu'à froid, la viscosité diminuant avec l'augmentation de température. Une faible tension interfaciale n'est pas suffisante et l'on doit considérer que, dans tous les cas, chaque particule dispersée doit se trouver entourée d'un film plus ou moins rigide évitant ainsi l'agglomération des particules.

III.2.1 La surpression de Laplace

L'existence d'une énergie interfaciale a une conséquence importante sur l'état du liquide dispersé sous forme de gouttelettes. Il existe une surpression ΔP à l'intérieur des gouttelettes, directement proportionnelle à l'énergie interfaciale et inversement proportionnelle au rayon. Cette surpression est décrite par la loi de Laplace: [15]

$$\Delta P = 2\gamma/r$$

Avec:

ΔP : surpression de Laplace (pa)

γ : énergie interfaciale (mj/m²)

r : rayon de la gouttelette (m)

Plus le rayon r est faible, plus cette surpression augmente. En effet, les petites gouttelettes sont moins déformables que les grosses, et donc plus difficile à fragmenter pour obtenir de plus petites tailles.

III.3. Les différents types d'émulsions

Le choix du type d'émulsion et la teneur en phase dispersée se décident cas par cas en fonction des contraintes techniques, environnementales, économiques, et autres imposées par l'industrie utilisatrice.

Dans les systèmes de fluide de forage à base d'huile, c'est l'émulsion eau dans huile, qui est généralement utilisée. L'huile présente de nombreux avantages dans les conditions imposées par le puits (inertie chimique).

On distingue généralement trois groupes d'émulsions : [11]

- Les émulsions à faible teneur en phase interne contiennent jusqu'à 20% de phase dispersée. Ce sont des émulsions fluides, de faible viscosité et leur comportement rhéologique est le plus souvent newtonien.
- Les émulsions à teneur moyenne en phase interne contiennent de 20 à 60% de phase dispersée. Elles sont beaucoup plus visqueuses que les précédentes et ne sont généralement pas newtoniennes.
- Les émulsions à teneur élevée en phase interne contiennent plus de 60% de phase dispersée. Ces cas d'émulsions sont très particuliers et relativement peu fréquents.

Les émulsions ayant des concentrations en phases dispersées importantes sont en général plus stables. Ceci se traduit souvent dans la pratique par l'utilisation d'émulsion mère que l'on dilue à l'emploi.

III.4. Influence des agents émulsifiants

Le choix du tensioactif est primordial pour assurer l'émulsification. Il détermine largement la nature de la phase continue ; c'est en général la phase où le tensioactif est soluble (règle de Bancroft) [15].

Les études du comportement des divers agents tensioactifs dans les émulsions ont permis de tirer quelques remarques et quelques règles générales :

- Pour les émulsions à très faible teneur en phase dispersée, les agents tensioactifs ioniques améliorent la stabilité du système par la charge électrostatique qu'ils portent à l'interface gouttelettes émulsionnées - phase continue.
- Lorsque cette teneur augmente, la formation d'un film protecteur à l'interface particule - phase continue par adsorption de l'agent émulsionnant, devient le facteur prépondérant de stabilisation [11].

Une règle générale pour le savon, spécifie que le savon d'un métal monovalent tend à produire une émulsion H/E, tandis qu'un savon d'un métal bivalent tend à produire une émulsion E/H. En effet, dans ce dernier cas, les deux groupements lipophiles tendent à s'orienter vers l'intérieur des gouttelettes dispersées et inversement pour les savons monovalents [19].

Il faut noter que le choix des agents tensioactifs, dépend non seulement du type d'émulsion désirée, mais aussi des conditions sous lesquelles se présentera cette dernière.

En effet, un agent ionique présente une meilleure résistance aux températures élevées, mais il perd son efficacité en présence des sels minéraux, un agent non ionique est mieux adapté dans ce cas. En conséquence, un mélange d'agents émulsionnants, soit deux non ioniques, soit un non ionique plus un ionique, est plus efficace qu'un seul produit pour stabiliser l'émulsion [19].

III.5. Classification des émulsions

Les émulsions se distinguent entre elles, indépendamment de la forme sous laquelle sont dispersées les deux phases non miscibles (E/H ou H/E), par leurs finesses et également selon l'homogénéité propre des phases dispersées qui peuvent être elles même des émulsions.

Une micro émulsion se reconnaît à :

- sa transparence ou son opalescence;
- sa bonne résistance à la centrifugation.

La distinction entre une émulsion, une solution micellaire et une micro-émulsion se décide par la taille des particules dispersées.

Tableau III.1 : Relation entre le diamètre des gouttelettes et la forme d'une émulsion [14].

<i>Type d'émulsion</i>	<i>Diamètre de gouttelettes en (nm)</i>
Solution micellaire	< 10
Micro-émulsion	10 à 100
Emulsion	100 à 1000

III.6 Propriétés rhéologiques des émulsions:

La détermination des propriétés rhéologiques constitue le meilleur moyen pour l'étude de l'influence des paramètres de formulation et de l'influence du procédé de fabrication. C'est aussi une méthode de contrôle de la reproductibilité et de l'appréciation globale des changements qui se produisent au sein des émulsions.

Les méthodes rhéologiques appliquées à l'étude des systèmes émulsionnés font souvent appel aux mesures sous cisaillement continu, à l'aide de viscosimètre à cylindres coaxiaux ou à plateaux et cône.

Les principaux paramètres utilisés pour décrire les systèmes étudiés par ces techniques sont:

- la viscosité limite déterminée aux hautes vitesses de cisaillement à partir des rhéogrammes ;
- la viscosité apparente ;
- la viscosité plastique ;
- les limites d'écoulement statiques et dynamiques.

La plupart des émulsions, à l'exception des systèmes dilués, ont un comportement viscoélastique aux faibles vitesses de cisaillement. Celui-ci est dû à l'état de floculation des globules et/ou aux structures cristallines responsables de la consistance [11].

III.6.1 Viscosité de l'émulsion

La viscosité est par définition la propriété que possède un matériau, à résister à un mouvement relatif interne. Sa connaissance sous différentes expressions suffit parfois à caractériser de façon précise le comportement rhéologique.

La viscosité d'une émulsion dépend de plusieurs facteurs notamment: [19]

- 1- la viscosité de la phase continue;
- 2- la fraction de volume de la phase dispersée;
- 3- la viscosité de la phase dispersée;
- 4- la taille moyenne des particules et leur distribution granulométrique;
- 5- le taux de cisaillement ;
- 6- la nature et la concentration de l'agent émulsifiant ;
- 7- la distribution de la taille des micelles.

▪ Viscosité de la phase continue

La viscosité d'une émulsion est directement proportionnelle à la viscosité de la phase continue en présence de l'émulsifiant. Cependant, quand une émulsion est préparée, une partie de l'agent tensioactif est adsorbée à l'interface.

Ce fait réduit la concentration de l'agent actif au sein de la phase continue et provoquant ainsi une variation de la viscosité de la phase continue. Pour de faibles quantités adsorbées de l'agent actif, cette variation est généralement négligée [19].

▪ Fraction volumique de la phase dispersée

C'est un facteur important affectant la viscosité de l'émulsion. Quand les particules sont introduites dans un champ d'écoulement donné qui devient tortueux, le taux d'énergie dissipée augmente, menant ainsi à une augmentation de la viscosité.

Lorsque cette fraction augmente, l'interaction hydrodynamique entre les gouttelettes augmente par suite de leur rapprochement et l'incidence sur la viscosité n'est plus seulement la somme des effets hydrodynamiques dus aux globules individuels [19].

En effet, d'autres facteurs tels que la fréquence de collision entre gouttelettes, l'état de l'agrégation de celle-ci, le volume effectif occupé par les micelles qui renferment souvent de la phase continue, concourent à augmenter la viscosité totale du système.

Lorsque ces facteurs entrent en jeu, l'écoulement n'est plus newtonien mais devient pseudo-plastique même si la phase continue est constituée par un fluide newtonien.

Quelques corrélations ont été proposées pour estimer la viscosité de l'émulsion en fonction de la viscosité de la phase continue et la fraction volumique de la phase dispersée :

- Pour des émulsions diluées et des gouttelettes sphériques rigides, la viscosité est donnée par la relation d'Einstein : [11]

$$\eta = \eta_0 (1 + 2.5\varphi)$$

η : la viscosité de l'émulsion.

η_0 : viscosité de la phase continue

φ : fraction volumique de la phase dispersée.

- Pour des fluides newtoniens ou non et en fonction de la fraction volumique de l'émulsion, Pal et Rhodes estimaient la viscosité de l'émulsion à l'aide de la relation empirique suivante: [19]

$$\eta_r = (1 + \varphi/\varphi^0 / (1.187 - \varphi/\varphi^0))^2 \cdot 4^{\varphi}$$

η_r : la viscosité relative = η/η_0 ;

φ^0 : fraction volumique pour laquelle $\eta_r = 100$.

▪ Influence de l'agent émulsifiant [11,19]

En formant un film à l'interface autour des gouttelettes dispersées, les émulsifiants influencent les propriétés rhéologiques des émulsions de diverses manières:

- par leurs action sur la taille et la distribution granulométrique des particules ;
- par leur influence sur l'énergie d'interaction particulaire (répulsion, agrégation) ;
- par leur influence sur la viscosité des phases internes et continues ;
- par leur influence sur les propriétés rhéologiques du film interfacial.

L'étude de l'influence de la concentration d'agent actif sur les propriétés d'écoulement des émulsions ne peut être envisagée que si l'on compare des systèmes émulsionnés caractérisés par des gouttelettes dispersées de même taille et de même distribution granulométrique.

Des études effectuées par **Sherman** [19], sur une série d'émulsions E/H stabilisée par du mono-oléate de sorbitane ont abouti à la conclusion qu'un accroissement de la concentration en surfactif provoque une augmentation de la viscosité des émulsions par suite de la formation de micelles dans la phase continue à partir de l'excès d'émulsifiants. Ces micelles emprisonnent du liquide dispersant et modifient le rapport volumique entre la phase dispersée et la phase continue, ce qui engendre une augmentation de viscosité.

III.6.2 Granulométrie de l'émulsion

Parmi les facteurs influençant la taille et la distribution des globules au cours de l'émulsification, signalons:

- **La nature et la concentration du tensioactif**

Elles sont responsables de la réduction de la tension interfaciale, la formation d'un film condensé à l'interface et l'apparition d'un potentiel électrocinétique à la surface des particules. Ces effets provoquent la formation d'une barrière énergétique souvent suffisante pour empêcher le rapprochement des gouttelettes formées, leur floculation ainsi que la coalescence [19].

- **La salinité**

Les sels minéraux solubles interviennent essentiellement sur les interactions électrostatiques par

- la diminution de la répulsion entre les gouttelettes d'eau;
- la réduction de la rigidité à l'interface;
- amélioration des possibilités de solubilisation de la phase organique qui se traduit par une augmentation du domaine d'existence des microémulsions par la présence en faible quantité des sels, alors qu'un excès réduit l'ionisation des molécules tensioactives et donc l'existence des gouttelettes de faible granulométrie [14].

- **Procédé de fabrication [11]**

On peut distinguer quelques causes d'altération des propriétés rhéologiques liées aux méthodes de fabrication :

- tout ce qui, par le mode opératoire suivi et l'appareillage utilisé est susceptible de modifier la taille et la distribution des particules (par exemple: vitesse, durée et type d'agitation);
- les différents modes de refroidissements et de réchauffements.

- **L'intensité et la durée de l'agitation :** [15]

L'importance d'une forte agitation mécanique s'explique par la dissipation visqueuse dans la phase continue. Les gouttelettes ne sont pas fragmentées directement, cette tâche est accomplie par le liquide constituant la phase continue, mis en mouvement par le système mécanique. L'énergie transmise est donc répartie en dissipation visqueuse au sein du liquide et en énergie utilisée pour la fragmentation. Cette dernière est minoritaire et comprend l'énergie de déformation (viscosité de la phase dispersée, viscosité interfaciale ...) et l'énergie interfaciale. Ainsi, la meilleure efficacité du système d'agitation sera obtenue lorsque les viscosités des deux phases de l'émulsion seront de même ordre.

- **Degré de dispersion**

C'est le degré de division de la phase émulsionnée dans la phase continue, cette notion est rattachée à la dimension moyenne des particules comme le montre le tableau suivant :

Tableau III.2: Aspect des émulsions selon la dimension des particules dispersées [20].

Dimension en micromètres	Aspect de l'émulsion
Supérieure à 1	Blanche laiteuse
de 1 à 0.1	Blanche à reflets bleutés
de 0.1 à 0.05	Grise semi-transparente
Inférieure à 0.05	Transparente

III.7. Effet des solides sur les émulsions

L'effet d'un solide sur la stabilité et la consistance d'une émulsion peut être marqué par les actions suivantes :

- **Stabilisation de la suspension :**

Lorsqu'un solide finement pulvérisé est immergé dans un liquide, l'obtention d'une suspension uniforme, c'est à dire avec toutes les particules séparées les unes des autres et complètement noyées dans le liquide, n'est pas toujours possible. Les particules ont généralement tendance à demeurer sous forme de grumeaux.

Pour qu'un milieu disperse effectivement un agrégat de particules solides, il faut qu'il mouille parfaitement chaque particule. Les forces mises en jeu lors du mouillage doivent être assez intenses pour vaincre les forces internes de cohésion des particules solides [8].

L'énergie libre à l'interface solide-liquide doit être plus petite que l'énergie globale à l'interface solide-solide. En pratique, la connaissance des forces de cohésion des solides est limitée. L'addition d'agents mouillants abaissera la tension superficielle du liquide.

▪ Stabilisation de l'émulsion

Le mécanisme par lequel les particules solides divisées stabilisent l'émulsion est simple. Les particules solides adsorbées à l'interface eau/ huile exigent une extension donnée de l'interface. Créée à la suite d'une agitation, la dispersion sous forme de gouttelettes induit une interface plus importante que nécessaire [15].

La coalescence va donc réduire progressivement l'aire interfaciale, rendant de plus en plus dense la couverture des particules solides.

Lorsque le minimum possible est atteint, une réduction supplémentaire de l'interface exigerait d'en retirer des particules solides, ce qui est une opération énergiquement défavorable: la coalescence s'arrête alors [15].

▪ Effets sur la rhéologie des émulsions

La rhéologie d'une émulsion est affectée par l'addition des solides de différentes manières. Selon la concentration, la forme et la taille des particules solides, le comportement rhéologique de l'émulsion sera plus ou moins différent, ainsi: [19]

L'addition des formes solides irrégulières donne généralement une viscosité plus importante que celle obtenue pour des formes sphériques de particules solides.

- Les particules solides de faible taille tendent à donner une importante yield value (seuil d'écoulement).
- Quand la taille des particules solides est plus importante que celles des particules dispersées (un rapport de taille de 3 à 6), l'émulsion sera considérée comme le milieu dispersif et on pourra prédire le comportement rhéologique de l'émulsion mixte à partir de celles des suspensions pures.
- Pour une même concentration en phase dispersée, la viscosité d'une émulsion mixte est supérieure à celle d'une émulsion pure [19].

III.8. Contrôle des émulsions

Une émulsion est d'autant plus stable qu'elle pourra résister, dans des conditions déterminées, aux phénomènes suivants:

▪ Mûrissement D'Ostwald

Ce phénomène dépend d'une part de la granulométrie et d'autre part de la surpression de Laplace. L'existence de cette surpression implique que le potentiel chimique dans les petites gouttelettes est plus élevé.

Le retour vers l'équilibre thermodynamique s'accompagne donc d'un flux de matière de petite gouttes vers les grosses gouttes; au travers de la phase continue, formant ainsi des gouttelettes de grandes tailles. Ce phénomène constitue le mûrissement d'Ostwald.

Pour résister à ce phénomène qui conduit généralement à la sédimentation, il convient de

- minimiser la solubilité des molécules de la phase dispersée dans la phase continue (inhibition de transfert de matière) [15];
- diminuer l'énergie interfaciale (donc la surpression de Laplace) et ce par l'emploi des tensioactifs appropriés;
- Favoriser le transport du tensioactif à l'interface et ce par une agitation convenable [20].

▪ La sédimentation et le crémage

Ce sont deux phénomènes réversibles et opposés qui se forment suite à la différence de densité entre la phase dispersée et la phase continue.

Parce que le système est nécessairement en équilibre cinétique, une goutte de phase dispersée est animée d'un mouvement brownien induit par les molécules de solvant, la quantité de mouvement étant conservée lors des chocs solvant/particule. La même goutte est soumise au champs de pesanteur qui tend à imposer un mouvement vers le bas si la goutte est plus dense ou vers le haut dans le cas contraire. Cette compétition entre ces deux mouvements aboutit à une inhomogénéité de l'émulsion laissée au repos. [15]

Le nombre de goutte par unité de volume $C(h)$ est donné à une hauteur h (cm) par rapport au bas de tube par la distribution de Boltzmanns: [15]

$$C(h) = C(0)\exp(-\Delta\rho v g h / kT)$$

Avec:

$\Delta\rho$: différence de masse volumique entre phase dispersée et phase continue (mg/cm^3);

v : volume des particules (m^3);

g : accélération due à la pesanteur;

k : constante de Boltzmanns (j/K) ($k=1.38066 \cdot 10^{-23} \text{j}/\text{K}$);

T : température (K).

Il y a sédimentation lorsque les globules migrent vers la partie inférieure de la préparation, c'est à dire la densité du milieu dispersé est supérieure à celle du milieu dispersant. Dans le cas inverse, les globules tendent à remonter vers le haut produisant le phénomène du crémage.

La loi de *STOCKS* régit la vitesse de ces processus dans une émulsion : [19]

$$V = \frac{2r^2g}{9\eta_0} (d_1 - d_2)$$

- d_1, d_2 respectivement les densités de la phase dispersée et la phase continue en kg/m^3 ;
- r est le rayon des globules en m ;
- g est l'accélération de la pesanteur en m/s;
- η_0 est la viscosité du milieu dispersant (pa.s).

Afin de minimiser cette vitesse, il est évidemment nécessaire d'agir sur la granulométrie et la viscosité puisque les autres paramètres sont constants.

▪ La floculation

Ce phénomène réversible provient de l'association des gouttelettes en floculants. Il ne conduit pas nécessairement à la coalescence, mais il est généralement le précurseur d'une rupture complète liée à la proximité des gouttelettes qui ne sont alors stabilisées que par le film mince de la phase continue et de stabilisant [19].

- **Inversion des phases** : Ce phénomène est lié à la nature chimique du tensioactif utilisé et à sa tendance de former plusieurs types d'émulsion dans des conditions opératoires déterminées.

▪ La coalescence [15,19]

La coalescence abouti à une rupture irréversible de l'émulsion, et à une éventuelle séparation de la partie huileuse. C'est le résultat du rapprochement de deux ou plusieurs globules, puis à l'amincissement suivi de la rupture du film mince de phase continue situé entre les gouttelettes.

Le processus se répétant, la phase dispersée démixte et on revient au système diphasique de départ.

La figure suivante schématise les différents phénomènes qui conduisent à une séparation des deux phases de l'émulsion

Il faut noter que tous les phénomènes qui favorisent un rapprochement durable des gouttes placent le système dans une situation a priori favorable à la coalescence [15].

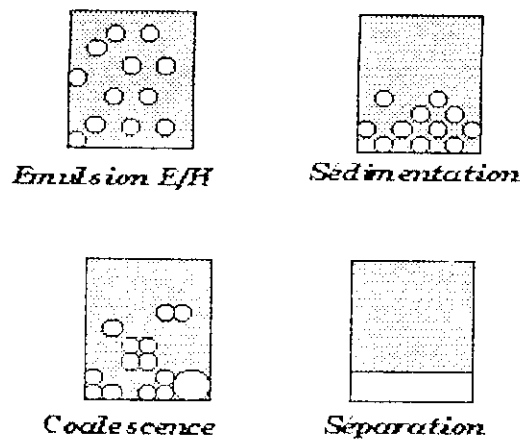


Figure III.2: Cas d'une émulsion inverse

III.8.1. Mesures du sens d'une émulsion [14]

Le sens d'une émulsion peut être déterminé par de simples constatations, ainsi :

- L'aspect d'une émulsion indique la nature de la phase continue :
 - Pour une émulsion E/H, l'aspect est huileux ;
 - Pour une émulsion H/E, l'aspect est laiteux.

Une simple dilution qui consiste à ajouter une petite quantité d'une émulsion à une eau ou une huile de vaseline. Si l'émulsion surnage sur l'eau, c'est que la phase continue est huileuse.

- La conductivité d'une émulsion est directement proportionnelle à la nature de la phase continue, elle est relativement importante pour une émulsion aqueuse, et beaucoup plus faible pour une émulsion huileuse.

III.8.2. Mesures de la stabilité d'une émulsion [11,19]

Les méthodes utilisées pour étudier les propriétés et la stabilité d'une émulsion sont décrites soit dans des normes, soit dans les spécifications propres à chaque industrie :

- un examen macroscopique qui consiste à noter dans le temps les changements de l'émulsion qui peuvent apparaître sous forme de crémage, de séparation ou de rupture ;
- un examen microscopique à un grossissement de 200 ou 500 x est réalisé dans des conditions normalisées.
- une mesure de conductivité électrique qui permet de déterminer le sens de l'émulsion dans un premier lieu et d'examiner la stabilité des émulsions dans le temps

Par les mesures de conductivité, on peut constater que :

- dans le cas d'une émulsion H/E, quand la conductivité en surface augmente, on peut suspecter un crémage.
- dans le cas d'une émulsion E/H, la conductivité au fond du récipient augmente en cas de sédimentation.
- Une valeur constante de la conductivité dans le temps, est un critère déterminant de la stabilité.

Quand les écarts de conductivité entre les deux phases sont importants, des équations ont été proposées pour estimer la conductivité de l'émulsion :

$$1- \text{ pour } K_e \ll k_d : \quad K_e = \frac{8K_c(2-\varphi)(1-\varphi)}{(4+\varphi)(4-\varphi)} \quad [19]$$

$$2- \text{ pour } K_d \ll K_c \quad K_e = \frac{K_c(1+\varphi)(2+\varphi)}{(1-\varphi)(2-\varphi)} \quad [19]$$

Avec: K_e la conductivité de l'émulsion;

K_c la conductivité de la phase continue;

K_d la conductivité de la phase dispersée;

φ la fraction du volume dispersé.

- la mesure de la vitesse de crémage ou de sédimentation à la centrifugation est utilisée comme un test prévisionnel de stabilité des émulsions. Selon la norme AFNOR, la méthode consiste à soumettre l'émulsion à une centrifugation de 1500 m.s^{-2} pendant 10mn et de faire des observations macroscopiques, après avoir vérifié que la température n'a pas dépassé 37°C .

La résistance d'une émulsion à la centrifugation dépend surtout de la solidité du film interfacial, ce qui justifiera le choix de l'agent de surface le plus approprié.

- le potentiel zêta qui est la différence de potentiel qui apparaît entre la surface des particules dispersées et la phase dispersante qui les contient. En effet, les particules dispersées présentent en surface la même charge et donc se repoussent les unes les autres. Plus cette charge est élevée, meilleure est la stabilité de l'émulsion.

I.Caractéristique Des Tensioactifs

Les agents émulsifiants sur lesquels nous allons faire des tests de caractérisation et d'évaluation de performance sont des produits commerciaux masqués et non identifiés. Les informations offertes par leurs fiches techniques englobent : les intervalles de concentration recommandés pour la formulation des boues inverses, et un certain nombre de propriétés qui sont indispensables pour sensibiliser l'utilisateur des différents risques d'incendie ou de toxicité que ces tensioactifs peuvent engendrer lors du stockage ou de l'utilisation. Ces informations, en effet, ne reflètent aucune indication typique du produit.

Le tableau suivant regroupe la densité ainsi que l'intervalle recommandé pour les différents tensioactifs.

Tableau I.1 : Densité et Intervalle Recommandé pour les différents tensioactifs.

	Densité	Intervalle recommandé (Kg/m ³)
Groupe A		
P	0.968	[0.4 , 22.8]
S	0.84-0.96	[0.14 , 5.7]
Groupe B		
P	0.95	[5.7 , 17.1]
S	0.94	[11.41 , 34.24]
Groupe C		
P	-	-
S	-	-
Groupe D		
P	0.93-0.95	[11 , 22.5]
S	0.93-0.95	[11 , 22.5]

I.1. Détermination de la concentration micellaire critique

La concentration critique pour la formation des micelles est une propriété des agents de surface qui peut être déterminée par voie expérimentale. Au voisinage de cette concentration, certaines propriétés physiques de tensioactifs subissent une variation brutale.

Pour les 4 familles de tensioactifs que nous disposons, nous avons suivi l'évolution de la turbidité en fonction de la concentration pour chaque tensioactif primaire et secondaire.

- Principe de la mesure

La turbidité est l'expression de la propriété optique qui produit la dispersion et l'absorption de la lumière plutôt que sa transmission en ligne droite dans une solution translucide. Elle consiste à détecter et quantifier toute perturbation liquide ou solide dont la présence trouble la limpidité d'une solution de référence.

La turbidité peut être mesurée de deux manières différentes : par l'absorbance d'une longueur d'onde de référence transmise ou bien par mesure d'une lumière diffractée. Lors de cette partie de travail nous avons utilisé le turbidimètre de laboratoire **2100 N Hach** (sa gamme de mesure est de 0 à 4000 NUT *Nephelometer Turbidity Unit*).

- Préparation des échantillons

Nous avons préparé les différents échantillons à tester en utilisant comme solvant le gazole, car les tensioactifs en question sont solubles dans les phases organiques. La pesée des masses de tensioactifs a été faite à l'aide d'une balance électronique ayant une précision de 10^{-3} .

- Mode opératoire

- Préparer des solutions à des concentrations différentes pour chaque tensioactif ;
- Remplir la cellule du turbidimètre par un échantillon, la lecture se fait directement en notant la valeur de la turbidité après une légère agitation manuelle;
- les mesures sont faites à une température de $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

Les courbes donnant la variation de la turbidité en fonction de la concentration en tensioactif de groupe A sont les suivantes : (Annexe N° : 1)

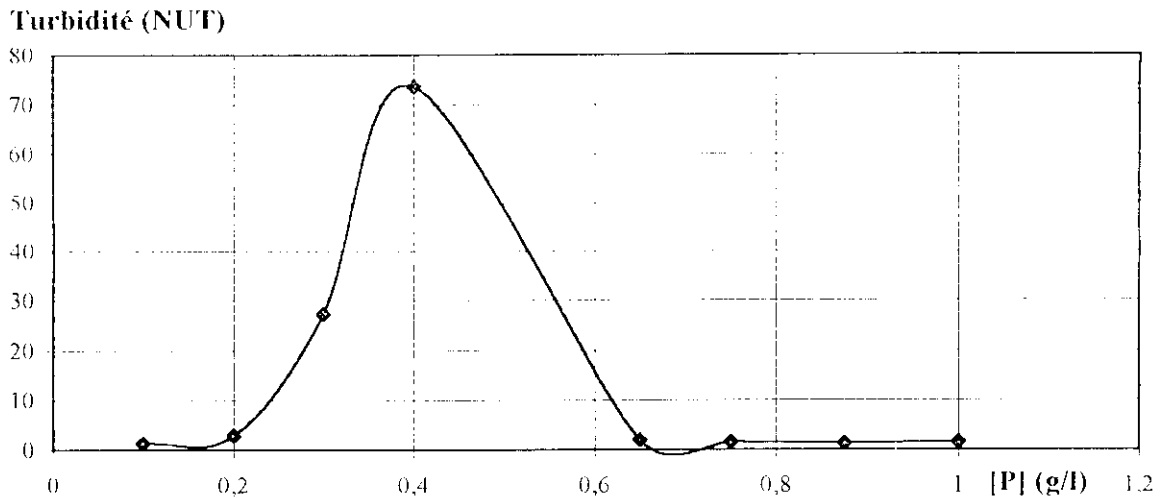


Figure I.1 : Variation de la turbidité en fonction de la concentration du tensioactif 'p'.

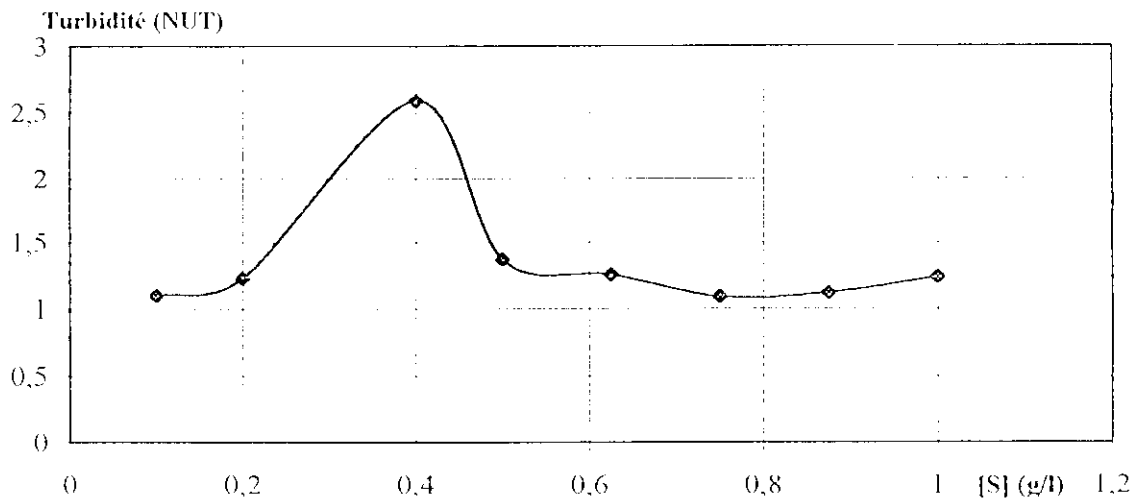


Figure I.2 : Variation de la turbidité en fonction de la concentration du tensioactif 's'.

- Remarque et Interprétation

Selon les figures précédentes la turbidité augmente avec l'augmentation de la concentration du tensioactif. Les courbes changent d'allure au voisinage d'une concentration à laquelle la turbidité passe par un maximum. En ce point singulier les molécules tensioactives commencent à s'associer et s'arranger en agrégats particuliers appelés *micelles*. Ces nouvelles structures moléculaires organisées sont à l'origine de l'apparition d'un trouble qui perturbe l'homogénéité de la solution.

1.2 La balance lipophile hydrophile

Une des méthodes expérimentales utilisées pour la détermination de la HLB des tensioactifs, consiste à mesurer le volume émulsionné d'un système gazoil-eau-tensioactif dans une éprouvette de 100cc. L'éprouvette contient initialement :

- une phase organique de 10cc dont 1cc représente le volume du tensioactif et 9cc celui du gazoil;
- une phase aqueuse de 90cc.

Une fois tous les échantillons sont préparés, il faut:

- retourner chaque éprouvette contenant la solution une vingtaine de fois ;
- laisser l'éprouvette au repos jusqu'à l'apparition du déphasage.

Après repos, nous avons remarqué la présence de trois phases : une phase aqueuse qui s'est décantée au fond de l'éprouvette, vu que c'est la phase la plus dense, un volume émulsionné au-dessus de cette dernière et une quantité de gazoil qui se trouve en surface.

- Résultats des mesures

Le tableau I.1 regroupe la CMC obtenue pour chaque tensioactif ainsi que sa HLB.

- La connaissance de la CMC nous a permis de classer, d'après la nature chimique, les tensioactifs pour lesquels les masses molaires ont été déjà déterminées [21]. Pour les autres tensioactifs nous essayerons de faire la supposition suivante :

Les tensioactifs primaires semblent être des non ioniques et les tensioactifs secondaires des ioniques. Cette supposition est inspirée par le fait que : en comparant l'allure des courbes pour les tensioactifs primaires et secondaires, nous avons remarqué que les tensioactifs primaires présentent des pics plus prononcés que les tensioactifs secondaires. En outre, les tensioactifs secondaires dont la masse molaire est connue semblent être des ioniques et les tensioactifs primaires des non ioniques, nous avons alors généralisé cette constatation sur les autres tensioactifs.

- Les tensioactifs testés ont des HLB différentes qui varient entre 1.5 et 19. Pour la plupart de ces agents de surface, la HLB est faible, elle est inférieure à 6. Conformément à la théorie, ces tensioactifs sont destinés à donner des émulsions inverses eau dans l'huile [14].

En plus de la CMC et la HLB estimées, nous avons présenté dans le tableau I.1 les résultats d'un ensemble de travaux qui ont été réalisés pour caractériser quelques tensioactifs.

Tableau I.2 : Caractéristiques Physico-chimique des différents tensioactifs [21].

Groupe	Masse molaire (g)	Solubilité dans		HLB		CMC		% en Matière active	A.I*10 ⁻³	A _m (A ⁰²)	Epaisseur du film(A°)
		Le gasoil	L'eau			G/l	M				
A											
P	375	+	-	19		0.4		Non ionique			
S		+	-	4		0.4	1.07*10 ⁻³	Cationique (82.6)	123.50	68.6	9.51
B											
P		+	-	6		0.5		Non ionique			
S	370	-	-	3		1.1	2.97*10 ⁻³	Cationique (70.6)	66.37	87.84	7.53
C											
P		-	-	9.5		0.05		Non ionique			
S		-	-	10.5		0.25		Ionique			
D											
P	385	-	-	4		0.3	7.79*10 ⁻⁴	Non ionique	149.66	59.25	11.86
S		-	-	1.5		0.6		Ionique			

II. Etude Comparative Du Pouvoir Emulsifiant Des Différents Tensioactifs

- Méthodologie expérimentale

Le comportement et la stabilité des émulsions dépendent de plusieurs facteurs, notamment :

- La nature des phases à émulsionner ;
- La teneur et la nature de l'émulsifiant ;
- La teneur en phase dispersée ;
- les conditions de mise en émulsification ;
- La concentration et la teneur des additifs éventuels.

Dans cette partie de notre étude, nous allons évaluer la stabilité des émulsions en fonction de l'ensemble de ces facteurs.

- Evaluation du pouvoir émulsifiant des différents tensioactifs

Pour évaluer le pouvoir émulsifiant des différents tensioactifs dans des conditions normalisées, les instructions de la norme expérimentale " AFNOR T73-409 76", ont été suivies dans une première partie (Annexe N° : II) [22].

▪ Mode opératoire

Pour la préparation des échantillons de 200 ml d'émulsion, les instructions suivantes ont été appliquées :

Après avoir choisi le rapport H/E à étudier et vérifié que les deux phases à émulsionner sont liquides à température ambiante ($23 \pm 2^\circ\text{C}$), les tensioactifs pesés avec une précision de 10^{-3}g sont introduits dans la phase huileuse. On doit par la suite :

- Verser la phase huileuse dans le godet du malaxeur (du type Hamilton Beach) et régler ce dernier à une vitesse constante pour toutes les préparations;
- Introduire la phase à disperser par petite quantité durant 2mn à l'aide d'une seringue ;
- Laisser le mélange en agitation avec une vitesse de 3000 tr/mn jusqu'à 10mn.

Cette même procédure est appliquée pour l'ensemble des émulsions préparées.

▪ Contrôle des émulsions

L'évaluation et le contrôle des émulsions préparées s'effectuent à l'aide des tests suivants :

- **Détermination du sens de l'émulsion** : ce test est effectué par une simple dispersion d'une faible quantité de l'émulsion préparée dans deux flacons différents : l'un contenant le liquide de la phase dispersée et l'autre contenant le liquide de la phase continue. L'émulsion devrait être soluble dans le flacon qui contient sa phase continue [2].

- **Détermination de la stabilité des émulsions** : elle se traduit par les mesures suivantes :

1. mesure de la stabilité électrique à l'aide de l'appareil (émulsion tester Fann 23 D).

2. détermination de la résistance à la centrifugation : ce test détermine l'aptitude d'une émulsion à la persistance sous des conditions sévères (une vitesse de rotation pouvant aller de 1000 à 10000tr/mn pendant différentes périodes de temps).

3. mesure du pourcentage d'émulsification dans le temps : cette évaluation traduit la stabilité intrinsèque de l'émulsion dans le temps par la mesure du pourcentage d'émulsion après différentes périodes de repos. Pour mettre en évidence ce test, nous avons procédé de la manière suivante :

Après la préparation de l'émulsion, un volume de cette dernière est prélevé, introduit et conservé dans un tube cylindrique pendant une durée déterminée.

Le pourcentage d'émulsion, pour chaque formulation, est déterminé par la mesure de la hauteur des phases en présence :

$$\% \text{ d'émulsification} = \frac{V \text{ émulsion}}{V \text{ Total}} = 100 * \left(\frac{\pi R^2 H_E}{\pi R^2 H_T} \right) = 100 * \left(\frac{H_E}{H_T} \right)$$

R: rayon du tube;

H_E: hauteur de l'émulsion;

H_T: hauteur totale.

II.1. Comportement des émulsions en présence d'un seul type de tensioactif

Dans cette première partie, nous allons évaluer le pouvoir émulsifiant de chaque tensioactif dans un système gazoil-eau. Les intervalles choisis pour l'étude des performances de ces tensioactifs sont inspirés par les limites recommandées dans les fiches techniques relatives à chaque produit.

Les tensioactifs primaires : **P** ∈ [1g/l , 14 g/l] ;

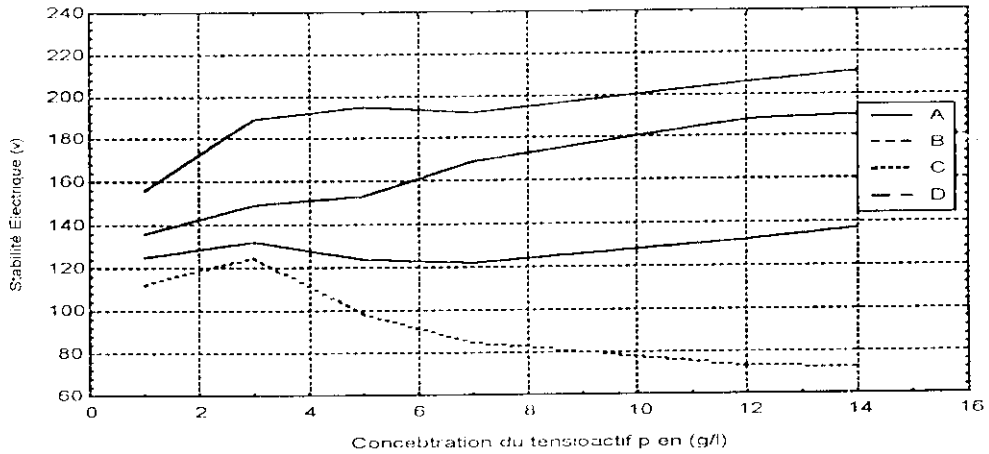
Les tensioactifs secondaires : **S** ∈ [1g/l , 22 g/l].

a. Détermination du sens de l'émulsion

Le test de dilution effectué pour la détermination du sens d'émulsion, a montré qu'elles sont toutes solubles dans la phase huileuse, elles sont alors du type eau dans l'huile. Les résultats de ce test ont été confirmés par la mesure de la conductivité électrique ou nous avons enregistré des valeurs très faibles de l'ordre de 0.2 μs.

b. Test de la stabilité électrique

L'évolution de la stabilité électrique en fonction de la concentration en tensioactifs est décrite sur les figures suivantes: (Annexe III)



*Figure II.1: Stabilité Electrique en présence des tensioactifs primaires
Rapport H/E: 90/10.*

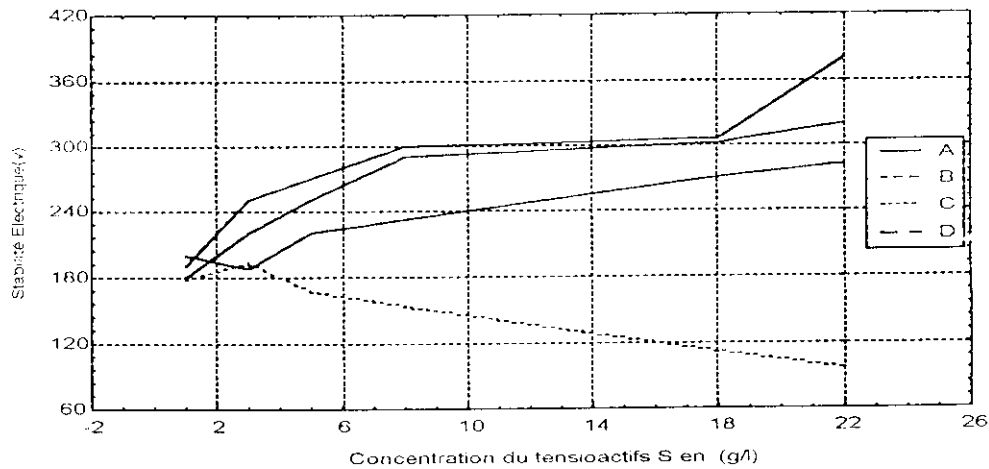


Figure II.2 : Stabilité Electrique en présence des tensioactifs secondaires.

-Etude comparative

- Le comportement des émulsions en fonction de la concentration en tensioactifs primaires est presque similaire pour les tensioactifs A, B et ce dans toute la gamme de concentration. La stabilité électrique augmente avec l'augmentation de la concentration et atteint un palier dont la valeur dépend du type de tensioactif utilisé.

Il est à noter que, dans toute la gamme de concentration, les plus grandes valeurs de stabilité électrique ont été enregistrées pour le tensioactif primaire du groupe B.

- Avec les tensioactifs secondaires la tendance des courbes est différente. Le tensioactif secondaire du groupe A donne la stabilité électrique la plus élevée pour toute la gamme de concentration étudiée. Pour le tensioactif du groupe C on note une diminution de la stabilité électrique au fur et à mesure que la concentration augmente.

c. Stabilité dans le temps

Les émulsions ont été laissées au repos sous une pression normale et à une température de (20±3)°C et ce pendant une durée de 24h. Les résultats obtenus sont regroupés dans les tableaux suivants:

Tableau II.1: Pourcentages d'émulsion et de décantation d'eau en fonction de [P].

[P] en g/l	A		B		C		D	
	% émulsion	% eau	% émulsion	% eau	% émulsion	% eau	% émulsion	% eau
3	17,76	4	20,00	5	15,23	5	15,47	7
5	17,35	3	19,80	5	14,96	4	15,32	7
7	16,82	3	20,00	3	14,36	4	15,66	5
10	20,45	3	20,00	2	15,47	3	15,46	5

Tableau II. 2: Pourcentages d'émulsion et de décantation d'eau en fonction de [S].

[S] en g/l	A		B		C		D	
	% émulsion	% eau	% émulsion	% eau	% émulsion	% eau	% émulsion	% eau
3	14,95	1	19,64	4	13,22	7	14,29	8
5	15,10	0	20,00	3	13,45	5	14,85	6
7	16,28	0	20,19	3	13,26	5	14,36	5
10	16,35	0	20,22	1	13,72	5	14,69	5

NB: le pourcentage de la phase huileuse = 100 - (% émulsion + % eau).

-Discussion des résultats

Dans la plupart des émulsions préparées, la coalescence a été observée après un repos de 24h. L'apparition de l'eau est un indicateur majeur de l'instabilité de l'émulsion, ce phénomène est inversement proportionnel à l'efficacité du tensioactif. Néanmoins, les tensioactifs primaires du groupe A et B ont donné les faibles pourcentages d'eau décantée.

On peut ainsi conclure que les films interfaciaux formés en présence d'un seul type de tensioactif ne sont pas capables d'empêcher la séparation des phases. Il est donc nécessaire d'évaluer le pouvoir émulsifiant du couple tensioactif (P,S) dans une gamme de concentration déterminée.

II.2. Comportement des émulsions en présence du couple de tensioactifs (P,S)

Pour pouvoir évaluer et comparer le pouvoir émulsifiant des différents couples de tensioactifs, nous avons maintenu les mêmes conditions opératoires. Dans cette partie nous avons étudié les rapports $H/E=90/10$, $H/E=80/20$ respectivement :

II.2.1 Rapport $H/E = 90/10$

a. Observations macroscopiques

Au cours de l'agitation et pendant le repos, les émulsions ont un aspect plus ou moins différent et ce d'après la nature du système tensioactif et de sa concentration. Les observations suivantes ont été relevées :

Tableau II.3: Les observations macroscopiques relevées sur les préparations effectuées.

couple de tensioactifs	Observations
A	Formation d'une mousse dans la gamme des concentrations élevées
B	Pas de mousse et bonne consistance pour toutes les concentrations
C	Formation d'une mousse et faible consistance aux concentrations élevées
D	Formation de mousse dans toutes les gammes des concentrations

En augmentant les concentrations en tensioactifs, la prédominance de ces derniers dans la phase huileuse est de plus en plus remarquée. Ceci implique qu'il y a un excès de concentration qui n'a pas participé dans l'émulsification du système.

b. Test de stabilité électrique

Les résultats de ce test sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau II. 4 : Stabilité Electrique en fonction de [P,S] , $H/E = 90/10$.

[P , S] en (g/l)	SE (V)			
	A	B	C	D
(1 , 1)	217	156	185	250
(3 , 3)	200	277	155	185
(5 , 5)	193	283	142	198
(6 , 8)	190	300	88	186
(8 , 6)	250	330	90	155
(12 , 8)	250	277	67	186
(12 , 18)	240	285	42	243
(14 , 22)	270	367	5	196

Le graphique ci-après décrit l'évolution de la stabilité électrique en fonction de la concentration en tensioactifs (P,S) pour les différents groupes :

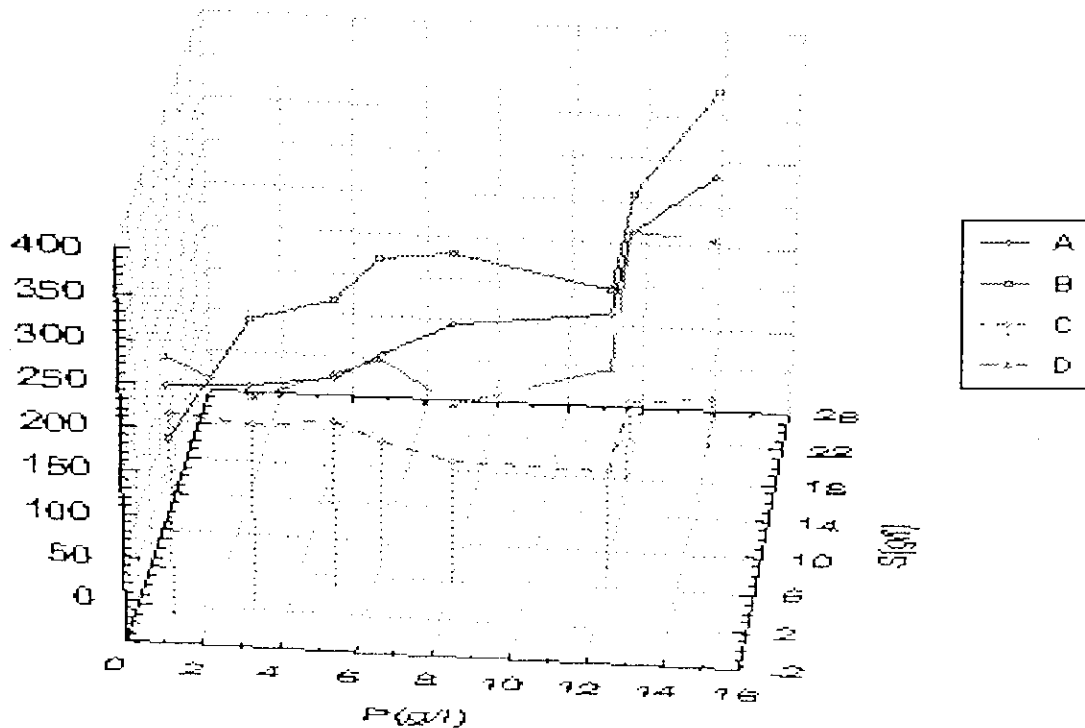


Figure II.3 : Stabilité électrique en fonction de la concentration du couple (P,S).

-Discussion des résultats

Selon la nature et la concentration en tensioactifs, la stabilité électrique des différentes préparations varie d'une manière plus ou moins remarquable. L'influence de ces paramètres est notée comme suit:

- Influence du rapport P/S

Pour une même concentration en tensioactifs secondaires et en faisant varier la concentration en tensioactifs primaires, la variation de la stabilité électrique n'est pas trop sensible pour tous les systèmes. Pour le groupe D une diminution de la concentration en tensioactifs secondaires a défavorisé la stabilité électrique. En outre, tous les systèmes montrent une bonne stabilité électrique lorsque les pourcentages en tensioactifs primaires et secondaires sont égaux.

- Influence de la concentration du couple (P,S)

Dans la gamme des faibles concentrations et pour un rapport équimassique en tensioactifs primaires et secondaires, la stabilité électrique du groupe A varie peu avec la concentration. Cette variation est plus prononcée pour le tensioactif B. Pour les groupes C et D, les limites de stabilité électriques sont obtenues dans la gamme des faibles concentrations.

c. Test de stabilité au repos

Le pourcentage d'émulsion a été déterminé en calculant le rapport du volume de la phase émulsionnée sur le volume total de l'échantillon, les résultats sont récapitulés dans la figure ci dessous: (Annexe N° : III)

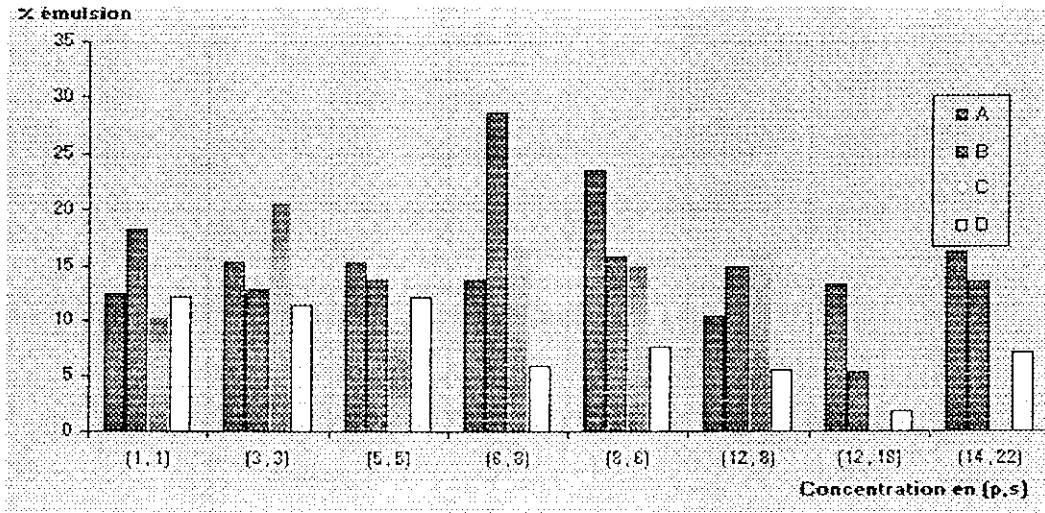


Figure II. 4: Pourcentage d'émulsion pour les différents systèmes de tensioactifs.

Le volume de la phase émulsionnée ne dépasse pas les 30% du volume total, il varie d'un système à un autre. On note les plus grands taux pour le groupe B, suivi de groupe A et C. Le groupe D donne des pourcentages élevés en phase émulsionnée pour des faibles concentrations en couple (P,S).

d. Résistance à la centrifugation

Après une même durée de sédimentation (24h), la phase émulsionnée a été prélevée pour mesurer sa résistance à la centrifugation. Le pourcentage d'émulsification résultant après centrifugation est mesuré pour les quatre groupes.

Tableau II.5 : Pourcentage d'émulsion en fonction de [P, S].

% d'émulsion en fonction des concentrations massiques en (P,S)				
N°	1	2	3	4
Groupes	(3, 3)	(5, 5)	(12, 18)	(14, 22)
A	46.1	61.3	52.1	78.8
B	41.6	75.0	40.6	71.1
C	41.3	52.5	indéterminé	indéterminé
D	57.4	26.7	3.9	11.7

Les résultats consignés dans le tableau ci-dessus sont représentés sur le graphique suivant :

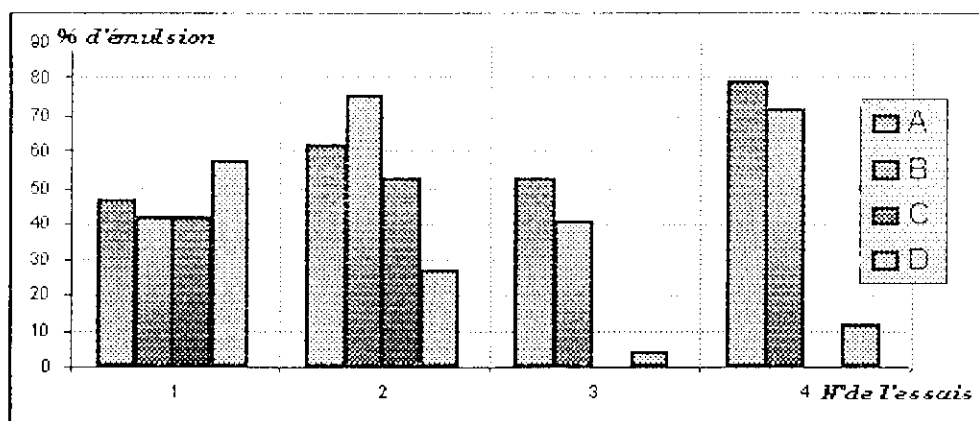


Figure II.5 : Pourcentage d'émulsion après centrifugation ;

-Remarque

Pour s'assurer qu'il y a eu une sédimentation complète de la phase émulsionnée, nous avons mesuré la stabilité électrique de la phase huileuse. La mesure a donné une valeur qui dépasse la gamme de mesure de l'appareil utilisé (>2000 V), alors que l'existence d'une faible quantité de la phase aqueuse dans l'huile diminue considérablement la stabilité électrique.

-Discussion des résultats

Après avoir soumis les émulsions aux mêmes conditions de centrifugation (vitesse de 2000 tr/mn et durée de 10 mn), nous avons remarqué que les systèmes C et D ont conduit à une apparition d'eau tandis que les systèmes A et B semblent beaucoup plus résistants.

L'évaluation de la résistance à la centrifugation se traduit par la comparaison des pourcentages d'émulsification pour les systèmes qui n'ont pas conduit à une décantation d'eau et des taux de décantation pour les systèmes moins stables à la centrifugation.

Ainsi, le système B résiste plus à la centrifugation avec un taux d'émulsification supérieur à 75% pour $[P, S] = [5, 5]$ g/l, suivi du système A avec plus de 61% en volume.

Le test de stabilité de la phase émulsionnée à la centrifugation est directement lié à la rigidité du film interfacial formé par l'adsorption des molécules tensioactives à l'interface des gouttelettes d'eau dispersées dans l'huile. Le film le plus résistant est celui qui est capable d'empêcher la décantation de l'eau.

II.2.2. Rapport H/E = 80/20

a. Test de stabilité électrique

Après avoir vérifié qu'un rapport équimassique en couple tensioactifs (P,S) suffisait pour atteindre les limites de stabilité des émulsions, une autre série d'essais avec un rapport H/E = 80/20 a donné les résultats suivants:

Tableau II.6 : Stabilité Electrique en fonction de [P,S].

[P , S] en g/l	SE (V) après agitation de							
	A		B		C		D	
	10 s	30mn	10 s	30mn	10s	30mn	10s	30mn
(1,1)	100	2000	145	1848	96	1900	87	1600
(2,2)	104	2000	180	1800	90	1825	96	1542
(3,3)	103	1791	188	1595	75	1928	115	1458
(4,4)	102	1725	166	1500	70	1941	103	1402
(5,5)	95	1705	195	1468	65	1873	113	1320
(7,7)	114	1500	188	1200	44	1904	136	1348
(9,9)	129	1516	252	996	50	1921	170	1345

Les valeurs de stabilité électrique mesurées après 30mn sont très élevées, ceci n'implique pas une bonne stabilité de l'émulsion, à l'inverse il indique que les gouttelettes d'eau ne sont pas dispersées dans la phase continue, elles ont floculé en formant un culot de sédimentation.

La variation de la stabilité électrique des émulsions préparées pour un rapport 80/20 est représentée sur la figure ci après :

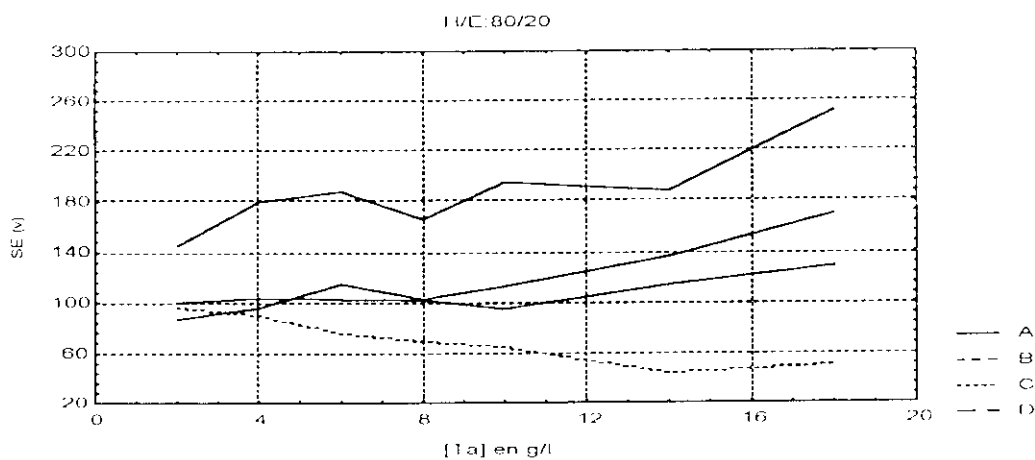


Figure II.6 : Evolution de la Stabilité Electrique en fonction de [P,S].

Les valeurs de stabilité électrique enregistrées pour ce rapport H/E sont moins importantes que celles enregistrées pour le rapport 90/10. Un pourcentage plus grand en phase aqueuse se traduit par une élévation de la conductivité du milieu dispersé.

b. Test de stabilité dans le temps

Les pourcentages des émulsions observés après un repos de 24h sont schématisés sur le graphique ci après : (Annexe N° : III)

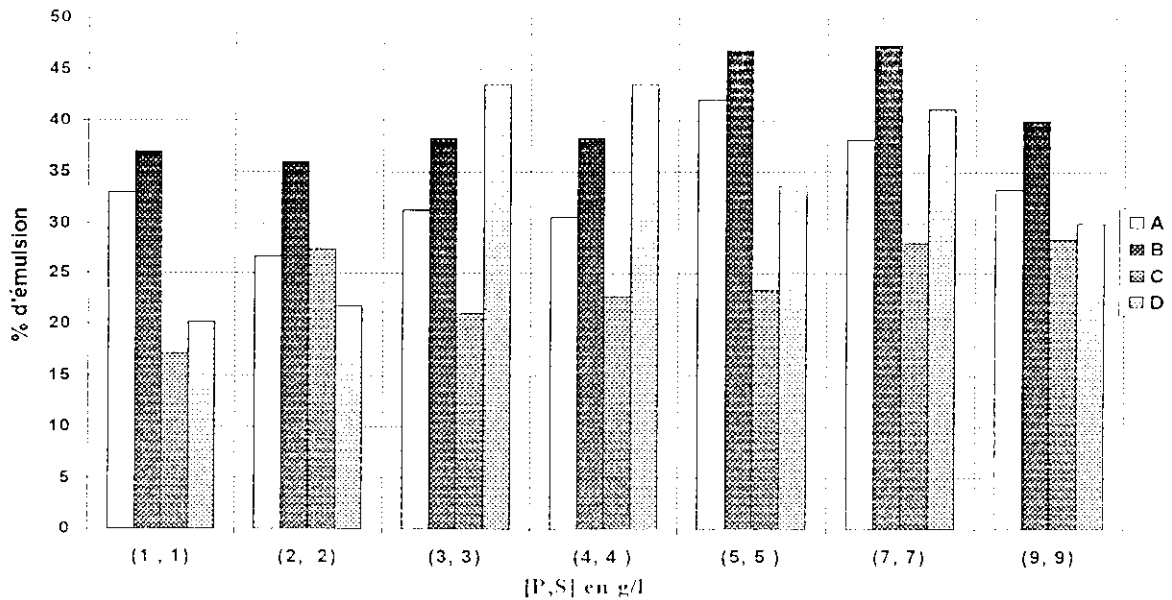


Figure II.7 : Pourcentage d'émulsification pour un rapport H/E = 80/20 .

Cette figure montre que pour la même variation des concentrations, les pourcentages d'émulsification sont différents d'un système à un autre. On peut noter que tous les systèmes se comportent bien à une concentration de [P,S] = [5,5] g/l. Cette même concentration a donné une bonne stabilité des émulsions préparées avec un rapport 90/10.

c. Test de la centrifugation

Tableau II.7 : Pourcentage d'eau décantée en fonction de [P,S].

[P , S] en g/l	Pourcentage d'eau décantée			
	A	B	C	D
(1,1)	5.0	5.0	-	59.7
(3,3)	3.0	2.0	-	27.6
(5.5)	3.0	0.0	-	62.7
(7,7)	3.0	0.0	-	19.6

Des faibles valeurs du pourcentage de séparation sont enregistrées pour les systèmes A et B par rapport à celles du système D. Pour le système C, la décantation d'eau n'a pas été estimée vu que ce dernier présente une certaine solubilité dans l'eau.

▪ Conclusion

Les résultats tirés de ces expériences sont les suivantes :

- Selon la norme expérimentale : « le pouvoir émulsifiant des tensioactifs est défini comme étant l'aptitude d'un produit à faciliter la formation d'une émulsion. Il s'exprime en gramme d'émulsifiant par rapport à 100ml d'émulsion de qualité déterminée». L'expérience a montré que ces tensioactifs ne peuvent en aucun cas donner une émulsion homogène sans qu'il y ait agitation mécanique. Il n'est donc pas possible de déterminer leur pouvoir émulsifiant en appliquant cette définition [22].

Dans notre étude la concentration donnant une bonne stabilité électrique, un pourcentage d'émulsion élevé et une meilleure résistance à la centrifugation est choisie comme étant la concentration optimale. L'évaluation de ces trois paramètres nous a permis de déduire un classement pour les différents groupes de tensioactifs. Ainsi nous avons constaté que le groupe B est le plus efficace ; ce dernier est suivi par le groupe A ensuite le groupe D puis le groupe C.

- Un excès de tensioactif n'implique pas nécessairement une meilleure stabilité de l'émulsion. Ces tensioactifs facilitent la dispersion du système sous agitation mais n'assurent pas le maintien de la phase dispersée dans la phase continue. Les gouttelettes formées ont des dimensions suffisamment élevées pour que les forces de pesanteur soient toujours prépondérantes.

- Le mélange de tensioactifs primaires et secondaires améliore considérablement la stabilité de l'émulsion et conduit à des pourcentages d'émulsification plus importants que ceux obtenus en utilisant chaque tensioactif individuellement avec une même concentration. Cette amélioration est due au fait, que le mélange de tensioactif favorise l'obtention et le maintien des gouttelettes de faibles tailles. En effet, l'emploi des tensioactifs ioniques assure la stabilité de l'émulsion par des effets électrostatiques résultants des charges qu'ils portent sur leurs molécules. Alors que les tensioactifs non ioniques stabilisent l'émulsion par l'encombrement stérique responsable de la création d'une barrière capable d'empêcher l'agglomération des gouttelettes d'eau [14].

- La présence des tensioactifs à des concentrations égales avec différents rapports H/E a abouti à des pourcentages d'émulsions remarquables. On peut donc conclure que ces tensioactifs sont en mesure de résister à un excès d'eau. Cette constatation est liée au fait qu'une forte teneur en phase dispersée améliore la viscosité de l'émulsion, ce qui contribue à une amélioration de sa stabilité.

III. Comportement Des Emulsions En Présence Des Contaminants

III.1. Influence de la salinité

Dans le but d'étudier le comportement des émulsions vis à vis les électrolytes, nous avons substitué dans la phase dispersée (l'eau douce) par une saumure salée saturée (320 g de NaCl /l d'eau) .

Tableau III.1: Influence de la salinité sur le comportement des émulsions.

Groupes	A		B	
	SE (V)	% d'émulsion	SE (V)	% d'émulsion
[P,S] g/l				
(3,0)	102	13,04	90	15,18
(7,0)	105	12,71	90	17,31
(10,0)	185	14,14	100	23,44
(0,3)	81	13	95	18,63
(0,7)	120	15,45	115	18,10
(0,10)	99	12,12	130	13,04
(5,5)	192	14,95	135	12,12

Tableau III.2 : Influence de la salinité sur le comportement des émulsions.

Groupes	C		D	
	SE(V)	% d'émulsion	SE(V)	% d'émulsion
[P,S] g/l				
(1,0)	176	13,27	139	5,56
(0,1)	90	3,96	47	4,23
(3,0)	83	15,56	153	9,01
(0,3)	77	14,42	75	12,35
(7,0)	102	16,36	170	17,82
(0,7)	90	13,58	78	17,00
(0,5, 0,5)	104	14,02	195	10,00

-Discussion des résultats

Les mêmes tendances sont enregistrées pour tous les groupes de tensioactifs, les résultats consignés dans les tableaux ci dessus nous montrent que :

- En utilisant un seul type de tensioactif, les meilleures stabilités sont enregistrées pour les émulsions préparées avec les tensioactifs primaires à différentes concentrations. Les tensioactifs secondaires présentent les faibles valeurs de stabilité électrique ;
- Pour une même concentration en tensioactif, le couplage (P,S) présente des caractéristiques intéressantes du point de vu de la stabilité.

Ce comportement plus ou moins différent peut être lié à la nature des tensioactifs utilisés. La caractérisation des tensioactifs secondaires a montré que ce sont des tensioactifs ioniques, on peut donc attribuer la dégradation de la stabilité de l'émulsion au fait que : la présence d'une importante quantité de sel (saumure saturée de Na Cl) modifie les qualités du tensioactif ionique par la réduction de l'ionisation de ses molécules et donc l'existence des gouttelettes de faible granulométrie [14].

Les résultats obtenus en utilisant les tensioactifs primaires conduisent à la supposition que ce sont des non ioniques. Ce type du tensioactif renforce la rigidité du film interfacial et améliore la consistance de l'émulsion.

L'efficacité du couplage (P,S) est alors expliquée par le fait que les inconvénients de chaque type du tensioactif sont palliés.

III.2. Influence de la teneur en phase dispersée

-Procédure d'étude

Pour effectuer cette étude, nous avons préparé une émulsion contenant une concentration de 10 g/l du mélange primaire-secondaire (rapport équimassique de tensioactifs (P,S)) Cette concentration semble suffisante pour assurer la stabilité des émulsions pour tous les groupes.

L'échantillon est maintenu sous agitation. La phase dispersée est ajoutée graduellement dans la phase continue. La durée de l'ajout est de 1mn et l'agitation se poursuivra jusqu'à la 2^{ème} mn

Par la suite, on mesure la stabilité électrique ainsi que la rhéologie de l'émulsion. Ces mêmes mesures sont effectuées après chaque ajout.

III.2.1. Influence de l'eau douce

a. Test de la stabilité électrique

Sur la figure ci après nous avons porté l'évolution de la stabilité électrique en fonction du pourcentage en phase dispersée pour les groupes A, B et D. Les résultats de ces mesures sont regroupés dans l'annexe IV.

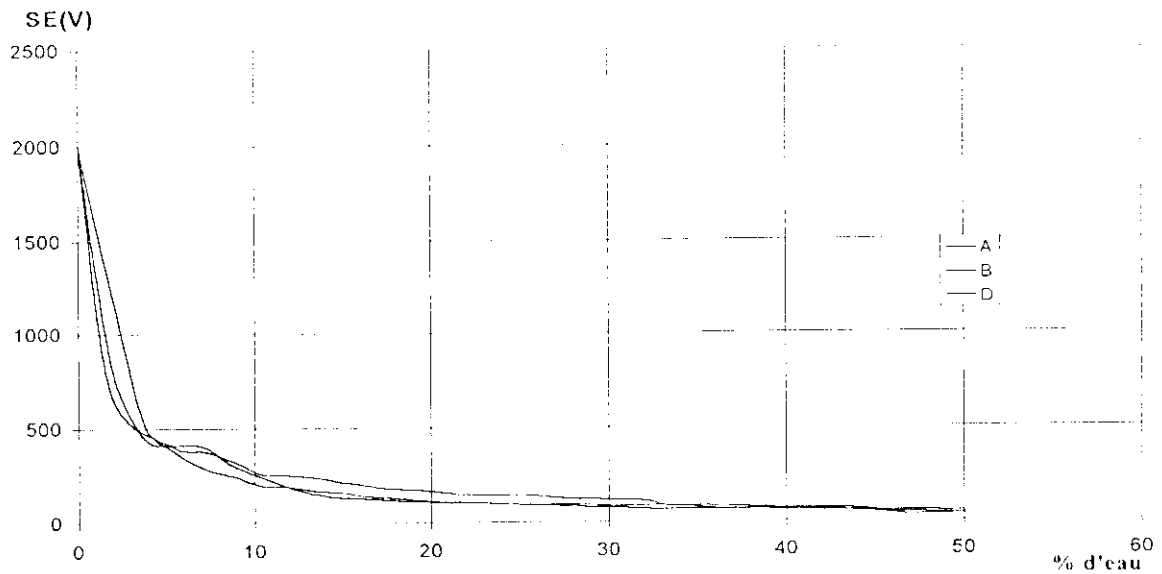


Figure III.1 : Evolution de la Stabilité Electrique en fonction de la fraction volumique d'eau.

-Discussion des résultats

La stabilité électrique diminue en fonction de la teneur en phase dispersée pour tous les groupes de tensioactifs. Cette diminution est très remarquable dans les 10 premières fractions volumiques d'eau. A partir de ce point, la diminution est moins prononcée et un palier est atteint. Nous pouvons expliquer cette diminution par le fait que le milieu devient plus conducteur après chaque addition d'un volume d'eau.

b. Test de la stabilité dans le temps

Afin d'évaluer la stabilité de l'émulsion préparée dans le temps, l'échantillon correspondant à 50% en volume d'eau, est maintenu au repos pendant 24h. Les valeurs du Pourcentage d'émulsification pour les trois groupes sont les suivantes :

Tableau III.3 : Comportement d'une émulsion avec un rapport H-E : 50/50

Couple	A	B	D
% d'émulsion	87	90	82
VP (cP)	21.5	20	21

-Discussion des résultats

Bien que la stabilité électrique des émulsions diminue avec l'augmentation de la teneur en phase dispersée, le pourcentage en phase émulsionnée est élevé pour tous les groupes. Ce test confirme que la stabilité électrique n'est pas une condition nécessaire pour évaluer la stabilité de l'émulsion. Cette propriété électrique dépend surtout de la teneur en phase dispersée. Il n'est donc possible de comparer la stabilité des émulsions du point de vu stabilité électrique que pour un rapport H/E identique.

c. Test des propriétés rhéologiques

Toutes les corrélations sur la viscosité des émulsions dépendent de la viscosité de la phase continue ainsi que de la teneur en phase dispersée. Pour mettre en évidence cette relation, les propriétés rhéologiques des différentes préparations sont déterminées sur le rhéomètre Fann. Les valeurs numériques sont récapitulées dans l'annexe (IV) et les graphiques sont représentés ci après:

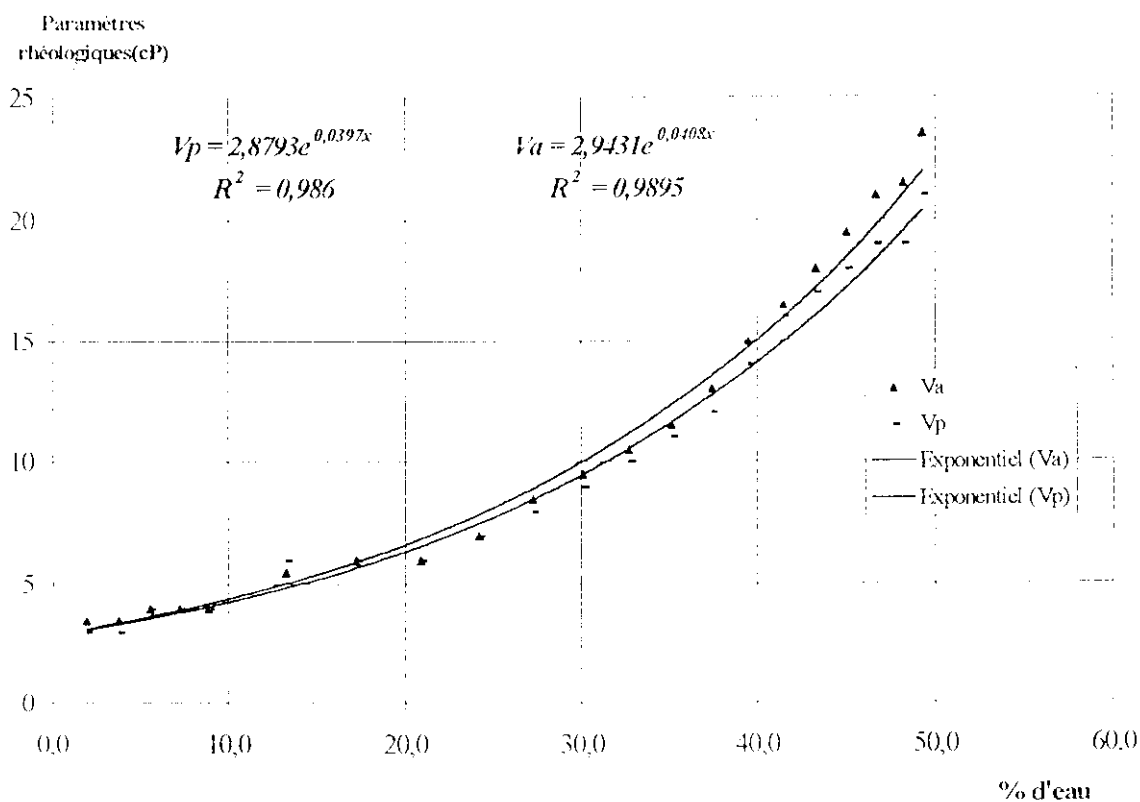


Figure III.2 : Évolution des propriétés rhéologiques pour le groupe A.

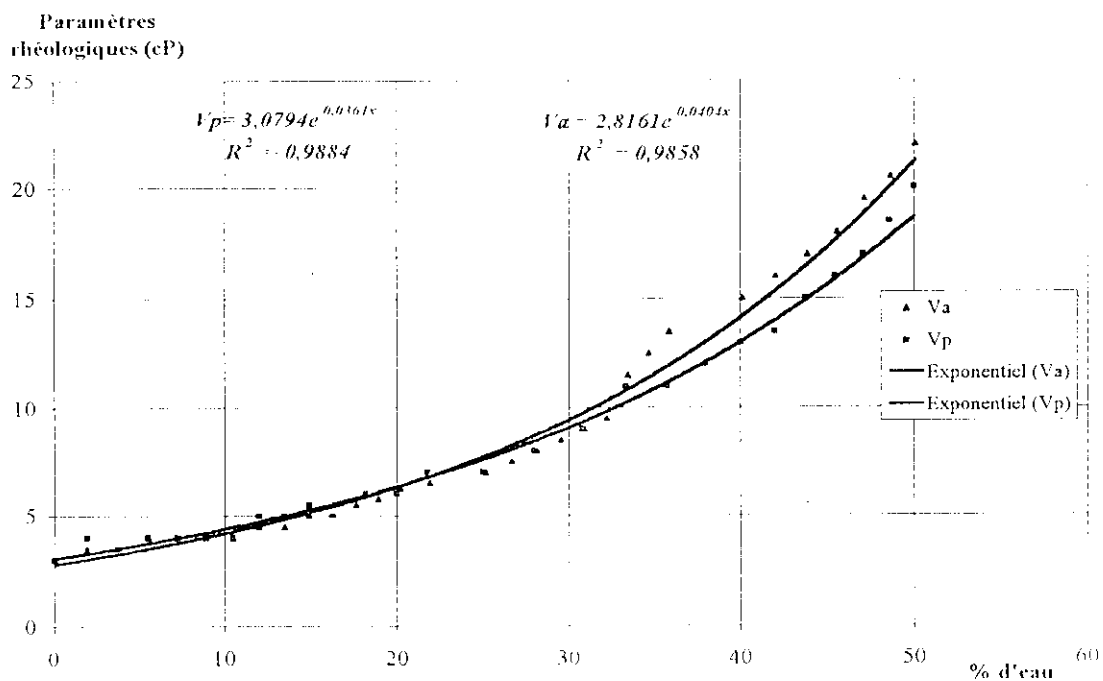


Figure III.3 : Evolution des propriétés rhéologiques pour le groupe B.

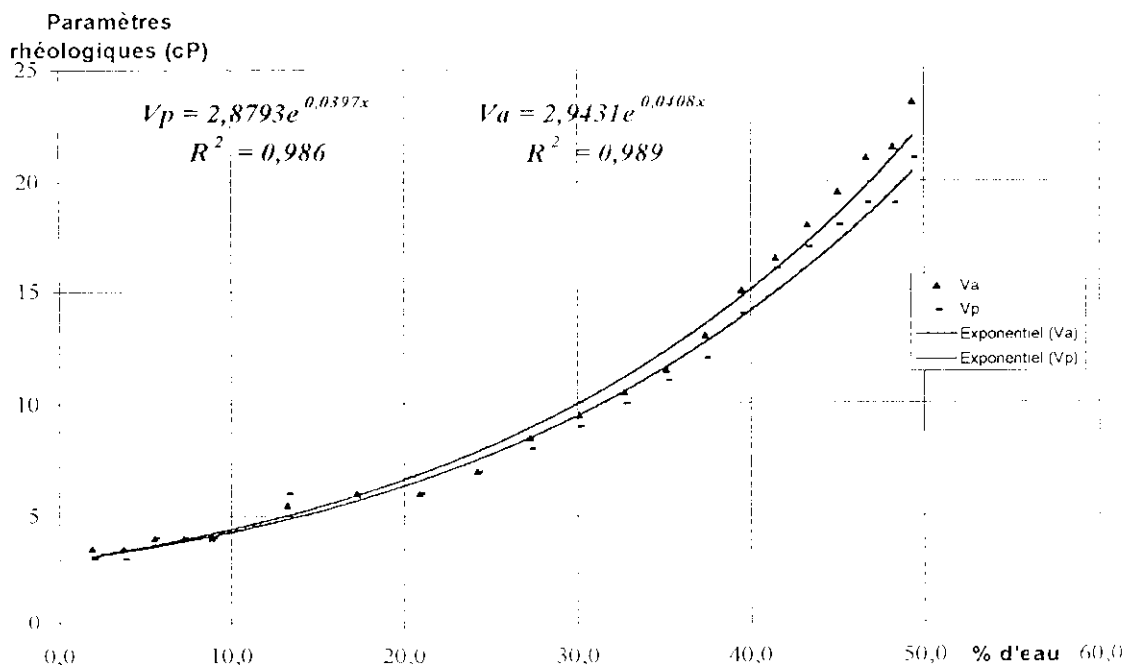


Figure III.4 : Evolution des propriétés rhéologiques pour le groupe D.

-Résultats

La viscosité d'une émulsion augmente avec l'augmentation de la phase dispersée, mais l'augmentation principale aura lieu essentiellement à partir de la proportion de la phase dispersée qui excède les 30%.

La proportion de la phase dispersée peut dépasser les 50%, en partie parce que les gouttelettes ne sont pas uniformes par leurs tailles mais également parce qu'elles sont déformables. Cependant, l'expérience montre qu'avec une phase dispersée supérieure à 75% en volume, il devient de plus en plus difficile de former une émulsion stable [2].

-Interprétation

L'augmentation de la fraction volumique de la phase dispersée favorise le rapprochement des gouttelettes et modifie leur état d'agrégation. Les interactions hydrodynamiques ainsi que la fréquence des collisions résultantes engendrent une augmentation de la viscosité.

En plus, une dissipation de l'énergie résulte lorsqu'un champ d'écoulement est introduit dans un autre champ de nature différente. Ce phénomène est responsable de la pseudo-plasticité du système émulsionné [19].

Les propriétés et les régimes d'écoulement sont ainsi modifiés, ce qui engendre une importante perte de charge. Ce fait rend l'emploi de ce type d'émulsion limité dans les fluides de forage.

III.2.2 Influence de la saumure

Les boues à base d'huile sont préparées en utilisant une saumure et ce pour éviter les problèmes rencontrés en traversant les couches salifères, et améliorer la densité de l'émulsion. Pour cette raison, nous avons substitué l'eau par une saumure saturée. Cette partie de travail a été effectuée sur le groupe A.

a. Test de la stabilité électrique

Sur la figure suivante nous avons porté en ordonnées la stabilité électrique et en abscisse le pourcentage en saumure: (Annexe N° : IV)

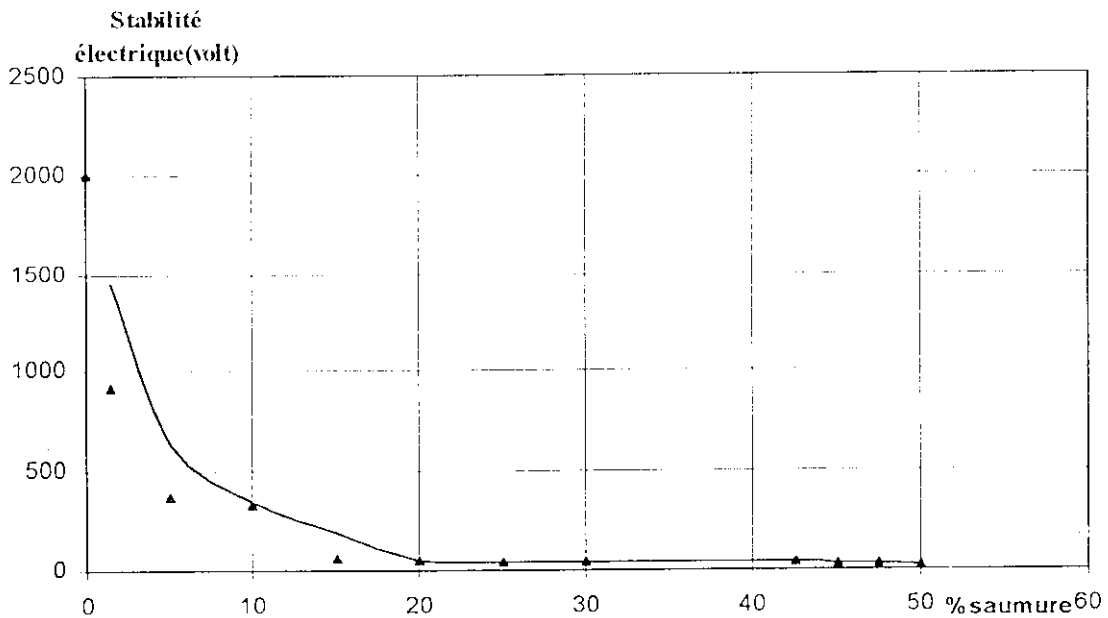


Figure III.5 : Evolution de la Stabilité Electrique en fonction du volume de la saumure.

-Discussion

La stabilité électrique diminue au fur et à mesure que la concentration en saumure augmente. Pour un même pourcentage en phase dispersée la valeur de la stabilité électrique en utilisant la saumure est plus faible que celle obtenue en utilisant l'eau. Ceci est dû à la présence des charges dans la saumure qui contribuent et améliorent de plus en plus la conductivité du milieu dispersif.

b. Test des propriétés rhéologiques

Sur la figure suivante nous avons tracé la variation des paramètres rhéologiques en fonction du volume de la saumure: (Annexe N° : IV)

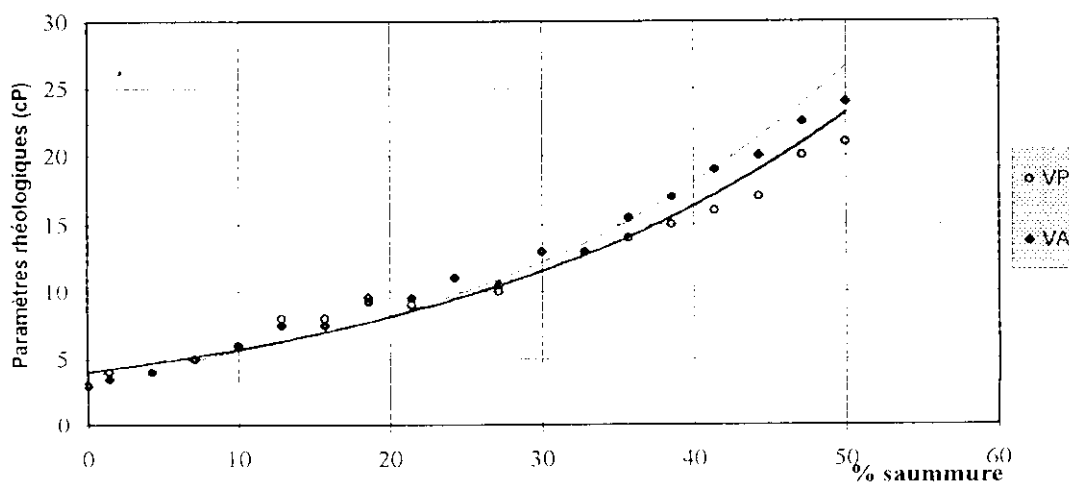


Figure III.6 : Evolution des propriétés rhéologiques en fonction du pourcentage en saumure.

En comparant ces résultats avec ceux obtenus en présence d'eau douce, nous pouvons conclure que les propriétés rhéologiques sont peu affectées avec la présence des sels dans la phase dispersée.

c. Test de la stabilité au repos

Après un repos de 24 h nous avons trouvé un taux d'émulsification qui correspond à 78 %. Cette valeur est inférieure à celle obtenue en utilisant l'eau, la salinité a un effet néfaste sur l'émulsification car d'un côté elle réduit la rigidité de l'interface gouttelettes d'eau - huile et de l'autre côté elle affaiblit les forces de répulsions entre les gouttelettes d'eau par la présence des contre ions [14].

IV. Influence Des Additifs Sur Le Comportement Des Emulsions Inverses

IV.1 Influence de l'argile organophile et du réducteur de filtrat

Pour évaluer la contribution de chaque additif dans la stabilité et la rhéologie des émulsions inverses de rapport H/E=90/10, l'effet de chaque additif a été évalué dans une émulsion ne contenant pas de tensioactifs. Cette évaluation a été effectuée par les tests suivants :

- mesure de la stabilité électrique ;
- mesure des paramètres rhéologiques.

Les additifs qui semblent être indispensables pour la formulation d'une boue inverse sont, en plus des émulsifiants conventionnels, l'argile organophile et le réducteur de filtrat.

(Les résultats de cette partie de travail sont consignés dans l'annexe N° : V)

IV.1.1. Influence de l'argile organophile

a. Test de la stabilité électrique

Cet additif contribue considérablement dans la stabilité des émulsions. Cette contribution est expliquée par l'affinité que possède une argile organophile vis à vis des deux phases de l'émulsion [23].

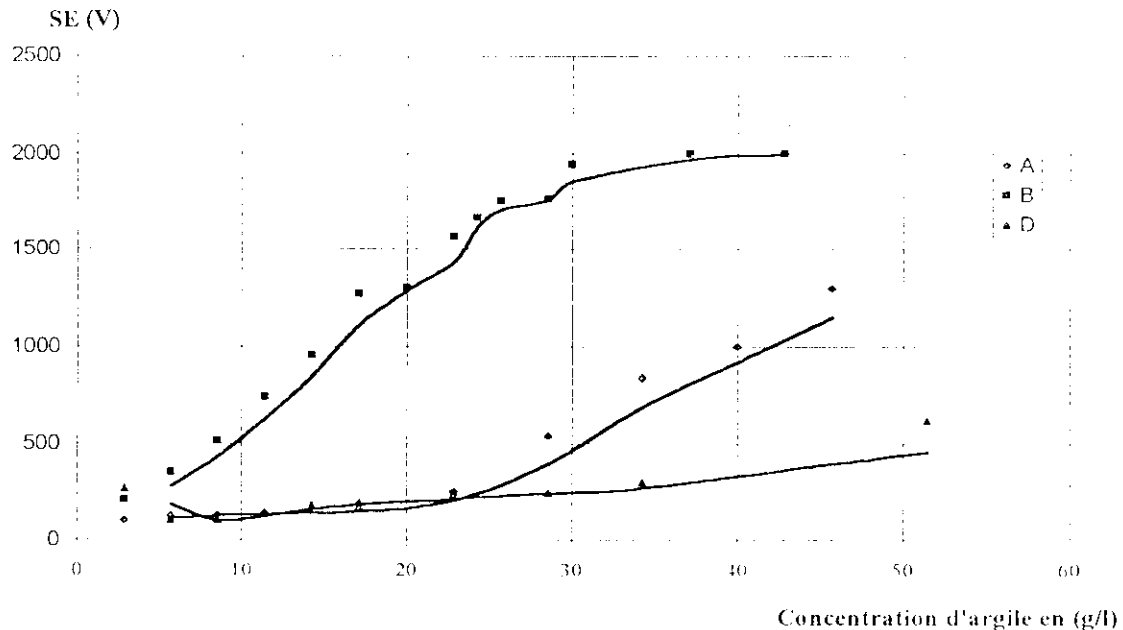


Figure IV.1: Effet de l'argile sur la Stabilité Électrique de l'émulsion, H/E = 90/10.

b. Test des propriétés rhéologiques

L'argile organophile est le principal viscosifiant des boues à base d'huile. L'augmentation de la viscosité de la phase continue favorise la stabilité du système. Nous pouvons expliquer cette stabilité le fait que, la mobilité des gouttelettes d'eau dans une phase visqueuse se trouve altérée et les particules n'ont plus la possibilité de s'agglomérer [15].

La loi de Stocks nous montre également que la vitesse de sédimentation des gouttelettes d'eau est inversement proportionnelle à la viscosité de la phase continue. Ce qui ralentit la sédimentation des particules d'eau et donc leur séparation.

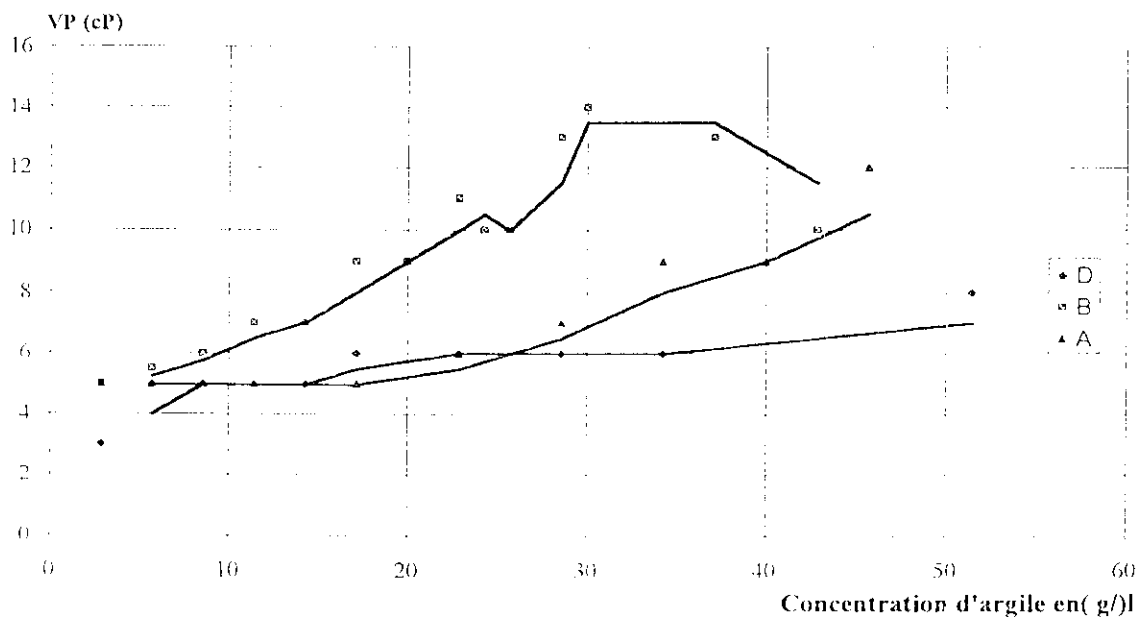


Figure IV.2: Effet de l'argile sur la rhéologie de l'émulsion, H/E = 90/10.

IV.1.2. Influence du réducteur de filtrat

a. Test de la stabilité électrique

L'effet du réducteur de filtrat sur la stabilité électrique des émulsions est remarqué uniquement dans la première tranche d'ajout. Une augmentation de la concentration du réducteur de filtrat n'a pas un effet significatif sur la stabilité électrique. La valeur de cette dernière est voisine de celle d'une émulsion (eau / huile) agitée.

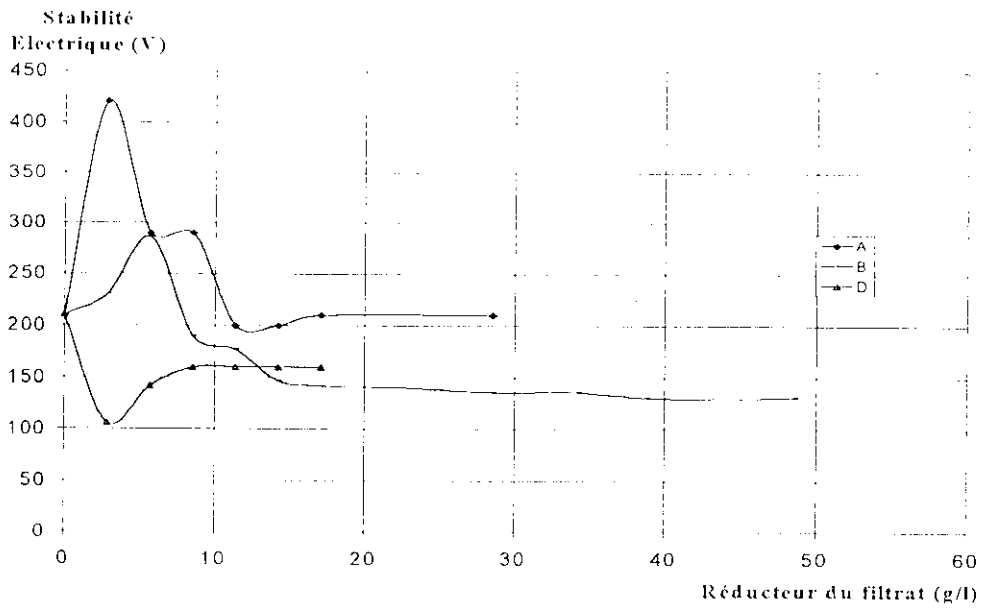


Figure IV.3: Stabilité électrique d'une émulsion 90/10 en fonction du réducteur de filtrat.

b. Test des propriétés rhéologiques

Le réducteur de filtrat n'apporte pas de variation sensible sur la viscosité de l'émulsion. Les différents groupes de réducteurs de filtrat ont la même tendance de viscosité. L'utilisation de ce produit est alors sans impact sur la rhéologie des boues inverses. Il est alors possible d'utiliser ces produits avec des boues à forte teneur en phase dispersée sans pour cela affecter la viscosité de l'émulsion.

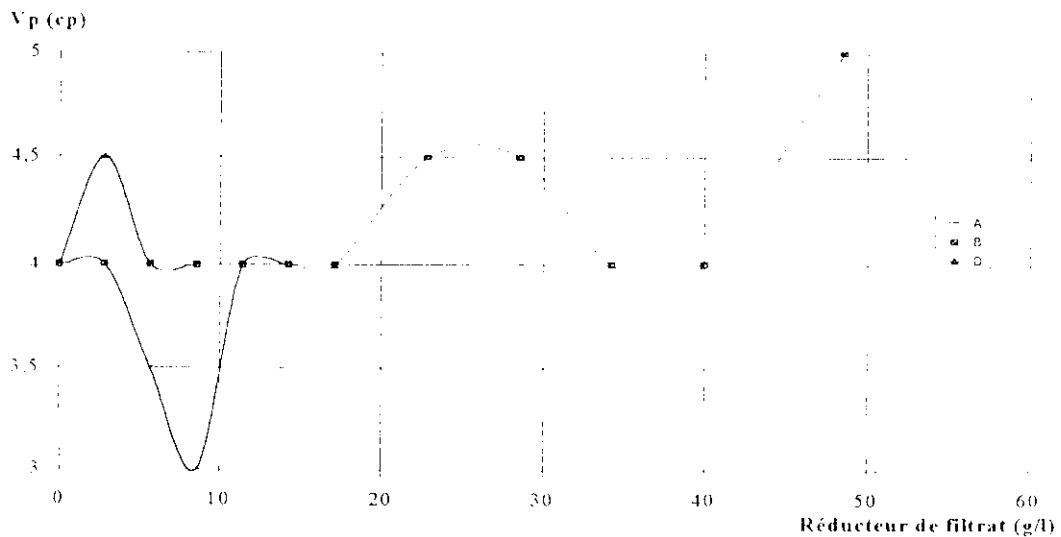


Figure IV.4 : Effet du réducteur de filtrat sur la viscosité plastique des émulsions.

IV.2. Influence de la chaux et de la baryte

Cette partie de travail consiste à déterminer l'effet de la chaux ainsi que la baryte sur la rhéologie et la stabilité des émulsions pour un rapport H/E = 90/10 et contenant une concentration en couple (P.S) = (5.5) g/l.

Après avoir préparé l'émulsion, l'ajout de ces additifs (chaux ou baryte) est effectué graduellement par petite quantité. Après chaque ajout nous avons suivi l'évolution de la stabilité électrique ainsi que de la rhéologie. (ces tests sont effectués sur les émulsions préparées en utilisant les tensioactifs du groupe A.

IV.2.1. Influence de la chaux

Les résultats des tests de la stabilité électrique et de la rhéologie en fonction de la concentration de la chaux sont illustrés dans le tableau suivant :

Tableau IV.1 : Influence de la chaux sur la stabilité et la rhéologie d'une émulsion 90:10.

Concentration de la chaux (g/l)	SE (V)	VP (cP)	VA (cP)
5	170	4	4
10	180	4	4
15	240	4	4
20	364	5	4,5
39,5	380	4,5	4,5

Ces résultats montrent que l'influence de la chaux sur la rhéologie des émulsions est pratiquement négligeable. En outre la stabilité électrique croît avec la concentration de la chaux et elle est plus importante que celle obtenue en présence du couple de tensioactifs seul dans l'émulsion. Conformément à la théorie, la chaux, en plus de son action sur le pH, peut activer les tensioactifs et améliorer leurs pouvoirs émulsifiant. En effet l'association des chaînes tensioactives avec le métal bivalent de la chaux renforce l'adsorption des tensioactifs à l'interface eau -huile [19].

II.2 Influence de la baryte

Le tableau suivant illustre la variation de la rhéologie ainsi que de la stabilité électrique en fonction de la concentration de la baryte.

Tableau IV.2 : Influence de la baryte sur la rhéologie et la stabilité des émulsions 90/10.

Concentration de la baryte (g/l)	Stabilité électrique (V)	VP	VA
71,43	247	2	3
142,86	360	7	6
228,57	386	9,5	7,25

L'addition de la baryte en tant qu'alourdissant des boues à base d'huile, améliore la stabilité électrique de l'émulsion inverse. C'est un composé chimiquement inerte, il intervient dans la stabilité par le fait qu'à la suite d'une agitation mécanique les particules solides s'adsorbent aux interfaces des gouttelettes dispersées huile/eau et provoque une extension de cette interface.

Par rapport à la chaux, la baryte contribue à l'amélioration des propriétés rhéologiques, en effet il y a probablement formation d'une émulsion mixte ayant des viscosités relativement plus importantes que celle des émulsions pures.

À des concentrations relativement élevées, la baryte se décante, il est donc nécessaire d'employer des agents mouillants pouvant maintenir ces particules en suspension. Notons que la présence des agents viscosifiants favorise le maintien des solides par les propriétés de gel qu'ils assurent.

IV.3 Influence de l'ordre d'ajout des additifs

Dans cette partie de travail nous allons étudier l'effet de l'ordre d'ajout des différents additifs à savoir : les émulsifiants, l'argile organophile, le réducteur de filtrat sur la stabilité et la rhéologie des émulsions inverses.

-Mode opératoire

Le tableau suivant résume les concentrations utilisées pour chaque additif ainsi que le rapport gasoil/eau choisi :

Tableau IV.3: Formulation proposée pour les différents groupes.

Groupes	A	B	D
rapport gasoil/eau	90/10	90/10	90/10
[P,S] en g/l	(5.5)	(5.5)	(5.5)
Argile organophile conventionnelle (g/l)	34	20	15
Réducteur de filtrat conventionnel (g/l)	17	28	20

Les formulations proposées sont les suivantes :

1. gasoil + réducteur de filtrat + tensioactifs + argile organophile + eau ;
2. gasoil + argile organophile + tensioactifs + réducteur de filtrat + eau ;
3. gasoil + argile organophile + réducteur de filtrat + tensioactifs + eau ;
4. gasoil + tensioactifs + eau + argile organophile + réducteur de filtrat ;
5. gasoil + eau + tensioactifs + argile organophile + réducteur de filtrat ;

le temps de mixage pour chaque additif est réparti de la manière suivante :

- tensioactif : 5mn ; argile organophile : 15mn ; réducteur de filtrat : 5mn ; eau : 5mn ;

Une dernière préparation consiste à mélanger tous les additifs et laisser le mélange sous agitation pendant 30mn.

Pour toutes ces formulations nous avons suivi l'évolution de la stabilité électrique et de la rhéologie et ce juste après agitation. Les résultats obtenus sont illustrés dans les tableaux suivants :

Tableau IV.4: Influence de l'ordre d'ajout pour le groupe A.

Groupe A			
Formulation	SE (V)	VP (cP)	VA(cP)
1	1540	16	23
2	1675	16	22.5
3	1603	15	20.5
4	1650	16	23
5	1527	16	22.5
6	1600	15	22.5

Tableau IV.5 : Influence de l'ordre d'ajout pour le groupe B.

Groupe B			
Formulation	SE(V)	VP(cP)	VA(cP)
1	659	8	8
2	580	8	8
3	650	8	8
4	980	8	8
5	1010	8	8
6	750	8	8.5

Tableau IV.6 : Influence de l'ordre d'ajout pour le groupe D.

Groupe D			
Formulation	SE (V)	VP(cP)	VA(cP)
1	1111	11	14
2	800	9	11
3	650	7	10.5
4	1050	8	11.5
5	900	8	11
6	1030	11	12.5

-Discussion des résultats

Pour les formulations 4, 5 et 6 les valeurs de la stabilité électrique sont les plus élevées car, d'une part, la durée d'agitation de l'eau dans le gazoil est importante, ce qui favorise l'obtention d'une bonne dispersion ; d'autre part, l'énergie transmise par l'agitateur à travers la phase continue est considérable.

Pour les formulations 1, 2 et 3 la dispersion des gouttelettes d'eau est plus faible, en effet l'addition des additifs augmente la viscosité de la phase huileuse ce qui engendre une forte dissipation visqueuse [15].

Les propriétés rhéologiques d'une émulsion sont pratiquement régies par l'argile organophile. En fixant la masse de cette dernière, nous avons remarqué que l'ordre d'ajout influe peu sur la rhéologie des deux groupes A et B. Pour le dernier groupe une variation de la rhéologie est

enregistrée. En outre, l'ordre d'ajout donnant la viscosité la plus élevée peut également donner une bonne stabilité électrique.

Ainsi, en se basant sur l'ordre d'ajout établi nous proposons la procédure suivante pour les préparations des différentes boues :

- 1- Introduire les tensioactifs dans la phase continue (5mn d'agitation);
- 2- Ajouter la phase dispersée graduellement (15mn d'agitation);
- 3- Ajouter l'argile organophile (15mn d'agitation);
- 4- Ajouter le réducteur de filtrat (5mn d'agitation).

V. Evaluation Et Modélisation Du Comportement Des Boues Inverses En Présence Des Tensioactifs

Selon les résultats obtenus, on peut prévoir une multitude d'expériences pour chaque système de boue, ceci pour la mise en évidence de l'apport de l'ensemble des additifs sur le comportement de l'émulsion. Cependant, cette tâche serait fastidieuse sans une planification d'expériences.

V.1. Plan d'expérience du groupe B

Afin d'évaluer et de modéliser le comportement des émulsions en présence de mélange d'additifs, nous avons formulé des systèmes simplifiés de boue. Ces formulations sont effectuées en suivant un plan d'expérience composite centrée à trois variables.

Ce plan est constitué d'une matrice 2^k observation ou k est le nombre de facteurs variables, $2k$ points axiaux et quelques points centraux pour l'appréciation de l'erreur.

Les niveaux de concentration de ces paramètres sont les suivant :

Tableau V. 1: Intervalles d'étude pour le groupe B.

k paramètres en g/l	Symbole	Niveau inférieur	niveau central	niveau supérieur
Tensioactif (p,s)	Ta	(5,5)	(7.5,7.5)	(10,10)
Argile organophile	Argile	8	19	30
Réducteur de filtrat	Rf	10	15	20

Des variables réduites sont utilisées pour déterminer le modèle mathématique le plus approprié pour chaque réponse

$$X = (x - x_0) / \lambda$$

X: la variable réduite

x: la variable réelle

x_0 : la variable du centre

λ : la longueur de demi intervalle

Tableau V. 2: Plan composite centré à trois variables: groupe B

N° d'essais	TA	Argile	RF	SE (V)	VP (cP)	% d'huile
1	-1	-1	-1	368	5	36,67
2	-1	-1	1	253	5	30,00
3	-1	1	-1	495	9	1,10
4	-1	1	1	483	10	2,22
5	1	-1	-1	366	6	28,43

6	1	-1	1	466	5	52,22
7	1	1	-1	598	9	4,17
8	1	1	1	587	10	3,33
9	-1,68	0	0	444	7	2,56
10	1,68	0	0	432	7	2,00
11	0	-1,68	0	413	5	89,66
12	0	1,68	0	649	10	2,50
13	0	0	-1,68	424	7	13,89
14	0	0	1,68	424	9	5,88
15	0	0	0	410	8	5,95
16	0	0	0	395	8	5,83
17	0	0	0	400	8	5,79

-Modélisation de la stabilité électrique

Le diagramme de Pareto représente l'histogramme des effets classés par ordre croissant. Les effets représentés dans la partie supérieure au seuil de signification de 5% ($p=0.05$) sont ceux relative à la concentration en argile organophile. L'apport de ce produit sur la stabilité électrique est prépondérant.

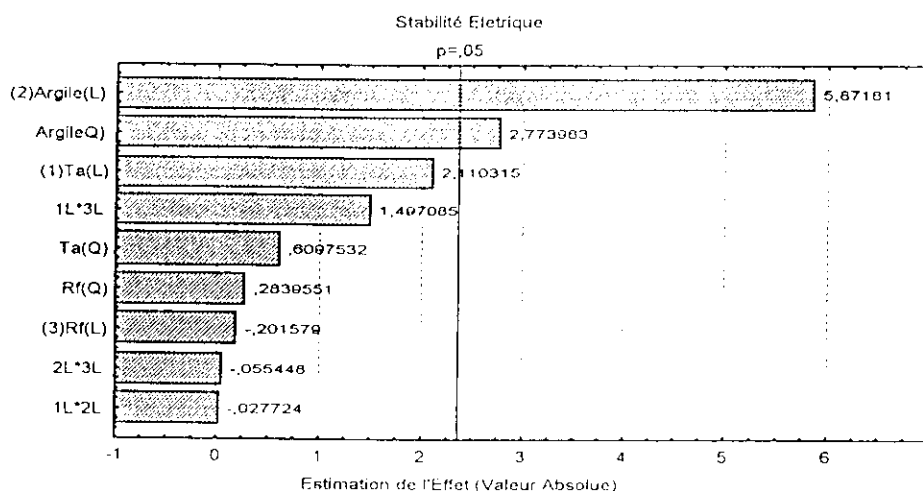


Figure V.1: Diagramme de Pareto pour la stabilité électrique.

La surface décrivant la réponse de la stabilité électrique a permis d'établir le modèle mathématique suivant :

$$SE = 416,10 + 81,05*Argile + 39,05*Argile^2.$$

Le coefficient de régression qui permet d'estimer l'erreur est: $R^2=0,88$.

-Modélisation de la Viscosité plastique

Le diagramme de Pareto nous montre que seul le terme linéaire relatif à l'argile organophile est significatif.

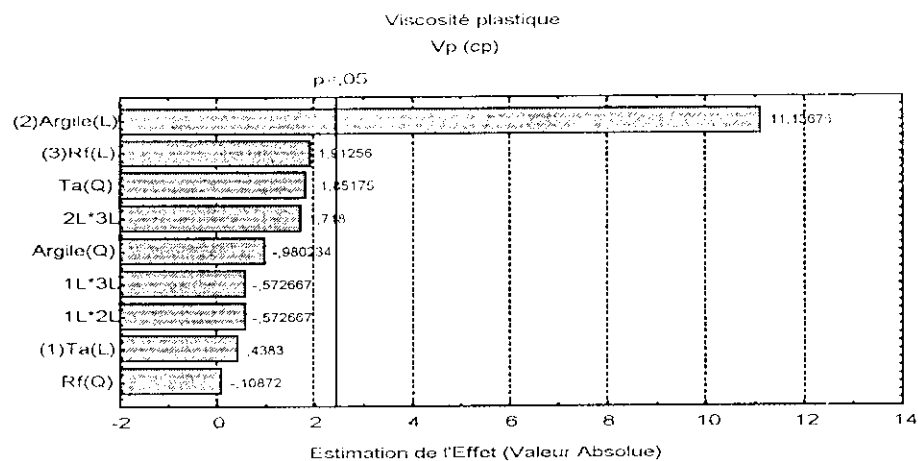


Figure V.2 : diagramme de Pareto pour la viscosité plastique.

Le modèle obtenu pour cette réponse est le suivant :

$$Vp = 7,5 + 1,86 * \text{Argile} ; R^2 = 0,96$$

-Modélisation de déphasage d'huile

Le terme linéaire ainsi que le terme quadratique sont les effets qui déterminent le pourcentage de séparation d'huile dans les émulsions préparées. Le modèle mathématique décrivant la réponse est le suivant :

$$\% \text{ d'huile} = 5,84 - 20,73 * \text{Argile} + 14,13 * \text{Argile}^2 ; R^2 = 0,94$$

-Discussion des résultats

L'argile organophile est douée d'une activité interfaciale vis à vis les deux phases à émulsionner, cette propriété est responsable de toutes les réponses observées à travers ce plan d'expérience. C'est le principal viscosifiant des fluides de forage à base d'huile. La viscosité apportée par les autres produits est incomparable avec celle apportée par l'argile organophile.

NB: Ces modèles mathématiques sont valables dans les intervalles d'étude déjà spécifiés et en maintenant le rapport H/E = 90/10 et la phase dispersée une saumure salée saturée.

V.2. Plan d'expérience du groupe A

Pour mieux apprécier l'apport des tensioactifs et du réducteur de filtrat sur les différentes réponses, nous étions amené à fixer la concentration en argile organophile et à ajouter une réponse sur le filtrat HIPT. Cette réponse est une forte indication sur stabilité de l'émulsion dans les conditions du puits.

Tableau V.3: Intervalles d'étude pour le groupe A

k paramètres en g/l	Symbole	Niveau inférieur	niveau central	niveau supérieur
Tensioactif (P,S)	TA	(2,2)	(6,6)	(10,10)
Réducteur de filtrat	RF	3	9	15

Tableau V.4 : Plan composite centré à trois variables

Essais	TA	RF	SE	VP	Filtrat	YV	%Huile
1	-1,00	-1,00	541	8	19	1	3,03
2	-1,00	1,00	920	9,5	13	1	0,50
3	1,00	-1,00	1172	15	9	9	2,00
4	1,00	1,00	1035	14	5	11	2,00
5	-1,41	0,00	228	7	24	1	34,00
6	1,41	0,00	780	14	5,4	9	4,05
7	0,00	-1,41	813	12	9	11	2,00
8	0,00	1,41	950	15	5	8	2,86
9	0,00	0,00	1032	14	5,2	10	2,00
10	0,00	0,00	1040	14	5,4	10	2,40

Remarque: Toutes les mesures sur ces formulations sont effectuées après un vieillissement de 24h

Le rapport H/E : 90/10 ;

Les formulations sont effectuées en maintenant constant

La concentration de l'argile organophile : 30g/l ;

La concentration de la chaux : 15g/l.

-Stabilité électrique

Le terme linéaire ainsi que le terme quadratique sont les effet prépondérant sur la stabilité électrique. Le réducteur de filtrat ne participe pas dans la stabilité du système

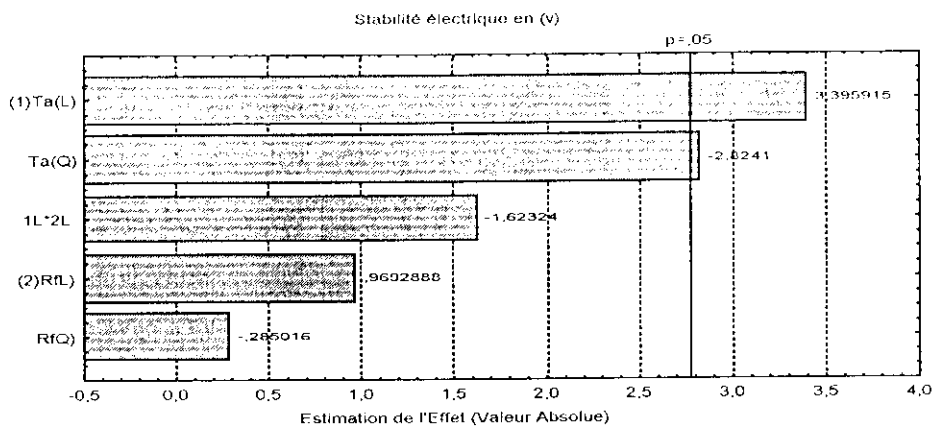


Figure V.3: Diagramme de Pareto pour la stabilité électrique

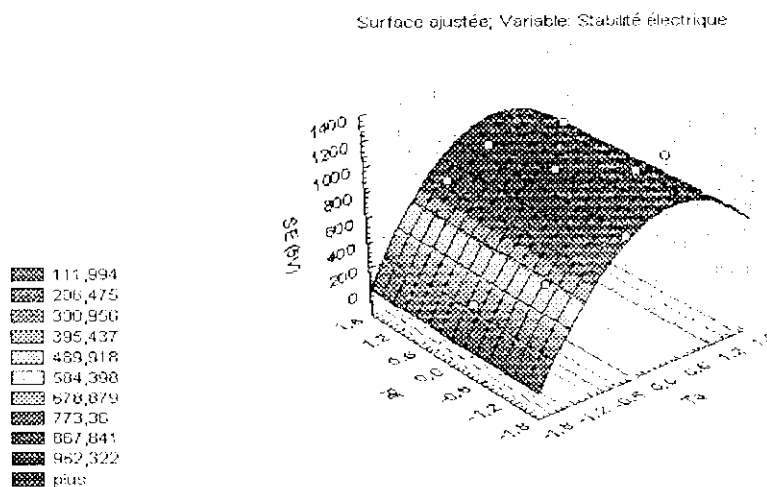


Figure V.4 : Surface de réponse sur la stabilité électrique

Le modèle ci après est déterminé avec un coefficient de régression ; $R^2=0,73$

$$SE=1012 + 190,83*TA -200,86*TA^2$$

-Viscosité plastique

Le comportement rhéologique dépend essentiellement de la concentration des tensioactifs et ce pour une concentration fixe de l'argile organophile.

Le modèle mathématique établi pour la viscosité plastique est le suivant :

$$VP = 13,61 + 2,67*TA - 1,70*TA^2$$

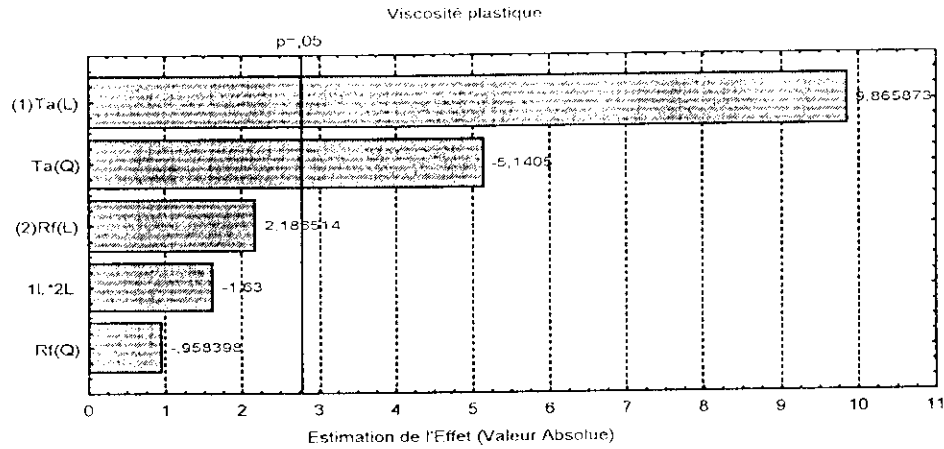


Figure V.5: Diagramme de Pareto pour la viscosité plastique

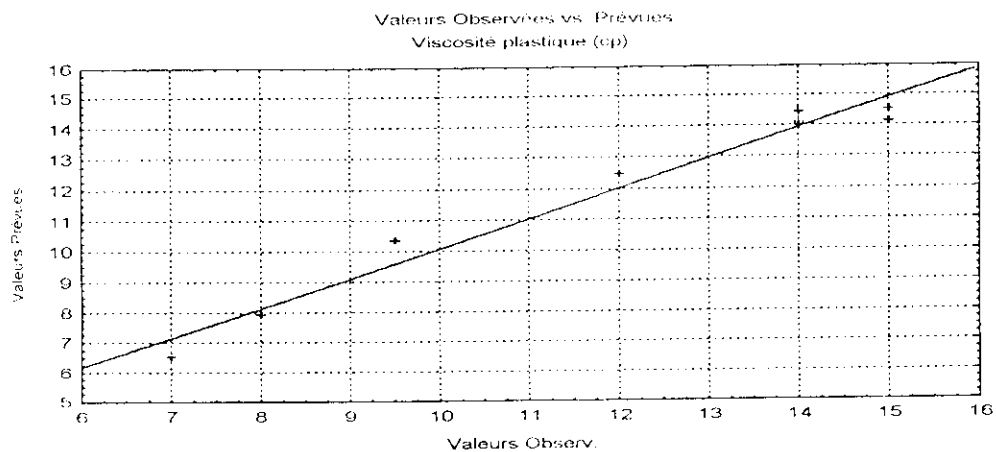


Figure V.6: Précision du modèle; $R^2 = 0,97$

-Discussion des résultats

Avec une concentration constante en argile organophile, les caractéristiques rhéologiques varient avec la concentration en agent de surface. Ce fait est expliqué par un changement de la phase continue par la formation d'éventuelles micelles. Ces dernières sont responsables de la modification du rapport H/E et ce par l'emprisonnement des quantités variables de la phase continue.

Notons qu'une concentration de 8.74g/l permet de donner une viscosité plastique avoisinant les 15(cP). Un optimum de viscosité est atteint, ce fait peut être du à une limite de formation des micelles.

-Filtrat HPHT

Le filtrat HPHT des formulations préparées dépend des deux variables indépendantes mise en jeu. Cependant, les effets linéaires et quadratiques du tensioactif sont beaucoup plus prononcés que l'effet linéaire du réducteur de filtrat.

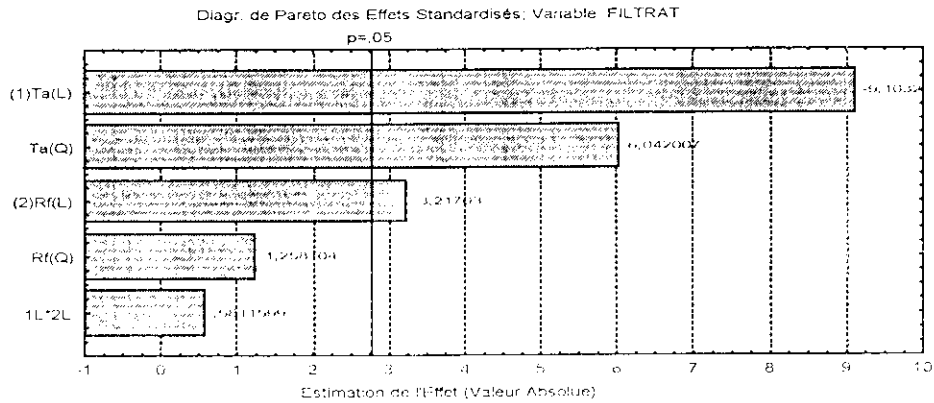


Figure V.7: Diagramme de Pareto pour le filtrat

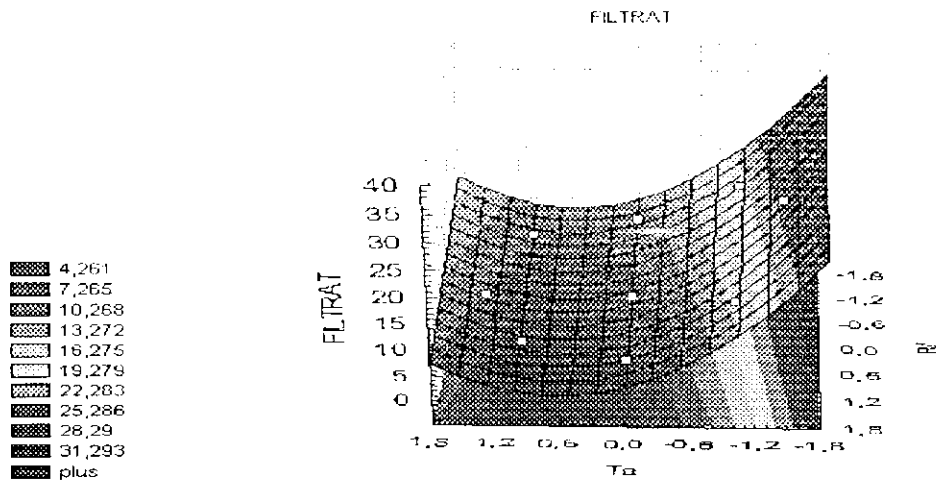


Figure V.8: Surface de réponse pour le filtrat

$$\text{Filtrat} = 6,46 - 5,54 * \text{TA} + 4,43 \text{ TA}^2 - 1,96 \text{RF}$$

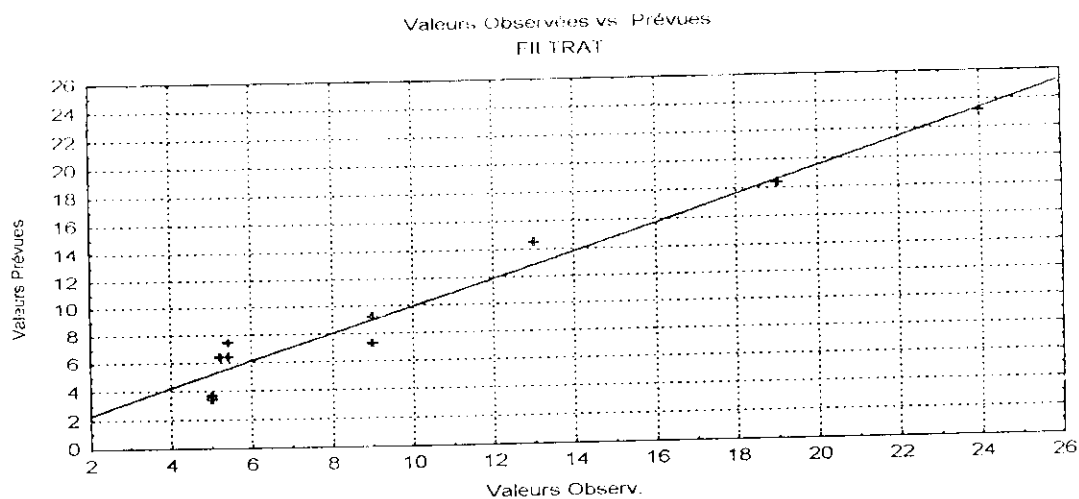


Figure V.9: précision du modèle établi pour le filtrat ; $R^2=0,97$

Le filtrat HPHT est une forte indication sur la stabilité de l'émulsion dans les conditions du puits. La valeur de ce dernier est en relation directe avec la stabilité des émulsions apportée par les tensioactifs. Dans de telles conditions, l'emploi des tensioactifs ioniques capable de résister à la température est indispensable [11].

Tableau V.5 : concentrations optimisées .

Réponses	TA		RF		Nature de l'optimum	solutions observées
	x	X	x	X		
SE	9,68	0,92	0	-1,52	maximum	1082 V
VP	8,74	0,68	10,44	0,24	maximum	15 cP
Filtrat	8,10	0,53	14,02	0,84	minimum	3.00 ml

Les concentrations optimisées pour la formulation des boues inverses sont beaucoup plus faibles que celles imposée par les différents fournisseurs. En plus l'étude de l'influence des contaminants habituels sur la stabilité de l'émulsion a montré la persistance de cette dernière. Il convient alors de réduire les concentrations utilisées dans les formulations sans pour cela affecter l'efficacité du système.

Conclusion

Les objectifs fixés à travers la réalisation de ce présent travail, à savoir l'évaluation de la stabilité des émulsions inverses en présence des tensioactifs conventionnels, ont été concrétisés comme suit :

Dans un premier temps nous avons mis au point un protocole d'essais, comprenant d'une part la caractérisation des tensioactifs utilisés comme émulsifiants eau dans l'huile et d'autre part la caractérisation de l'émulsion proprement dite et ce à l'aide de méthodes d'essais inspirés des méthodes classiques figurant dans la norme française AFNOR T73 du pouvoir émulsifiant.

Les résultats ont montré qu'en présence d'un seul type d'émulsifiant la coalescence de l'émulsion est toujours observée, alors que l'emploi d'un mélange de tensioactifs améliore considérablement la stabilité et conduit à des taux d'émulsification relativement élevés.

Le choix des agents tensioactifs dépend non seulement du type d'émulsion désiré mais aussi des conditions sous lesquels se présentera cette dernière. La mise en évidence de ces conditions à travers l'étude du comportement des émulsions en présence des contaminants habituels (venues d'eau, salinité, contamination par les solides...) a permis de mieux évaluer l'efficacité des différents tensioactifs employés et surtout d'apprécier la stabilité apportée par le couplage des émulsifiants primaires et secondaires appartenant à chaque groupe.

La comparaison entre les émulsions préparées avec les différents groupes de tensioactifs a permis de constater que le groupe d'émulsifiants **B** donnera constamment l'efficacité la plus élevée durant tous les tests effectués sur la stabilité et la consistance de l'émulsion. Le groupe **A** a également montré des tendances similaires, tandis que les groupes **C** et **D** ont conduit à des émulsions instables dans le temps.

Il est à noter que dans un système eau /gasoil exempt d'additifs, l'émulsification totale n'est jamais atteinte et l'augmentation de la teneur en tensioactifs ne permet pas de résoudre ce problème. En effet, l'agglomération des gouttelettes d'eau augmente la dimension de ces dernières et favorise leur sédimentation. Il est donc nécessaire d'employer des agents viscosifiants capables d'altérer la mobilité de ces gouttelettes à travers la phase continue et d'empêcher leur rapprochement.

Cependant, du point de vu composition des boues inverses, on ne doit en aucun cas oublier l'importance des autres additifs du système émulsionné pour le maintien des bonnes caractéristiques rhéologiques, de filtration, de mise en suspension et surtout de stabilité de l'émulsion inverse.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] **J. NOUGORO**- *Forage Rotary*, IFP, Edition Technip, France, 1972.
- [2] **H.C.H. Darley, George R.Gray**- *Composition And Properties Of Drilling And Completion Fluids*, Gulf Publishing Company, 5^{ème} Edition Texas, U.S.A, 1994.
- [3] **N.SDOROV**- *Forage et Exploitation des Puits de Pétrole Et de Gaz*, Edition MIR, Moscou, 1986.
- [4] Publication de l'IFP, *Le Forage Aujourd'hui*, Tome 1, Méthodes de forage, Edition Technip, France, 1970.
- [5] [w.w.w.slb.com](http://www.slb.com).
- [6] *Le Petit Larousse*, Paris, 2004.
- [7] **GARICIA et PARIGOT**, *Boues de forage*, Edition Technip, France, 1974.
- [8] **LAURIER L .SCHARRM**, *Suspensions Fundamentals And Applications In The Petroleum Industry*, Edition American chemical society, Washington DC, 1996.
- [9] International Drilling Fluids, *Technical Manual*, 1975.
- [10] **G. DE LAMBALLERIE**- Publication de l'IFP, Collection colloques et séminaires 9, *Les fluides de forage*, page,70 - 79, Edition Technip, Paris, 1968.
- [11] **F.PUISIEUX, M.SEILLER**- *Les Systèmes Dispersés, Agents de Surface et Emulsion*, Galenica 5, 1983.
- [12] **K.AHMED**- *Valorisation Des Acides Gras Dans Le Domaine Des Fluides De Forage*, Projet de fin d'étude, Ecole nationale polytechnique d'Alger 1998.
- [13] **C.E.CHITOUR**- *Physico-Chimie Des Surfaces*, volume 1, *Les interfaces liquide- liquide, gaz-liquide*, Edition OPU , 1979.
- [14] **J.PORE**, *Emulsion Et Micro-Emulsion, Emulsion Multiple*, Editions Technique des Industries des Corps Gras, 1992.

- [15] P.BROCHETTE - *Emulsification, Elaboration Et Etude Des Emulsions*. Technique de l'ingénieur, traité Génie des procédés, J 2 150,1999.
- [16] T.MAYSOUNABE- *Notions Générales Sur La Physico-chimie Des Interfaces Notions De Tensioactifs*. [perso.wanadoo.fr], 29.8 Ko.
- [17]N.PINNA- *Le Système Micellaire Inverse*, chapitre III, [www.fsagx.ac.be], 16.5 Ko, 2003.
- [18] M.PAQUOT- *Nanostructures Et Fonctionnalités Des Tensioactifs Naturels*, [www.nano-tek.org], 766 Ko, 2003.
- [19] LAURIER L.SCHARMM, *Emulsion Fundamentals And Applications In The Petroleum Industry*. Edition American chemical society, Washington DC, 1992.
- [20] *Oil & Gas Science And Technology*, Rev. IFP, Edition Technip, Vol 55(2000), No. 3, pp. 287-305.
- [21] M. KHODJA, *Evaluation De Performance des Emulsifiants Locaux*, rapport interne du CRD, 1996.
- [22] R. ANTON, *Effect Of Hydrophobic Clay Particules On The Formulation And Properties Of An Emulsion*,Third World Congress On Emulsions. *Emulsions : From Fundamentals To Industrial Applications*. Lyon, france,24-27 septembre 2002.

ANNEXE I

➤ **le groupe A**

Tableau I.1 : Turbidité en fonction de [P].

[P] (g/l)	0.100	0.200	0.300	0.400	0.650	0.750	0.875	1.000
Turbidité(NUT)	1.39	2.88	27.40	73.60	2.00	1.62	1.42	1.64

Tableau I.2 : Turbidité en fonction de [S].

[S] (g/l)	0.100	0.200	0.400	0.500	0.625	0.750	0.875	1.000
Turbidité(NUT)	1.10	1.23	2.59	1.37	1.26	1.09	1.12	1.24

➤ **le groupe B**

Tableau I.3 : Turbidité en fonction de la [P].

[P] (g/l)	0.050	0.100	0.250	0.400	0.500	0.625	0.750
Turbidité (NUT)	1.29	1.13	1.39	1.61	2.06	1.23	1.82

Tableau I.4 : Turbidité en fonction de la [S].

[S] (g/l)	0.05	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.625	0.75	0.875	1	1.1	1.125	1.25	1.375
Turbidité (NUT)	1.26	1.20	1.34	1.23	1.31	1.37	1.53	1.89	1.84	1.96	2.75	1.85	1.96	2.60

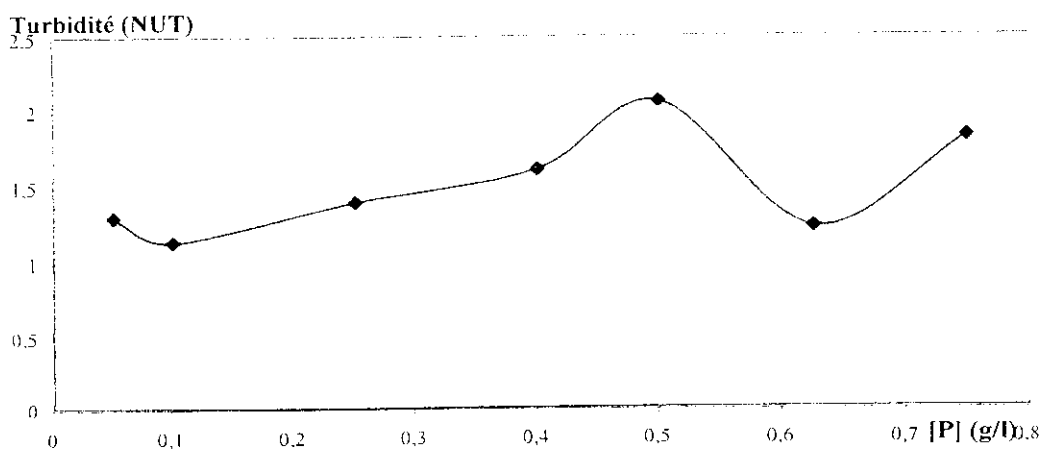


Figure I.1 : Turbidité en fonction de la [P].

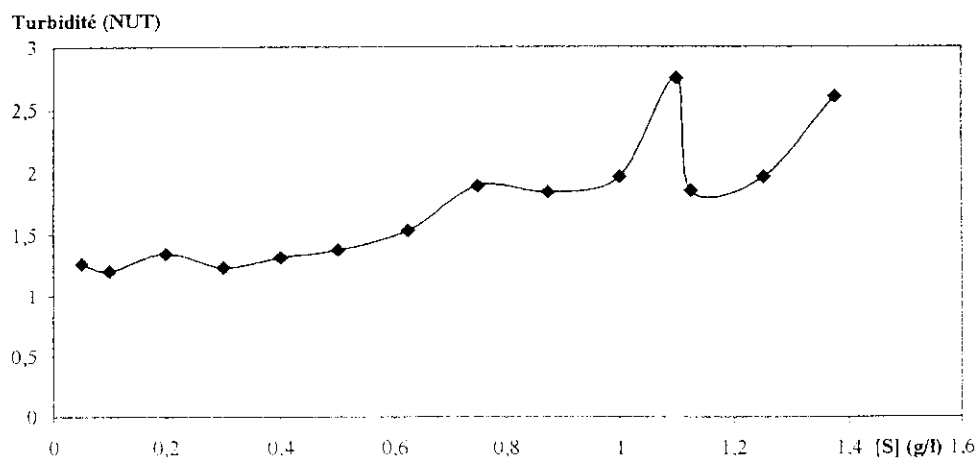


Figure 1.2 : Turbidité en fonction de la [S].

➤ le groupe C

Tableau 1.5 : Turbidité en fonction de la [P].

[P] (g/l)	0.005	0.05	0.100	0.15	0.2	0.25	0.400	0.435
Turbidité (NUT)	1.53	2.47	1.76	1.35	1.20	1.90	1.74	1.33

Tableau 1.6 : Turbidité en fonction de la [S].

[S] (g/l)	0.1	0.15	0.25	0.35	0.5	0.625
Turbidité (NUT)	1.25	3.44	4.82	3.59	1.49	1.99

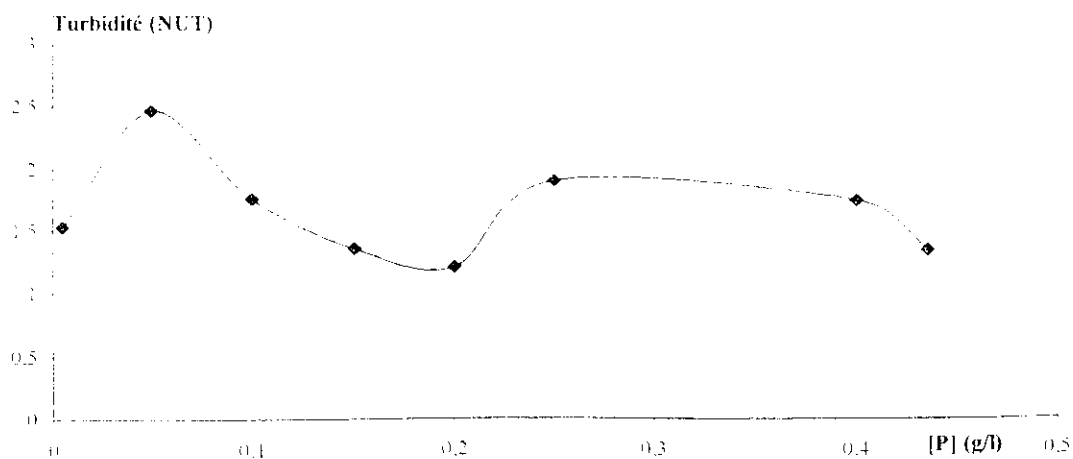


Figure 1.3 : Turbidité en fonction de la [P].

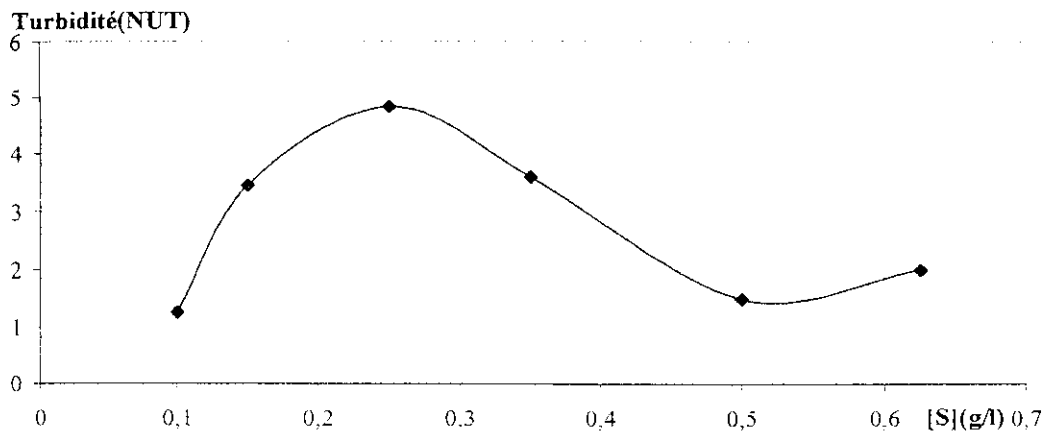


Figure I.4 : Turbidité en fonction de la [S].

➤ le groupe D

Tableau I.7 : Turbidité en fonction de la [P].

[P] (g/l)	0.05	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60	0.70	0.75	0.85
Turbidité(NUT)	0.128	1.030	5.530	9.380	2.040	1.650	2.850	2.780	3.980	5.070

Tableau I.8 : Turbidité en fonction de la [S].

[S] (g/l)	0.05	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60	0.70	0.75	0.85	0.95	1.10
Turbidité(NUT)	0.134	1.060	1.120	1.200	1.290	1.850	2.570	2.350	2.120	1.820	1.930	2.340

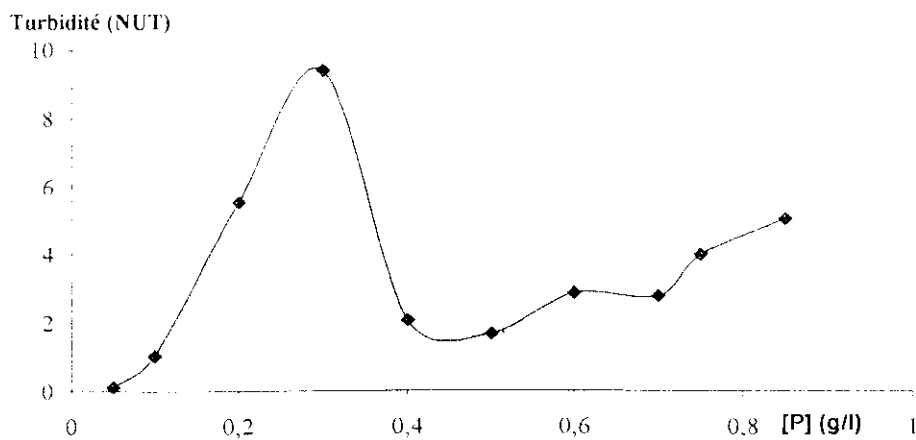


Figure I.5 : Turbidité en fonction de la [P].

Turbidité (NUT)

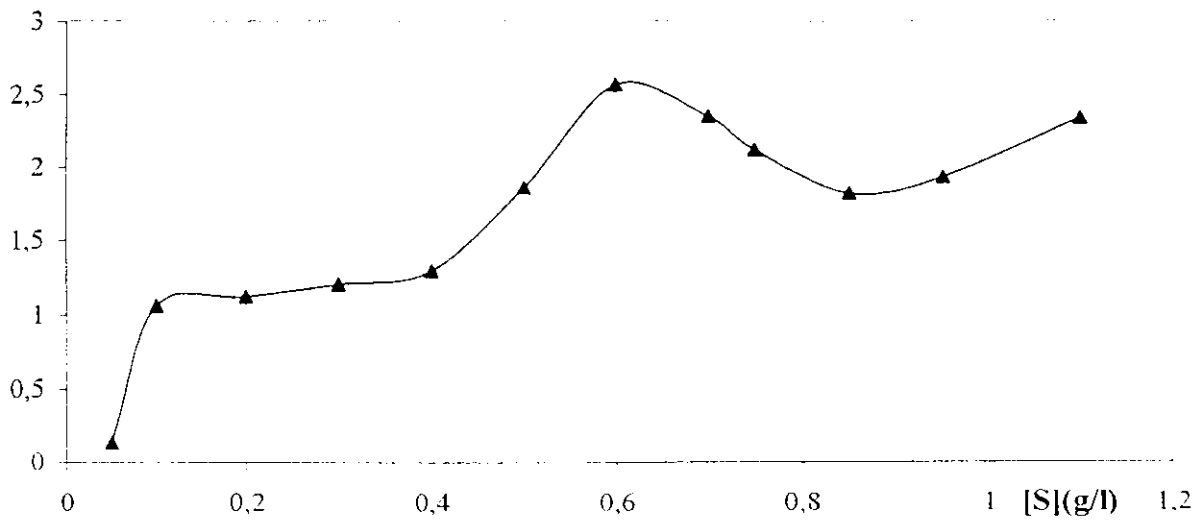


Figure I.6 : Turbidité en fonction de la [S].

**AGENT DE SURFACE
PREPARATION D'UNE EMULSION
ETUDE DE SES PROPRIETES
EVALUATION DU POUVOIR EMULSIFIANT**

1.OBJET

La présente norme expérimentale a pour objet :

- De fixer les conditions expérimentales pour la préparation des émulsions en utilisant des agents de surface :
- De décrire les méthodes permettant d'étudier leurs propriétés (stabilité, viscosité, pH, etc.).
- De permettre l'évaluation du pouvoir émulsifiant des agents de surface :

Elle décrit en outre en annexe une méthode simple et rapide qui peut se substituer à celle de chapitre 6 lorsque l'on a à préparer simultanément une série d'émulsions. Elle permet alors de comparer, en une seule opération divers émulsifiants ou de déterminer le teneur à utiliser en agent émulsifiant donné.

2. DOMAINE D'APPLICATION

La présente norme expérimentale s'applique à toute émulsion faisant intervenir l'eau, un ou plusieurs agent de surface et un ou plusieurs liquides non miscibles à l'eau, sous réserve qu'elle possède les propriétés rhéologiques d'un liquide dans le domaine de température où elle est étudiée.

3.REFERENCES

NF T 51-053 " Dispersion aqueuses des polymères et copolymères-Essai de stabilité à des tendances de gel à -10°C de dégel "

NF T 51-211 "Matières plastiques – polymères à l'état liquide ou en émulsion ou dispersion- Détermination de la viscosité au moyen d'un viscosimètre rotatif à gradient de vitesse de cisaillement défini"

NF T 73-000 " Agent de surface - Vocabulaire "

NF T 73-255 " Agent de surface –Examen du pH"

NF T 73-408 " Agent de surface – Eau employée comme solvant pour les essais "

NF T 90-003 "Essais des eaux- Mesure de la dureté au réactif complexant"

NF T 90-031 " Essais des eaux- Détermination de la résistivité ou de la conductivité électrique "

4. PRINCIPE GENERAL

Préparation d'une émulsion par agitation mécanique, et détermination de type de cette émulsion par conductimétrie ; puis étude, dans des conditions données, de ces propriétés : stabilité, viscosité, pH, etc.

Examens des résultats ainsi obtenus avec différentes émulsions correspondant à des concentrations différentes en agents de surface et évaluation de pouvoir émulsifiant de ce dernier.

5. PREPARATION DE L'EMULSION

5.1 PINCIPE

Mélange par agitation mécanique de la phase contenant l'émulsifiant avec l'autre phase.

5.2 REACTIFS

5.2.1 Phase aqueuse ou *H*

Les caractéristiques chimiques et physiques telles que : dureté, conductivité, pH, tension superficielle, ... Doivent être confirmées ou déterminées selon les normes **NF T 90-003** et **NF T 73-408**.

5.2.2 Phase huileuse ou *L*

Les caractéristiques : nature, masse volumique, viscosité, point de fusion, etc., doivent être définie ou déterminées.

5.2.3 Emulsifiant

La nature chimique, la composition et les autres caractéristiques de l'agent de surface soumis à l'essai doivent être définie

5.2.4 Additif

Tout additif à l'un des composant précédents doit être mentionné avec les propriétés qu'il confère à l'émulsion ainsi que ses caractéristiques principales : nature, solubilité, concentration, etc

5.3 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire et notamment :

5.3.1 Eprouvette graduées, 1 l, **NF B 35 - 302**, munie d'un joint conique rodé

5.3.2 Bêcher, forme basse, 1 000, **NF B 35 - 001**.

5.3.3 Agitateur à cadre en acier inoxydable ou laiton de dimensions définies

5.3.4 Moteur électrique à vitesse contrôlable 100 à 500 tr/ min

5.4 MODE OPERATION

REMARQUE : Le mode opération préconisé ne convient que pour la préparation d'émulsions qui se font à partir de phases se trouvant à la même température. Si celle-ci ne sont pas à la température ambiante, le retour à la température ordinaire devra se faire dans des conditions Particulières et progressives qu'il faudra préciser.

5.4.1 Préparation des phases avant mise en émulsion

5.4.1.1 Mise en œuvre :

Dissoudre dans la phase *L* (ou dans la phase *H*) une quantité déterminée d'émulsifiant (voir note 2). Eventuelle, dissoudre le ou les additifs dans la ou les phases appropriées.

5.4.1.2 Observation de la stabilité des phases :

Laisser reposer les solutions préparées et observe leur stabilité, après un temps choisi suivant les impératifs d'emploi. Tout solution faisant apparaître un dépôt, un dégagement gazeux ou tout autre phénomène prouvant un changement d'état ne pourra être utilisée pour réaliser l'émulsion.

5.4.2 Mode d'obtention d'une émulsion

En vue de préparer 500 ml d'émulsion :

- Vérifier d'abord que les deux phases à émulsionner sont chacun à la température ambiante ($23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$). D'autre température peuvent être choisie suivant les impératifs d'emploi mais devront précisées dans le procès - verbal d'essai.
- Placer l'agitateur au centre et à 2-3 min du fond du bécher et verser l'une des deux phases (voir note 2) puis mettre en marche l'agitateur à (250 ± 20) tr/min.
- Ajouter en 2 min environ la seconde phase, au centre du bécher.
- Après l'introduction complète, poursuivre l'agitation pendant 3 minutes.
- Verser doucement l'émulsion ainsi réalisée dans les éprouvettes propres et seches ; boucher les éprouvettes pour éviter tout évaporation, laisser reposer à température ambiante (23 ± 2) °C ou toute autre température préalablement définie.

NOTE 1 : La qualité des émulsions peut dépendre des conditions de mise en œuvre et notamment de l'énergie apportée (type d'agitateur, vitesse, durée d'agitation), de l'ordre et de la vitesse d'introduction des phases l'une dans l'autre, de la nature des phases dans lesquelles sont dissous l'émulsifiante et les additifs éventuels, de la teneur en émulsifiant.

En conséquence, si d'autre modalité que celle décrites ci- dessus sont utilisées, chacun de ces points du mode opération devra alors être parfaitement définie et précise dans le procès- verbal d'essai.

NOTE 2 : Il sera préférable en générale de dissoudre l'émulsifiant dans la phase que l'on désire disperser, et d'introduire cette phase dans l'autre phase.

6. ETUDE DES PROPRIETES D'UNE EMULSION

6.1 Détermination Du Type De L'Emulsion

Effectuer la mesure de la conductivité électrique, exprimée en siemens par mètre, de l'émulsion et celle de la phase aqueuse selon la méthode décrite dans la norme **NFT 90-031**.
L'émulsion de type L/H est plus conductrice que la phase aqueuse tandis que celle de type H/L l'est moins.

6.2. Etude La Stabilité Intrinsèque De L'émulsion

6.2.1. Observation macroscopique à température ambiante

Observer à des intervalles de temps déterminés l'aspect de l'émulsion. Cette observation sera faite latéralement et en surface.

6.2.2 Réhomogénéisation

Pour examiner le pouvoir de réhomogénéisation, retourner l'éprouvette trois fois puis refaire l'observation à des intervalles de temps identiques à ceux choisis précédemment.

Les observations macroscopiques doivent être faites comme pour l'émulsion de départ.

6.3. Etude D'Autres Stabilité Des Emulsions

6.3.1 Stabilité au stockage

On pourra faire les observations de stabilité au stockage à des températures différentes de la température ambiante- par exemple 0°C et 40°C.-

6.3.2 Stabilité à la centrifugation

6.3.2.1 Appareillage

6.3.2.1.1 Centrifugeur pouvant atteindre une accélération de 15 000 ms⁻² suivant les cas .

L'accélération γ exprimée en mètres par seconde carrée est donnée par la formule

$$\gamma = N^2.R \text{ ou :}$$

N est la vitesse de rotation en milliers de tours par minute.

R est le rayon de giration en centimètres, mesuré de l'axe du centrifugeur au fond du tube à centrifuger en position horizontale.

6.3.2.2 Mode opératoire

Faire subir à un volume contenu de l'émulsion introduit dans les tubes à centrifuger une centrifugation correspondant à une accélération de 15 000m.s⁻² pendant 10minutes (jusqu'à

1 heure suivant les exigences particulières). Vérifier en fin de centrifugation que la température de l'émulsion n'a pas dépassé 30°C.

Faire les observations macroscopiques, en notant les sens et le volume des modifications subies par l'émulsion centrifugée.

NOTE : Une accélération différente peut être utilisée. Elle sera indiquée au procès verbal d'essai.

6.3.3 Viscosité de l'émulsion

6.3.3.1 Appareillage

6.3.3.1.1 Viscosimètre rotatifs ou autres spécifications définies.

6.3.3.1.2 Mode opératoire

Effectuer la mesure de la viscosité à une température maintenue constante de $(23 \pm 0.1^\circ\text{C})$ (ou toute autre température fixée par le procès-verbal d'essai), selon par exemple la méthode décrite dans la norme NF T 51-211.

Respecter scrupuleusement les indications fournies par le constructeur du viscosimètre employé et veiller particulièrement à ne pas provoquer de rupture de l'émulsion au contact des parois du viscosimètre.

6.3.4. Observations microscopiques

6.3.4.1 Appareillage :

6.3.4.1.1 - Microscope grossissement 500 X.

6.3.4.1.2 - Oculaire micrométrique.

6.3.4.1.3 - Cellule à numération.

6.3.4.2. Mode opératoire

6.3.4.2.1 Prise d'essai

20 minutes après la préparation de l'émulsion, effectuer un prélèvement d'une goutte d'émulsion à l'aide d'une pipette. Dans le cas d'émulsion ayant une concentration en phase lipophile supérieure à 10%, il est nécessaire d'effectuer une dilution pour ramener la concentration à 5 ou 10%.

6.3.4.2.2 Examen microscopique

Effectuer l'examen microscopique dans un temps maximum de 5 mn avec le microscope (3.4.4.1.1) et observer l'aspect général de l'émulsion, la dimension moyenne et extrême des globules et toute tendance à l'agglomération.

6.3.5. Stabilité aux cycles chaud et froid

Effectuer l'essai de stabilité selon la méthode décrite dans la norme NF T 516-053.

EXPERIMENTALE

Mettre en place l'émulsion dans une chambre froide à -10°C pendant 16h puis à la température ambiante (23°C) pendant 8heure. Vérifier en suite l'état de l'émulsion et noter les modifications survenues. S'il n'y en pas, répéter le cycle gel - dégel jusqu'à modification ou au moins 5 fois au total. La stabilité de l'émulsion à des alternances gel-dégel est exprimée par le nombre de cycles de gel- dégel qu'elle a supporté sans modifications apparentes (rupture, coalescence, crémage ou séparation).

7. Evaluation Du Pouvoir Emulsifiants

Préparer des émulsions correspondant à des concentrations différentes en agents de surface. Etudier ces émulsions et déterminer celle d'entre elles qui présente des propriétés optimales relativement à l'objectif poursuivi.

En déduire la concentration optimale en agents de surface : noter cette concentration exprimée en grammes par rapport à 100ml d'émulsion comme caractérisant le pouvoir émulsifiant.

ANNEXE III

Tableau III.1 : Stabilité Electrique(V) en fonction de la [P], H/E = 90/10.

[P] en g/l	A	B	C	D
1	136	156	112	125
3	149	189	125	132
5	153	195	98	124
7	169	192	85	122
12	188	206	73	132
14	190	211	72	137

Tableau III.2 : Stabilité Electrique (V) en fonction de la [S], H/E = 90/10.

[S] en g/l	A	B	C	D
1	190	180	178	200
3	250	220	193	188
5	270	250	167	220
8	300	290	153	232
18	306	302	111	270
22	380	320	97	282

Tableau III.3 : Pourcentage d'émulsification en fonction de la [P,S], H/E = 90/10.

N° d'essais	[P , S] en g/l	A	B	C	D
1	(1 , 1)	12.4	18.3	10.3	12.1
2	(3 , 3)	15.3	12.8	20.7	11.4
3	(5 , 5)	15.3	13.8	10.2	12.1
4	(6 , 8)	13.7	28.7	16.7	5.8
5	(8 , 6)	23.6	15.8	15.1	7.5
6	(12 , 8)	10.3	14.9	16.2	5.5
7	(12 , 18)	13.3	5.3	-	1.8
8	(14 , 22)	16.1	13.6	-	7.0

Tableau III.4 : Résultats de test de la résistance à la centrifugation en fonction de la [P,S], H/E = 90/10.

HE en (mm)	A [P, S] en g/l			
	(3 , 3)	(5 , 5)	(12 , 18)	(14 , 22)
Huile	28	24	34	11
EAU	-	-	-	-
TOTAL	52	62	71	52
% d'émulsion	46.1	61.3	52.1	78.8

Tableau III.5: Résultats de test de la résistance à la centrifugation en fonction [P,S], H/E = 90/10.

HE en (mm)	B [P, S] en g/l			
	(3 , 3)	(5 , 5)	(12 , 18)	(14 , 22)
Huile	42	13	38	15
EAU	-	-	-	-
TOTAL	72	52	64	52
% d'émulsion	41.6	75.0	40.6	71.1

Tableau III.6: Résultats de test de la résistance à la centrifugation en fonction [P,S], H/E = 90/10.

HE en (mm)	C [P, S] en g/l			
	(3 , 3)	(5 , 5)	(12 , 18)	(14 , 22)
Huile	40	38	-	-
EAU	4	-	-	-
TOTAL	75	80	-	-
% d'émulsion	41.3	52.5	indéterminé	indéterminé

Tableau III.7 : Résultats de tes de la résistance à la centrifugation en fonction [P,S], H/E = 90/10.

HE en (mm)	D [P, S] en g/l			
	(3 , 3)	(5 , 5)	(12 , 18)	(14 , 22)
Huile	19	8	32	28
EAU	4	25	17	25
TOTAL	54	45	51	60
% d'émulsion	57.4	26.7	3.9	11.7

Tableau III.8: Pourcentage d'émulsification en fonction de [P, S], H/E =80/20.

[P, S] en g/l	Pourcentage d'émulsification			
	A	B	C	D
(1, 1)	33.0	37.0	17.1	20.1
(2, 2)	26.7	36.0	27.4	21.7
(3, 3)	31.3	36.3	21.0	26.7
(4, 4)	30.6	38.3	22.7	43.6
(5, 5)	42.0	46.8	23.3	33.7
(7, 7)	38.1	47.3	28.0	41.1
(9, 9)	33.3	40.0	28.4	30.0

ANNEXE IV

➤ Le groupe A

Tableau IV.1 : Variation de la VA, VP, YV et de la SE en fonction du volume d'eau douce ajoutée, [P,S] = [5,5] g/l.

volume d'eau ajouté (ml)	% d'eau ajoutée	C ₃₀₀ s ⁻¹	C ₆₀₀ s ⁻¹	VA (cP)	VP (cP)	YV (cP)	SE (V)
0	0	3	6	3	3	0	2000
7	1,9	3	7	3,5	4	-0,5	1224
14	3,7	3,5	7	3,5	3,5	0	525
21	5,5	3,5	7,5	3,75	4	-0,25	375
28	7,2	4	8	4	4	0	287
35	8,9	4	8	4	4	0	245
42	10,4	5	9	4,5	4	0,5	198
49	12,0	5	10	5	5	0	190
56	13,5	5	10	5	5	0	169
63	14,9	5	10,5	5,25	5,5	-0,25	160
70	16,3	6	11	5,5	5	0,5	141
80	18,2	6	12	6	6	0	126
90	20,0	7	13	6,5	6	0,5	112
100	21,7	7	14	7	7	0	106
120	25,0	8	15	7,5	7	0,5	96
140	28,0	9	17	8,5	8	0,5	96
160	30,8	10	19	9,5	9	0,5	85
180	33,3	11	22	11	11	0	85
200	35,7	13	24	12	11	1	85
220	37,9	14	26	13	12	1	79
240	40,0	15	28	14	13	1	68
260	41,9	17	30,5	15,25	13,5	1,75	68
280	43,8	18	33	16,5	15	1,5	67
300	45,5	20	36	18	16	2	54
320	47,1	21	38	19	17	2	54
340	48,6	23	41,5	20,75	18,5	2,25	54
360	50,0	24	44	22	20	2	49

➤ Le groupe B

Tableau IV.2 : Variation de la VA, VP, YV et de la SE en fonction du volume d'eau douce ajoutée, [P,S] = [5,5] g/l.

volume d'eau ajoutée (ml)	% d'eau ajoutée	C ₃₀₀ s ⁻¹	C ₆₀₀ s ⁻¹	VA (cP)	VP (cP)	YV (cP)	SE (V)
0	0	3	6	3	3	0	2000
1,9	7	4	7	3,5	3	0,5	672
5,5	21	4	8	4	4	0	400
7,2	28	4,5	8	4	3,5	0,5	377
8,9	35	4	8	4	4	0	324

10,4	42	4	8	4	4	0	256
12,0	49	5	9	4,5	4	0,5	250
13,5	56	5	9	4,5	4	0,5	238
14,9	63	5	10	5	5	0	215
16,3	70	5	11	5,5	6	-0,5	198
17,6	77	5	11	5,5	6	-0,5	180
18,9	84	6	11,5	5,75	5,5	0,25	175
20,2	91	6	12,5	6,25	6,5	-0,25	165
21,9	101	7	13	6,5	6	0,5	146
25,2	121	7	14	7	7	0	144
26,7	131	8	15	7,5	7	0,5	136
28,1	141	8	16	8	8	0	122
29,5	151	8	17	8,5	9	-0,5	121
30,9	161	9,5	18	9	8,5	0,5	116
32,2	171	10	19	9,5	9	0,5	112
33,5	181	12	23	11,5	11	0,5	82
34,7	191	13	25	12,5	12	0,5	82
35,8	201	14	27	13,5	13	0,5	68
40,1	241	16	30	15	14	1	62
42,0	261	17	32	16	15	1	57
43,8	281	18	34	17	16	1	54
45,5	301	19	36	18	17	1	48
47,1	321	21	39	19,5	18	1,5	45
48,6	341	23	41	20,5	18	2,5	42
50,0	360	24	44	22	20	2	37

➤ Le groupe D

Tableau IV.3 : Variation de la VA, VP, YV et de la SE en fonction du volume d'eau douce ajoutée, [P,S] = [5,5] g/l.

volume d'eau ajoutée (ml)	% d'eau ajoutée	C ₃₀₀ s ⁻¹	C ₆₀₀ s ⁻¹	VA (cP)	VP (cP)	YV (cP)	SE (V)
0	0	3	6	3	3	0	2000
7	1,9	4	7	3,5	3	0,5	825
14	3,7	4	7	3,5	3	0,5	450
21	5,5	4	8	4	4	0	411
28	7,2	4	8	4	4	0	400
35	8,9	4	8	4	4	0	300
55	13,3	5	11	5,5	6	-0,5	155
75	17,2	6	12	6	6	0	121
95	20,9	6	12	6	6	0	103
115	24,2	7	14	7	7	0	98
135	27,3	9	17	8,5	8	0,5	88
155	30,1	10	19	9,5	9	0,5	77
175	32,7	11	21	10,5	10	0,5	65
195	35,1	12	23	11,5	11	0,5	64
215	37,4	14	26	13	12	1	64

235	39,5	16	30	15	14	1	64
255	41,5	17	33	16,5	16	0,5	62
275	43,3	19	36	18	17	1	58
295	45,0	21	39	19,5	18	1,5	48
315	46,7	23	42	21	19	2	34
335	48,2	24	43	21,5	19	2,5	32
350	49,3	26	47	23,5	21	2,5	32

➤ Groupe A

Tableau IV.4 : Variation de la VA et de la VP en fonction du volume de la saumure ajoutée, [P.S]-[5.5] g/l.

% de la saumure ajoutée	C300 s ⁻¹	C600 s ⁻¹	VA (cP)	VP (cP)
0	3	6	3	3
1,43	3	7	4	3,5
4,28	4	8	4	4
7,14	5	10	5	5
10	6	12	6	6
12,86	7	15	8	7,5
15,71	7	15	8	7,5
18,57	9	18,5	9,5	9,25
21,43	10	19	9	9,5
24,28	11	22	11	11
27,14	11	21	10	10,5
30	13	26	13	13
32,86	15	28	13	13
35,71	17	31	14	15,5
38,571	19	34	15	17
41,428	20	36	16	19
44,28	23	40	17	20
47,14	25	45	20	22,5
50	27	48	21	24

Tableau IV.5 : Variation de la Stabilité Électrique en fonction du volume de la saumure ajoutée, [P.S]-[5.5] g/l.

% de la saumure ajoutée	SE (V)
0	2000
1,43	914
5	365
10	330
15	56
20	48
25	40
30	38
42,5	35
45	28
47,5	25
50	22

ANNEXE V

1. Effet de l'argile organophile

➤ Le groupe A

Tableau V.1 : Variation de la VA, VP et de la SE en fonction de la concentration de l'argile organophile, H/E=90/10.

Masse de l'argile organophile :g/l d'émulsion	C ₃₀₀ s ⁻¹	C ₆₀₀ s ⁻¹	VA (cP)	VP (cP)	SE (V)
2,86	4	9	4,5	5	102
5,71	5	10	5	5	126
8,57	6	11	5,5	5	130
11,43	7	12	6	5	140
17,14	8	13	6,5	5	160
22,86	9	15	7,5	6	254
28,57	12	19	9,5	7	540
34,28	15	24	12	9	840
40	19	28	14	9	1000
45,71	24	36	18	12	1295

➤ Le groupe B :

Tableau V.2 : Variation de la VA, VP et de la SE en fonction de la concentration de l'argile organophile, H/E=90/10.

Masse de l'argile organophile :g/l d'émulsion	C ₃₀₀ s ⁻¹	C ₆₀₀ s ⁻¹	VA (cP)	VP (cP)	SE (V)
2,86	5	10	5	5	210
5,71	6,5	12	6	5,5	350
8,57	8	14	7	6	513
11,43	11	18	9	7	740
14,28	14	21	10,5	7	954
17,14	19	28	14	9	1267
20	24	33	16,5	9	1300
22,86	30	41	20,5	11	1567
24,28	35	45	22,5	10	1665
25,71	39	49	24,5	10	1755
28,57	42	55	27,5	13	1767
30	47	61	30,5	14	1944
37,14	78	91	45,5	13	2000
42,86	99	109	54,5	10	>2000

➤ Le groupe D

Tableau V.3 : Variation de la VA, VP et de la SE en fonction de la concentration de l'argile organophile, H/E = 90/10.

Masse de l'argile organophile : g/l d'émulsion	C_{300} s^{-1}	C_{600} s^{-1}	VA (cP)	VP (cP)	SE (V)
2,86	3	6	3	3	266
5,71	4	9	4,5	5	102
8,57	5	10	5	5	105
11,43	6	11	5,5	5	145
14,28	6	11	5,5	5	130
17,14	6	12	6	6	194
22,86	7	13	6,5	6	210
28,57	7	13	6,5	6	215
34,28	8	14	7	6	300
51,43	12	20	10	8	617

2. Effet du réducteur de filtrat

➤ Le groupe A

Tableau V.4 : Variation de la VA, VP et de la SE en fonction de la concentration du réducteur de filtrat, H/E = 90/10.

Masse de réducteur de filtrat en g/l d'émulsion	C_{300} s^{-1}	C_{600} s^{-1}	VA (cP)	VP (cP)	SE (V)
2,86	3	7	3,5	4	420
5,71	3,5	7	3,5	3,5	290
8,57	4	7	3,5	3	290
11,43	3	7	3,5	4	200
14,28	3	7	3,5	4	200
17,14	3	7	3,5	4	200
28,57	3	7	3,5	4	210

➤ Le groupe B

Tableau 5 : Variation de la VA, VP et SE en fonction de la concentration du réducteur de filtrat.
H/E = 90/10

Masse de réducteur de filtrat en g/l d'émulsion	C ₃₀₀ s ⁻¹	C ₆₀₀ s ⁻¹	VA (cP)	VP (cP)	SE (V)
2,86	4	8	4	4	230
5,71	4	8	4	4	286
8,57	4	8	4	4	190
11,43	4	8	4	4	177
14,28	4	8	4	4	147
17,142	4	8	4	4	142
22,86	4	8,5	4,25	4,5	140
28,57	4,5	9	4,5	4,5	136
34,28	5	9	4,5	4,5	136
40	5	9	4,5	4,5	130
48,57	5	10	5	4,5	131

➤ Le groupe D

Tableau 6 : Variation de la VA, VP et de la SE en fonction de la concentration du réducteur de filtrat.
H/E = 90/10

Masse de réducteur de filtrat en g/l d'émulsion	C ₃₀₀ s ⁻¹	C ₆₀₀ s ⁻¹	VA (cP)	VP (cP)	SE (V)
2,86	3,5	8	4	4,5	106
5,71	4	8	4	4	142
8,57	4	8	4	4	160
11,43	4	8	4	4	160
14,28	4	8	4	4	160
17,14	4	8	4	4	160