



HAL
open science

Mesure de propriétés monophasiques de milieux poreux peu perméables par voie instationnaire

Sandra Profice

► **To cite this version:**

Sandra Profice. Mesure de propriétés monophasiques de milieux poreux peu perméables par voie instationnaire. Géologie appliquée. Université de Bordeaux, 2014. Français. NNT : 2014BORD0142 . tel-01127347

HAL Id: tel-01127347

<https://theses.hal.science/tel-01127347>

Submitted on 7 Mar 2015

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THÈSE PRÉSENTÉE
POUR OBTENIR LE GRADE DE
DOCTEUR DE
L'UNIVERSITÉ DE BORDEAUX

ÉCOLE DOCTORALE DES SCIENCES PHYSIQUES DE L'INGÉNIEUR
SPÉCIALITÉ : MÉCANIQUE ET INGÉNIERIE

Par Sandra PROFICE

**Mesure de propriétés monophasiques de milieux poreux
peu perméables par voie instationnaire**

Sous la direction de : Didier LASSEUX
(co-directeur : Gérald HAMON)

Soutenue le 07 Mars 2014

Membres du jury :

M. Michel BUES
M. Benoît GOYEAU
M. Christian GEINDREAU
M. Yves JANNOT
M. Didier LASSEUX
M. Gérald HAMON

Professeur des Universités, ENSG (Nancy)
Professeur des Universités, Ecole Centrale (Paris)
Professeur des Universités, INP (Grenoble)
Ingénieur de Recherche CNRS, LEMTA (Nancy)
Chargé de Recherche CNRS, I2M (Bordeaux)
Ingénieur TOTAL, CSTJF (Pau)

Président
Rapporteur
Rapporteur
Examineur
Examineur
Examineur

Titre : Mesure de propriétés monophasiques de milieux poreux peu perméables par voie instationnaire

Résumé :

Parmi la multitude des données pétrophysiques utilisées pour décrire une formation géologique, certaines permettent spécifiquement d'en prédire la capacité de production, à savoir: la porosité, la perméabilité intrinsèque et le coefficient de Klinkenberg. Dans le cas particulier des gas shales, ces trois propriétés essentielles sont extrêmement difficiles à mesurer précisément, compte tenu de la complexité de ces roches. Cette thèse s'inscrit dans la continuité de travaux menés au laboratoire I2M-département TREFLE, sur l'analyse et l'amélioration de la méthode Pulse Decay, qui constitue la méthode de mesure transitoire classiquement utilisée dans l'industrie pétrolière pour identifier une ou plusieurs des propriétés d'intérêt. Les multiples points faibles de la méthode Pulse Decay sont ici présentés, de même que les points forts de la nouvelle méthode issue du perfectionnement de la méthode Pulse Decay, à savoir la méthode Step Decay, développée au laboratoire I2M et brevetée en partenariat avec TOTAL. Plus précisément, les performances de la méthode Step Decay sont ici étudiées aussi bien numériquement qu'expérimentalement, en condition homogène, comme en condition hétérogène. Ce manuscrit fournit également les résultats d'une analyse portant sur la méthode Pulse Decay sur broyat, qui forme une alternative possible à la méthode Pulse Decay sur carotte mais dont la fiabilité est fortement remise en question.

Mots clés :

Milieu poreux, milieu homogène et hétérogène, mesure de perméabilité et de porosité, effet Klinkenberg, méthode transitoire, mesure sur carotte et sur broyat

Title : Transient methods to determine one-phase flow properties of poorly permeable porous media

Abstract :

Among the multitude of petrophysical data used to describe a geological formation, some of them allow specifically to predict the production capacity, namely: the porosity, the intrinsic permeability and the Klinkenberg coefficient. In the particular case of gas shales, these three essential properties are extremely difficult to measure precisely, because of the complexity of these rocks. This thesis is the continuity of works led in I2M laboratory-TREFLE department, on the analysis and the improvement of the Pulse Decay method, which is the classical transient method of measurement used in the oil&gas industry to identify one or several of the properties of interest. The numerous weaknesses of the Pulse Decay method are here presented, as the strengths of the new method derived from the improvement of the Pulse Decay method, namely the Step Decay method, developed in I2M laboratory and patented in partnership with TOTAL. More exactly, the performances of the Step Decay method are here studied numerically as well as experimentally, in homogeneous condition, as in heterogeneous condition. This manuscript provides also the results of

an analysis dealing with the Pulse Decay method on cuttings, which forms a possible alternative to the Pulse Decay method on plug but which reliability is highly questioned.

Keywords :

Porous medium, homogeneous and heterogeneous medium, permeability and porosity measurement, Klinkenberg effect, transient method, measurement on plug and on cuttings

Institut de Mécanique et d'Ingénierie (I2M)

Département TREFLE

Esplanade des Arts et Métiers

33405 Talence Cedex

A mon grand-père
A ma famille
A Guillaume

Remerciements

Mes premiers remerciements vont au laboratoire I2M-département TREFLE, au sein duquel a été réalisée cette thèse, à la société TOTAL, qui l'a financée, ainsi qu'à mes directeurs de thèse : Didier LASSEUX et Gérard HAMON, qui m'ont fait confiance et m'ont énormément appris au cours de ces trois années de recherche.

Je remercie également Benoît GOYEAU et Christian GEINDREAU pour avoir rapporté ma thèse, Michel BUES pour avoir présidé le jury de ma thèse ainsi qu'Yves JANNOT pour avoir été membre du jury et surtout la personne m'ayant inculqué le goût de la mécanique des fluides en milieu poreux.

Je remercie chaleureusement tous les permanents du laboratoire I2M qui ont non seulement rendu mon séjour au TREFLE extrêmement agréable mais aussi encouragée et soutenue tout au long de la thèse : Audrey, Marian, Muriel, Sylviane, Sandrine, Alain, Jean, Emilie, Jean-François, Jean-Rodolphe, Yannick, Azita, Raphaël et Henri.

Je remercie avec tendresse et une pointe de nostalgie tous les thésards et amis du TREFLE rencontrés durant la thèse. Merci Franck pour m'avoir si souvent prêté tes bras musclés pour m'aider à manipuler. Merci Baptiste pour ton humour délirant et ta générosité. Merci Flavio pour tous ces fous rires et tes pas de samba. Merci Manik pour ta gentillesse, tes leçons d'anglais et tes superbes photos. Je doute que la Francky Family puisse être un jour réunie au grand complet mais une chose est sûre, vous resterez toujours dans mes pensées. Merci Essam pour avoir été la première personne à me faire découvrir Bordeaux, cette ville que tu apprécies tant. Merci Nisrine pour t'être occupée de moi et avoir été à la fois mon amie et ma confidente. C'est à chaque fois avec le sourire aux lèvres que je repense à tous ces excellents moments passés dans mon premier bureau avec toi, Toufik et Jianfeng. Merci Cécile pour ta bonne humeur à toute épreuve, ta présence et ta disponibilité. Merci Elvire pour ta gaieté et tes bons petits plats. Merci Vlad pour tes blagues et ton succulent guacamole à chaque pot de thèse. Merci Malick pour tes nombreux conseils avisés. Merci Mario pour nos footings dans Bordeaux et ces enrichissantes discussions autour d'une assiette de pâtes ou de sushis. Merci Merhez, Xavi et Minh-Tan pour toute l'attention et toute la sympathie que vous m'avez témoignées. Je vous en suis reconnaissante et je regrette que nous n'ayons pas pu passer davantage de temps ensemble. Merci Antonio pour ton style inimitable. Tu me laisses des souvenirs très drôles, que ce soit au bowling ou en soirée. Merci Marie et Alex pour votre aide de dernière minute, qui m'a été si précieuse. Sans vous, je n'aurais jamais réussi à finaliser correctement mon manuscrit sous Lyx. Enfin, merci Andrea, Carolina, Manu, Clément, Arnaud, Serge, Vanessa, Stéphanie, Jose Luis, Rania, Fouzia, Youssef, Mehdi, Ernesto, Claudia, Marta, Maimouna et Tan pour les instants partagés en votre compagnie au TREFLE. Je ne vous oublierai pas.

Mes derniers remerciements, ceux qui me tiennent le plus à coeur, sont adressés à mes parents et à Guillaume. Papa, Maman, vous avez toujours été derrière moi, quels que soient mes choix. Sans vous, je n'en serais pas là ou j'en suis aujourd'hui. Je suis fier de mon travail de thèse et c'est avant tout à vous que je le dois. Un immense merci à vous deux. Quant à toi, Guillaume, tu as été ma plus grande force durant la thèse, à la fois : une oreille à l'écoute, une voix réconfortante, une source inépuisable de motivation, un solide soutien dans les moments de doute et de difficulté. Il n'y a pas de mot suffisamment fort pour t'exprimer toute ma gratitude.

Résumé

Dans un contexte de prix élevés de l'énergie, des solutions alternatives aux énergies traditionnelles en déclin émergent progressivement. Parmi elles, les gaz non conventionnels (tight gas, coalbed methane, shale gas et gas hydrates) sont en passe de jouer un rôle prépondérant dans l'approvisionnement énergétique mondial, en raison de l'importance de leurs réserves dans de nombreuses régions. Le volume des ressources en gaz non conventionnels est aujourd'hui estimé à 380000 *milliards* de mètres cubes, soit environ 50 % des ressources gazières mondiales : ce sont les gas shales (ou gaz de schistes en français) qui concentrent la plus grosse part de ce potentiel.

Parmi la multitude des données pétrophysiques utilisées pour décrire une formation géologique, certaines permettent spécifiquement d'en prédire la capacité de production, à savoir : la porosité, qui permet de quantifier la réserve en gaz disponible, et la perméabilité intrinsèque, qui permet, quant à elle, d'estimer le débit de production. Dans le cadre de cette thèse, nous avons jugé indispensable de compléter cette liste des propriétés requises pour la caractérisation du potentiel économique d'une formation par le coefficient de Klinkenberg, qui permet l'estimation du débit de production du réservoir sur toute sa durée de vie, autrement dit sur toute la gamme de valeurs prises par la pression de pore au cours de la phase de déplétion. Dans le cas particulier des gas shales, ces trois propriétés essentielles sont extrêmement difficiles à mesurer précisément, compte tenu de la complexité de ces roches.

Cette thèse s'inscrit dans la continuité de travaux menés au laboratoire I2M-département TREFLE, sur l'analyse et l'amélioration de la méthode Pulse Decay, qui constitue la méthode de mesure transitoire classiquement utilisée dans l'industrie pétrolière pour identifier une ou plusieurs des propriétés d'intérêt. Les multiples points faibles de la méthode Pulse Decay sont ici présentés, de même que les points forts de la nouvelle méthode issue du perfectionnement de la méthode Pulse Decay, à savoir la méthode Step Decay, développée au laboratoire I2M et brevetée en partenariat avec TOTAL. Plus précisément, les performances de la méthode Step Decay sont ici étudiées aussi bien numériquement qu'expérimentalement, en condition homogène, comme en condition hétérogène. Ce manuscrit fournit également les résultats d'une analyse portant sur la méthode Pulse Decay sur broyat, qui forme une alternative possible à la méthode Pulse Decay sur carotte mais dont la fiabilité est fortement remise en question.

Mots-clés : Milieu poreux, milieu homogène et hétérogène, mesure de perméabilité, mesure de porosité, effet Klinkenberg, méthode transitoire, mesure sur carotte, mesure sur broyat

Abstract

Transient methods to determine one-phase flow properties of poorly permeable porous media

In a context of high prices of energy, alternative solutions to declining traditional energies are progressively emerging. Among them, unconventional gas (tight gas, coalbed methane, shale gas and gas hydrates) are going to play a central role in worldwide energy supply, due to the large amounts of their reserves in various regions. The volume of unconventional gas resources are today estimated to 380000 *billions* of cubic meters, *i.e.* around 50 % of worldwide gas resources : gas shales concentrate the major part of this potential.

Among the multitude of petrophysical data used to describe a geological formation, some of them allow specifically to predict the production capacity, namely : the porosity, which allows to quantify the available gas reserve, and the intrinsic permeability, which allows to estimate the production rate. Within the context of this thesis, we found necessary to complete this list of properties required for the characterization of the economical potential of a formation with the Klinkenberg coefficient, which allows to estimate the production rate of the reservoir over its whole lifetime, in other words over the whole range of values taken by the pore pressure during the depletion phase. In the particular case of gas shales, these three essential properties are extremely difficult to measure precisely, because of the complexity of these rocks.

This thesis is the continuity of works led in I2M laboratory-TREFLE department, on the analysis and the improvement of the Pulse Decay method, which is the classical transient method of measurement used in the oil&gas industry to identify one or several of the properties of interest. The numerous weaknesses of the Pulse Decay method are here presented, as the strengths of the new method derived from the improvement of the Pulse Decay method, namely the Step Decay method, developed in I2M laboratory and patented in partnership with TOTAL. More exactly, the performances of the Step Decay method are here studied numerically as well as experimentally, in homogeneous condition, as in heterogeneous condition. This manuscript provides also the results of an analysis dealing with the Pulse Decay method on cuttings, which forms a possible alternative to the Pulse Decay method on plug but which reliability is highly questioned.

Key-words : Porous medium, homogeneous and heterogeneous medium, permeability measurement, porosity measurement, Klinkenberg effect, transient method, measurement on plug, measurement on cuttings

Table des matières

1	Introduction	11
1.1	Caractéristiques des gas shales	11
1.2	Effets de paroi pour les écoulements de gaz	14
1.3	Méthodes de mesure de la porosité	17
1.4	Méthodes de mesure de la perméabilité	19
1.4.1	Méthodes de mesure de la perméabilité sur carotte	19
1.4.2	Méthode de mesure de la perméabilité sur broyat	20
1.5	Plan de la thèse	21
2	Méthodes Pulse Decay et Step Decay sur carotte homogène	23
2.1	Performances de la méthode Pulse Decay	23
2.1.1	Principe de la méthode	23
2.1.2	Bibliographie	24
2.1.3	Modèle physique	29
2.1.3.1	Hypothèses de validité du modèle	29
2.1.3.2	Equations continues	31
2.1.4	Modèle numérique	32
2.1.4.1	Méthode de discrétisation	32
2.1.5	Points faibles de la méthode	33
2.1.5.1	Procédures de simulation directe et inverse	33
2.1.5.2	Rappels	35
2.1.5.3	Paramètres influant sur les estimations de k_l , b et ϕ	35
2.1.5.4	Impact sur les estimations de k_l et b d'un biais sur $P_{e,0}$, ϕ ou V_e	38
2.2	Performances de la méthode Step Decay	39
2.2.1	Spécificités des modèles physique et numérique	39
2.2.2	Points forts de la méthode	39
2.2.3	Validation numérique de la méthode	44
2.2.4	Validation expérimentale de la méthode	46
2.2.4.1	Dispositifs et protocoles Step Decay	46
2.2.4.2	Résultats des tests Step Decay	48
2.2.4.3	Résultats des tests Step Decay et des tests traditionnels	50
3	Méthode Step Decay sur carotte hétérogène	55
3.1	Problème Step Decay sur carotte hétérogène	55
3.1.1	Bibliographie	55

3.1.2	Modèle physique	57
3.1.2.1	Système physique	57
3.1.2.2	Hypothèses de validité du modèle	58
3.1.2.3	Equations continues	58
3.1.3	Modèle numérique	59
3.1.3.1	Méthode de discrétisation	60
3.1.3.2	Procédure de simulation directe	62
3.2	Éléments de diagnostic de l'hétérogénéité	63
3.2.1	Résultats des simulations numériques directes	63
3.2.1.1	Système considéré	63
3.2.1.2	Phases de propagation du gaz	64
3.2.1.3	Impact d'une hétérogénéité sur les signaux de pression	66
3.2.2	Premier élément de diagnostic	67
3.2.2.1	Principe du diagnostic	67
3.2.2.2	Validation expérimentale de l'élément de diagnostic	68
3.2.3	Second élément de diagnostic	69
3.2.3.1	Homogène équivalent dans le cas stationnaire	69
3.2.3.2	Homogène équivalent dans le cas instationnaire	74
3.2.3.3	Propriétés de l'homogène équivalent dans le cas instationnaire	76
3.3	Méthodes d'estimation des contrastes de propriété	80
3.3.1	Modèle continu adimensionnel et paramètres associés	80
3.3.2	Méthode d'estimation graphique de $k_{l,2}/k_{l,1}$ pour une carotte fissurée	81
3.3.3	Méthode d'estimation numérique de $\eta_1, k_{l,2}/k_{l,1}, b_2/b_1, b_1/P_{e,max}, \phi_2/\phi_1$ et $V_{p,1}/V_e$	82
4	Méthode Pulse Decay sur broyat	85
4.1	Performances de la méthode	85
4.1.1	Principe de la méthode	85
4.1.2	Bibliographie	85
4.1.3	Modèle physique	87
4.1.3.1	Hypothèses de validité du modèle	87
4.1.3.2	Equations continues	87
4.1.4	Modèle numérique	88
4.1.4.1	Méthode de discrétisation	88
4.1.4.2	Procédures de simulation directe et inverse	89
4.1.4.3	Solution analytique dans le cas où $b = 0$ et $C_g = cte$	90
4.1.4.4	Solution analytique dans le cas où $b = 0$	91
4.1.5	Points forts et points faibles de la méthode	93
4.1.5.1	Impact de R sur la durée du test	93
4.1.5.2	Sensibilités à k_l, b et ϕ	94
4.1.5.3	Impact de la corrélation de k_l et b sur leurs estimations	96
4.2	Méthode novatrice et précision des résultats	97
4.2.1	Méthode novatrice	97
4.2.1.1	Principe de la méthode	97
4.2.1.2	Validation numérique de la méthode	99

4.2.2	Impact des caractéristiques de systèmes plus réalistes sur les estimations de k_l et b	101
4.2.2.1	Impact de la distribution du rayon de particule	102
4.2.2.2	Modèle physique intégrant l'écart à la sphéricité des particules et l'anisotropie des propriétés	105
5	Conclusion	108
5.1	Limites de la méthode Step Decay	108
5.1.1	Effets de la saturation	108
5.1.2	Effets de la pression effective	109
5.1.3	Validité du modèle de Klinkenberg	112
5.2	Conclusions et perspectives	112
	Nomenclature	116
	Bibliographie	127
	Annexes	i
A	Algorithme de Levenberg-Marquardt	ii
B	Modèle de pré-estimation de k_l et b en régime quasi-stationnaire	iv
C	Protocoles Step Decay des laboratoires I2M et TOTAL	vi
D	Impact du confinement sur les propriétés de la carotte	x
D.1	Bibliographie	x
D.2	Résultats expérimentaux	xii
E	Impact sur les estimations de k_l, b et ϕ d'un biais sur R, V_a ou V_{br}	xiv

Table des figures

1.1	Schéma de principe d'un pycnomètre	18
1.2	Schéma de principe d'un dispositif de mesure en régime stationnaire	19
2.1	Schéma de principe d'un dispositif Pulse Decay	23
2.2	Système maillé	33
2.3	Résultats de l'étude de sensibilité	36
2.4	Temps courts des enregistrements de pression et de température	37
2.5	Schéma de principe d'un dispositif Step Decay	41
2.6	Résultats de l'étude de sensibilité	43
2.7	Dispositifs Step Decay	46
2.8	Signaux expérimentaux des laboratoires I2M et TOTAL	48
2.9	Dispositif de mesure en régime stationnaire	52
2.10	PDP 200	53
2.11	Pycnomètre	53
3.1	Schéma d'un système hétérogène	58
3.2	Système maillé	60
3.3	Maille $\Omega_{i,j}$	61
3.4	Scans d'un premier échantillon de gas shale	63
3.5	Scans d'un deuxième échantillon de gas shale	63
3.6	Stratifié parallèle modélisant la carotte fissurée	64
3.7	Champs de pression	65
3.8	Impact d'une hétérogénéité sur l'allure des signaux	66
3.9	Temps courts des réponses directe et inverse	67
3.10	Diagnostic pour l'échantillon homogène	68
3.11	Diagnostic pour l'échantillon hétérogène	69
3.12	Profils de pression le long de la section droite en $x = 5.75 \text{ cm}$	71
3.13	Stratifié parallèle soumis à un test stationnaire	71
3.14	Homogène équivalent au stratifié parallèle soumis à un test stationnaire	73
3.15	Profils de pression le long de la section droite en $x = 5.75 \text{ cm}$	75
3.16	Stratifié parallèle de Chastanet <i>et al</i> [12]	76
3.17	Ecarts entre ϕ_{SD} et ϕ_{pyc} pour 14 échantillons de gas shale	79
3.18	Courbes de sensibilité de P_s à η_1 , $k_{l,2}/k_{l,1}$, b_2/b_1 , $b_1/P_{e,max}$, ϕ_2/ϕ_1 et $V_{p,1}/V_e$	83
4.1	Système maillé	88
4.2	Décroissances de pression dans le cas où $b = 0$ et $C_g = cte$	91

TABLE DES FIGURES

4.3	Décroissances de pression dans le cas où $b = 0$	92
4.4	Impact de R sur la durée de la décroissance de pression	93
4.5	Résultats de l'étude de sensibilité	95
4.6	Droites de régression issues de l'application des méthodes $MS1$ et $MS2$. . .	100
4.7	Droites de régression issues de l'application de la méthode $MS2$	104
4.8	Modèle de la particule	105
5.1	Courbe de séchage de l'échantillon de pyrophyllite	108
5.2	Signaux expérimentaux	110
5.3	Résidus obtenus pour $P_c = 70 \text{ bars}$	110
C.1	Protocoles expérimentaux Step Decay	ix
D.1	Impact de P_c sur l'estimation de k_l	xii
D.2	Impact de P_c sur l'estimation de b	xiii
D.3	Impact de P_c sur l'estimation de ϕ	xiii
E.1	Impact sur k_l d'un biais sur R , V_a ou V_{br}	xvi
E.2	Impact sur b d'un biais sur R , V_a ou V_{br}	xvii
E.3	Impact sur ϕ d'un biais sur R , V_a ou V_{br}	xviii

Chapitre 1

Introduction

Les propriétés des réservoirs de type « gas shale » ont rarement été étudiées avant les années 90, les roches caractéristiques de ces formations, historiquement qualifiées de « seal rocks » (« roches hermétiques »), ayant été jusqu'alors jugées inexploitable en raison de leur niveau de porosité très faible et de leur niveau de perméabilité 10 à 1000 fois inférieur à celui des roches constitutives des réservoirs de type « tight » [62, 29]. Les basses porosités des systèmes shale justifient que leurs capacités de stockage, autrement dit leurs teneurs en gaz naturel, soient fortement limitées et les basses perméabilités associées que leurs débits de production soient excessivement lents [71, 62]. Ces ressources, longtemps négligées, ont véritablement commencé à laisser entrevoir leur potentiel économique et donc, à susciter un intérêt considérable dans le secteur pétrolier, avec le développement de la technique de fracturation hydraulique qui permet d'accélérer grandement le débit de production du réservoir, à moindre coût [71, 29]. Par ailleurs, la remarquable abondance des shales, qui formeraient 2/3 des roches sédimentaires de la croûte terrestre, est un élément supplémentaire favorable à leur exploitation [29].

De multiples données physiques sont indispensables pour pouvoir prédire correctement la capacité de production de la formation et garantir par ailleurs une application optimale de la méthode de fracturation [71]. La perméabilité intrinsèque et la porosité font partie de la liste des paramètres critiques conditionnant le rendement du gisement [17]. Cette liste est complétée, dans le cadre des présents travaux, par le coefficient de Klinkenberg, nécessaire à l'estimation du débit de production de la formation sur sa durée de vie complète, autrement dit sur toute la gamme de valeurs prises par la pression de pore au cours de la phase de déplétion de la réserve. Un examen des caractéristiques de ces structures extrêmement complexes que représentent les gas shales est une étape incontournable en vue de mieux cerner les difficultés inhérentes à la détermination fiable et précise de leurs propriétés physiques.

1.1 Caractéristiques des gas shales

Dans leurs travaux expérimentaux datant de 1989, Luffel et Guidry [62] analysent, par des mesures de pression capillaire au mercure (cf. section 1.3), la distribution de la taille de pore de 10 échantillons provenant de la formation Devonian shale. Le rayon de gorge de pore maximal enregistré approche 100 *nm*. En utilisant la même technique, Sondergeld *et al*

[77] mettent en lumière que les rayons des gorges de pore de leurs carottes de roche Barnett shale sont compris entre 2 et 8 nm . Cet intervalle de valeurs est comparable à celui donné par Howard *et al* [33]. En effet, leurs mesures de pression capillaire sur des échantillons tirés du réservoir Frio shale exhibent des rayons de gorge de pore variant entre 5 et 15 nm . Par contre, les rayons de gorge de pore détectés par Javadpour [40], lors de mesures de pression capillaire sur 152 échantillons de type gas shale prélevés dans 9 gisements distincts (non spécifiés), rejoignent davantage ceux reportés par Luffel et Guidry, les valeurs en question croissant entre 2 et 100 nm . Si la caractérisation de la distribution de la taille de pore est opérée par résonance magnétique nucléaire (RMN), les valeurs estimées du rayon de gorge de pore sont plus élevées et dispersées que celles obtenues par porosimétrie au mercure. Après un nouvel examen de leurs Barnett shales par RMN, Sondergeld *et al* observent, par exemple, que les valeurs extrêmes bornant les rayons des gorges de pore de ces milieux passent de 2 et 8 nm à 5 et 150 nm respectivement. En résumé, compte tenu des divers résultats listés, la gamme [5 nm -100 nm] peut être considérée comme la gamme de valeurs moyennes dans laquelle évoluent les rayons des gorges de pore généralement rencontrées dans les gas shales.

Dans ce même article paru en 1989, Luffel et Guidry [62] mentionnent une porosité, déterminée par pycnométrie sur carotte (cf. section 1.3), allant de 2 à 7 %, pour 121 échantillons extraits de la formation Devonian shale. Les porosités spécifiées par Kale *et al* [45], pour 796 échantillons du réservoir Barnett shale, concordent parfaitement avec celles identifiées par les précédents auteurs et ceci, bien que les mesures aient été exécutées différemment, par pycnométrie sur broyat (cf. section 1.3). Kale *et al* précisent notamment que la porosité moyenne des nombreuses carottes examinées est égale à 5.7 %, avec un écart-type associé de 2.1 %, les valeurs relevées variant globalement entre 2 et 10 %. La gamme [1 %-10 %] désigne la gamme de porosité sélectionnée pour tester les performances des multiples méthodes de mesure considérées dans le cadre de cette thèse. La pertinence de cette gamme formée de faibles valeurs de porosité est approuvée par Handwerger [29], qui soutient, par ailleurs, que la perméabilité des gas shales est comprise entre quelques dizaines et quelques centaines de nanodarcy. D'après Kwon *et al* [53], les valeurs de perméabilité trouvées en laboratoire et recensées dans la littérature pour des shales intacts, mudstones et agrégats d'argile fluctuent sur un intervalle beaucoup plus large, délimité par 0.01 nD et 100 μD , que Ning [72] vient même étendre davantage en repoussant la borne inférieure à 0.01 pD . Au domaine de porosité fixé pour guider ce travail de thèse est attaché un domaine de perméabilité plus restreint que celui signalé par Kwon *et al*, à savoir [1 nD -10 μD].

Du point de vue de leur constitution, les gas shales se caractérisent par la taille de leurs grains, ces derniers ayant un diamètre inférieur à 5 μm typiquement, et par la composition de leur matrice, dans laquelle se mélangent de la matière organique, ou kérogène, et de la matière inorganique qui comprend exclusivement des minéraux divers (quartz, feldspath, calcite, chlorite, kaolinite, smectite, illite...) et dont la proportion correspondante prédomine amplement sur celle de la matière organique [77, 73]. A titre illustratif, les résultats de mesures conduites sur 436 Barnett shales par Kale *et al* [45] indiquent que la teneur moyenne en kérogène de ces échantillons représente, pour une carotte quelconque, 4.0 % \pm 1.6 % de sa masse, les valeurs collectées se dispersant entre 1 et 7 %. Les pores de grande dimension (quelques micromètres) sont de géométrie variable, en nombre limité et concentrés essentiellement dans la matière minérale [3]. Quant aux pores de petite dimension (quelques nanomètres à quelques centaines de nanomètres), localisés majoritairement dans la matière organique, la somme de

leurs volumes respectifs forme une part prépondérante du volume de pore total du réservoir [3]. Akkutlu et Fathi [1] évoquent l'exemple d'une carotte de roche Barnett shale dont les nanopores occupent un volume proche de 42 % du volume de pore total, dans les conditions in-situ. Par conséquent, la capacité de stockage de la formation est dictée principalement par sa teneur en matière organique [77].

Dans un gisement, la ressource en gaz se partage en trois composantes, correspondant à des modes de rétention distincts [3, 39]. La première est maintenue par compression dans le volume de pore. La seconde est fixée par adsorption en surface des pores du kérogène. La dernière est piégée par dissolution dans l'eau et les hydrocarbures liquides présents dans le réseau de pores. La ressource globale est donc déduite de la somme de ces diverses composantes. Le stockage du gaz en surface du kérogène est un phénomène inexistant chez les systèmes « conventionnels », tels que les tight gas sands [78]. Les gas shales, de même que les « coal bed methane » et « gas hydrates », tirent leur qualification de systèmes « non conventionnels » de leur faible perméabilité intrinsèque tout autant que de leur tendance à adsorber du gaz [78]. De plus, pour un volume de pore fixé, la surface apte à adsorber des molécules de gaz augmente sensiblement avec la diminution de la taille de pore (ou grain) [8, 17]. Ceci justifie la capacité de sorption considérable des roches micro-/nano-poreuses que constituent les gas shales [8, 17]. Dans leurs travaux, Ambrose *et al* [3] soulignent la nécessité de considérer le volume de gaz adsorbé en surface des pores de la matière organique dans le calcul du volume de pore équivalent disponible pour le stockage du gaz libre. Négliger le volume de la part adsorbée peut conduire à surestimer grandement la fraction de la ressource effectivement productible.

Que le réservoir se classe parmi les systèmes conventionnels ou non, des hétérogénéités sont décelables à toutes les échelles [78]. Dans le cas particulier des gas shales, la composition minéralogique subit, dans la direction verticale, des modifications sur des distances voisines du mètre, comme du centimètre ou du millimètre [73]. Les fluctuations verticales de la teneur en matière organique se voient pareillement associer des échelles caractéristiques inférieures au mètre, autrement dit très courtes devant les épaisseurs de réservoir communément observées [73]. Passey *et al* [73] ajoutent que de multiples échelles, allant de quelques dizaines de millimètres à quelques milliers de mètres, sont employées pour décrire les variations systématiques, à la fois verticales et horizontales, de la distribution des roches-sources potentielles dans un gisement. A ce problème d'hétérogénéité vient se greffer un problème d'anisotropie des propriétés mécaniques, élastiques et de transport, détectable dans la direction verticale de la formation [77]. Ce dernier point est expliqué par l'orientation, dans la direction horizontale, de pores et fissures et par l'alignement, dans cette même direction, de certains minéraux argileux et plats, sous l'action de la compaction de la structure [77, 69]. Pour leurs Wilcox shales, Kwon *et al* [53] mentionnent une perméabilité intrinsèque horizontale supérieure d'un ordre de grandeur à celle verticale, les mesures ayant été exécutées à une pression effective faible de 30 *bars*. Dans des conditions comparables, ou, plus exactement, à 50 *bars* de pression effective, Metwally *et al* [69] reportent, pour trois roches de type shale retenues pour leurs compositions minéralogiques distinctes, des perméabilités intrinsèques verticales 3 à 4.5 fois inférieures à celles horizontales. Kwon *et al* [53] précisent que les perméabilités directionnelles convergent toutefois vers une même valeur à forte pression effective (supérieure à 100 – 120 *bars* pour les Wilcox shales).

1.2 Effets de paroi pour les écoulements de gaz

Comprendre la physique des écoulements de gaz se propageant dans des pores aussi petits que ceux rencontrés dans les réservoirs de type shale est d'une importance capitale pour pouvoir prédire correctement les propriétés de ces formations. Les travaux de recherche conduits sur ce sujet par Knudsen [51] en 1909 sont considérés comme fondateurs. Cet auteur doit en grande part sa renommée à sa classification des régimes d'écoulement en milieu poreux basée sur un paramètre clé, le nombre de Knudsen Kn , défini par [24] :

$$Kn = \frac{\lambda}{\mathcal{L}} \quad (1.1)$$

où λ constitue le libre parcours moyen des molécules de gaz (distance moyenne de déplacement des molécules entre deux chocs interparticulaires successifs) et \mathcal{L} la dimension caractéristique des gorges de pore (diamètre ou rayon en fonction des articles). Si $Kn \leq 0.01$, le régime d'écoulement visqueux prédomine [90], compte tenu du fait que les collisions se produisent majoritairement entre molécules voisines. La validité des équations classiques de la mécanique des fluides est assurée. La loi de Darcy notamment, établie pour un écoulement laminaire et de vitesse nulle aux parois des pores, est vérifiée indépendamment de la nature du fluide (liquide ou gaz). Si $0.01 < Kn < 0.1$, le régime d'écoulement glissant s'instaure [90]. Le libre parcours moyen des molécules de gaz devient non négligeable face à la dimension caractéristique des gorges de pore [24]. Ceci explique que les molécules voient, pour des nombres de Knudsen croissants, augmenter la fréquence de leurs interactions avec les parois de la matrice et baisser simultanément celle de leurs interactions mutuelles [57]. Il en résulte la mise en place d'un phénomène de glissement des molécules aux parois, baptisé « effet Klinkenberg », qui se manifeste par la mesure d'une perméabilité aux gaz, dite perméabilité apparente, plus forte que la perméabilité aux liquides, ou perméabilité intrinsèque. La description de l'écoulement à partir des équations de la mécanique des milieux continus reste faisable mais la loi de Darcy requiert une correction, traduite dans la loi de Klinkenberg, qui rend compte de la discontinuité de vitesse en surface des pores. Si $0.1 < Kn < 10$, le régime d'écoulement transitoire s'installe [90]. Celui-ci implique des collisions molécules/parois très significatives, responsables de la superposition, sur le flux visqueux, d'un flux de nature différente (dit « flux de Knudsen ») [26]. Les modèles de la mécanique des fluides traditionnelle ne permettent pas de traiter ce transfert mixte. Si $Kn \geq 10$, le régime d'écoulement (moléculaire libre) de Knudsen s'établit [90]. Les équations relatives aux écoulements continus sont inutilisables car le transfert se produit uniquement par collision aux parois. La physique de ce genre d'écoulement est étudiée en ayant recours au formalisme de la théorie cinétique des gaz.

Klinkenberg [50] est le premier à expliquer, en 1941, les écarts entre valeurs de perméabilité apparente et perméabilité intrinsèque par le glissement des molécules de gaz en surface des pores. Son raisonnement se fonde sur certains résultats de la théorie des gaz raréfiés [52], appliqués, dans le cas présent, à l'analyse d'un système composé d'un matériau dans lequel sont répartis, de manière aléatoire, des capillaires de même diamètre. Pour cette représentation idéale du milieu poreux, Klinkenberg démontre que la perméabilité apparente k_{app} est dépendante de la perméabilité intrinsèque k_l , du coefficient de Klinkenberg b et de la pression moyenne P_{moy} :

$$k_{app} = k_l (1 + Co_1) = k_l \left(1 + \frac{b}{P_{moy}} \right) \quad (1.2)$$

Par la suite, de nombreux auteurs [31, 41, 75, 24] ont entrepris de déterminer des corrélations empiriques permettant le calcul du coefficient de Klinkenberg en fonction de la perméabilité intrinsèque ou en fonction du rapport de la perméabilité intrinsèque à la porosité.

Dans une récente publication, Fathi *et al* [21] viennent apporter de nouveaux éléments au modèle de Klinkenberg. Soit N le nombre de molécules au voisinage de la paroi du pore. Suite aux dernières collisions subies au coeur du gaz, $N/2$ molécules se meuvent vers la paroi avec une vitesse de composante non nulle dans la direction de l'écoulement. Dans le même temps, les $N/2$ molécules restantes se réintroduisent dans le gaz avec une vitesse de composante nulle dans la direction de l'écoulement, les chocs contre la paroi auxquels elles ont été soumises étant inélastiques. D'après Klinkenberg, seules les $N/2$ molécules en déplacement du fluide vers la paroi ont un effet sur le débit par leur glissement. Fathi *et al* contestent cette hypothèse dans les situations où le diamètre du capillaire est inférieur à la centaine de nanomètres environ. Dans ces conditions, ils supposent que les $N/2$ molécules ayant rebondi sur la paroi transmettent leur quantité de mouvement au fluide en masse, créant ainsi un flux moléculaire se superposant à l'écoulement du fluide en masse. Le phénomène de glissement est alors généré non seulement par les molécules en surface du capillaire mais aussi par le fluide au centre de celui-ci. Fathi *et al* proposent une version modifiée du modèle de Klinkenberg, qui intègre ce « double glissement » par le biais du terme correctif Co_2 :

$$k_{app} = k_l (1 + Co_2) = k_l \left[1 + \left(\frac{b}{P_{moy}} \right)^2 \frac{L_{KE}}{\lambda} \right] \quad (1.3)$$

L'échelle de longueur caractéristique L_{KE} est proportionnelle au rapport de l'énergie cinétique des molécules ayant percuté la paroi de la matrice à la section droite moyenne des capillaires.

Dans leurs travaux datant de 2002, Karniadakis et Beskok [48] se focalisent sur un écoulement de gaz dans un micro-canal, pour lequel ils donnent une expression rigoureuse du débit volume φ_v valable sur toute la gamme du nombre de Knudsen :

$$\varphi_v = Co_3 \frac{\pi \mathcal{L}^4 \Delta P}{8\mu L} = [1 + f(Kn) Kn] \left(1 + \frac{4Kn}{1 - cKn} \right) \frac{\pi \mathcal{L}^4 \Delta P}{8\mu L} \quad (1.4)$$

Les notations ΔP , L et μ représentent respectivement la différentielle de pression enregistrée entre les extrémités du canal, la longueur de ce dernier et la viscosité dynamique du gaz. Concernant les paramètres inconnus restants, le coefficient de glissement général c est fixé à -1 tandis que la fonction $f(Kn)$ est définie par :

$$f(Kn) = \frac{128}{15\pi^2} \tan^{-1}(4Kn^{0.4}) \quad (1.5)$$

En combinant la relation de Karniadakis et Beskok, la loi de Poiseuille et la loi de Darcy, Florence *et al* [24] trouvent pour expression de la perméabilité apparente en fonction de la perméabilité intrinsèque :

$$k_{app} = k_l Co_3 \quad (1.6)$$

Le modèle de Klinkenberg forme, en régime d'écoulement glissant, une approximation au premier ordre de celui de Florence *et al.*

Dans un article paru en 2009, Civan [14] conteste la pertinence du résultat (1.6) car les précédents auteurs ont fait usage, dans leur démonstration construite pour un milieu poreux réel, de l'expression du débit volume de Karniadakis et Beskok, trouvée pour un écoulement dans une conduite unique et droite. Il reprend donc le développement de ses prédécesseurs, en formulant le débit du gaz se propageant dans une roche composée d'un nombre NG de gorges de tortuosité τ de la manière suivante :

$$\varphi_v = \frac{NG}{\tau} C_{o_3} \frac{\pi \mathcal{L}^4 \Delta P}{8\mu L} \quad (1.7)$$

Une valeur approximative de la quantité NG est fournie par l'arrondi (à l'entier le plus proche) de la valeur du rapport :

$$NG = \frac{\phi S_{app}}{\pi \mathcal{L}^2} \quad (1.8)$$

où ϕ constitue la porosité et S_{app} la surface apparente normale à la direction de l'écoulement. En explicitant, dans la relation (1.7), la grandeur φ_v par son expression déduite de la loi de Darcy, Civan parvient à une égalité analogue à celle obtenue par Florence *et al.*, dans laquelle la perméabilité intrinsèque vérifie :

$$k_l = \frac{\phi \mathcal{L}^2}{8\tau} \quad (1.9)$$

Dans une étude menée en 2009 sur les écoulements de gaz circulant dans des réseaux de pores nanométriques, Javadpour [39] partage le point de vue de Karniadakis et Beskok selon lequel la validité de la loi de Darcy est limitée dans ce type de configuration. Il précise que la condition requise pour que la vitesse du fluide soit décrite correctement par la loi de Darcy est un diamètre de pore moyen supérieur à quelques dizaines de microns. En-deça, il décompose le débit masse φ_m du gaz traversant le milieu nanoporeux en deux termes, $\varphi_{m,adv}$ et $\varphi_{m,diff}$, rattachés respectivement à la part advective de l'écoulement et à la part diffusive de ce dernier :

$$\varphi_m = \varphi_{m,adv} + \varphi_{m,diff} = -\frac{2R_p M S}{3 * 10^3 \Re T \rho_{moy}} \sqrt{\frac{8\Re T}{\pi M}} \frac{P_s - P_e}{L} - \frac{C_{o_4} R_p^2 S}{8\mu} \frac{P_s - P_e}{L} \quad (1.10)$$

Concernant les grandeurs inconnues de la relation (1.10), R_p représente le rayon de pore moyen, S la section droite du système, L la longueur du système, M la masse molaire du gaz, \Re la constante des gaz parfaits, T la température, ρ_{moy} la masse volumique moyenne du gaz, P_e la pression en entrée du système, P_s la pression en sortie du système et C_{o_4} la correction (introduite par Brown *et al* [7]) intégrant dans le modèle l'effet du glissement des molécules aux parois :

$$C_{o_4} = 1 + \sqrt{\frac{8\pi \Re T}{M}} \frac{\mu}{R_p P_{moy}} \left(\frac{2}{\alpha} - 1 \right) \quad (1.11)$$

Le coefficient d'accomodation du moment tangentiel α constitue la fraction des molécules réfléchies de manière diffuse depuis les parois (la fraction complémentaire subissant une réflexion spéculaire). En comparant sa formulation du débit à celle dérivée de la loi de Darcy, Javadpour obtient pour expression de la perméabilité apparente :

$$k_{app} = \frac{2R_p\mu M}{3 * 10^3 \mathcal{R}T \rho_{moy}^2} \sqrt{\frac{8\mathcal{R}T}{\pi M}} + \frac{Co_4 R_p^2}{8\rho_{moy}} \quad (1.12)$$

Toute notion de perméabilité intrinsèque est ici perdue. En effet, la seule perméabilité identifiable dépend non seulement des caractéristiques du matériau mais aussi des propriétés, à des valeurs spécifiques de température et pression, du gaz en écoulement.

1.3 Méthodes de mesure de la porosité

Dans le secteur industriel, la pycnométrie fait partie des méthodes de référence développées pour mesurer la porosité d'un matériau [47, 8]. Celle-ci repose sur la caractérisation successive du volume apparent V_{app} du système analysé et de son volume de grain V_{gr} , le volume de pore V_p , dont dérive la porosité ϕ , étant défini par :

$$V_p = V_{app} - V_{gr} \quad (1.13)$$

Le système en question peut être indifféremment une carotte ou un broyat. Notamment, la pycnométrie sur carotte procure une mesure de la porosité effective, qui ne tient compte que des espaces de pore connectés entre eux, tandis que la pycnométrie sur broyat délivre une mesure de la porosité absolue, qui regroupe à la fois la porosité effective et la porosité occluse, cette dernière étant composée exclusivement des espaces de pore inaccessibles au gaz dans la carotte intègre car isolés du réseau de transport [77]. La valeur du volume V_{app} peut être identifiée de deux manières distinctes :

- soit à partir des dimensions du système, en condition de géométrie régulière
- soit à partir du principe d'Archimède, en immergeant le milieu dans du mercure ou dans toute autre substance capable de recouvrir entièrement sa surface, tel que le mélange de lubrifiant et de minuscules billes de verre suggéré par Marsala *et al* [67] pour les broyats.

Quant au volume V_{gr} , sa valeur est calculée en appliquant la loi de Boyle-Mariotte, qui constitue un bilan de matière entre la phase initiale et la phase finale du test décrit dans les lignes explicatives relatives à la figure 1.1, sur laquelle est schématisé le montage expérimental requis pour la pycnométrie.

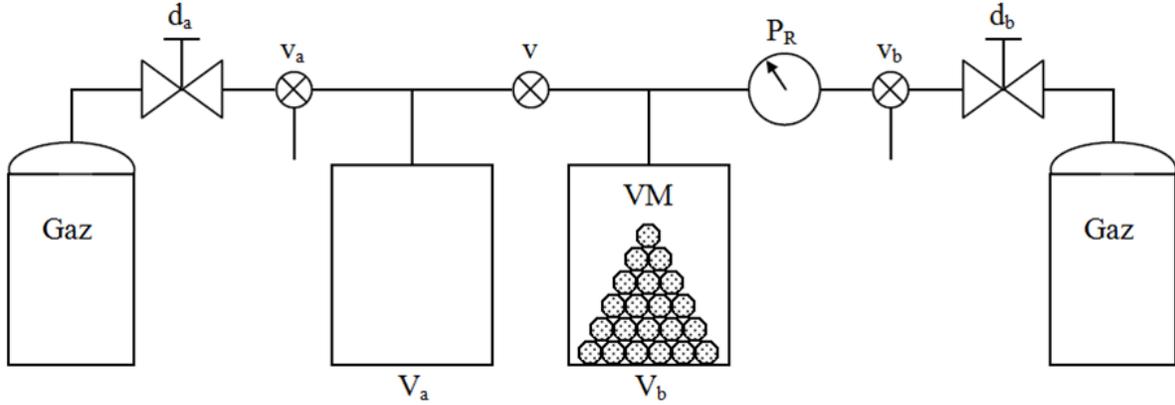


FIGURE 1.1 – Schéma de principe d'un pycnomètre

La vanne v étant fermée, le système est introduit dans la chambre de volume V_b dont la pression est ensuite stabilisée à la consigne P_b (égale à la pression atmosphérique P_{atm} généralement) tandis que la pression dans la chambre de volume V_a est incrémentée à la consigne P_a supérieure à P_b en y comprimant du gaz (azote ou hélium). Une fois les précédentes opérations terminées, la vanne v est ouverte afin de libérer le gaz dans le volume mort VM de la cellule V_b . La pression finale P_f est relevée en condition d'équilibre thermodynamique. Sous réserve que le volume propre à chaque réservoir soit connu, le volume V_{gr} est calculé grâce à son expression :

$$V_{gr} = \frac{V_b (P_b - P_f) + V_a (P_a - P_f)}{P_a - P_f} \quad (1.14)$$

Dans la continuité, une estimation de la propriété ϕ est obtenue à partir de la relation :

$$\phi = \frac{V_p}{V_{app}} = \frac{V_{app} - V_{gr}}{V_{app}} \quad (1.15)$$

Dans la littérature [8, 17], les gas shales sont fréquemment qualifiés de « tamis moléculaires » car leurs pores nanométriques ne laissent passer que les molécules de diamètre suffisamment petit. Il en résulte que mesurer le volume de grain avec de l'hélium peut conduire à une valeur de porosité bien plus élevée que la valeur qui serait identifiée avec un gaz différent, compte tenu du fait que les molécules d'hélium possèdent le diamètre moyen minimal et sont donc susceptibles de pénétrer dans des gorges inaccessibles à de plus grosses molécules. Plus largement, les valeurs de perméabilité et de porosité relatives à un gaz donné deviennent inexploitable dans les situations où le fluide en écoulement change [17].

La porosimétrie au mercure (« mercury-injection capillary pressure »), tout aussi répandue que la pycnométrie, représente une alternative possible pour caractériser le volume de pore effectif [1]. La roche considérée est introduite, sous forme de carotte ou broyat, dans un pénétrromètre, qui fonctionne en comprimant du mercure sur la surface complète du système par paliers de pression. A chaque nouvelle consigne imposée, le fluide pénètre dans des gorges de diamètres comparables, dont le volume de pore associé est déterminé. Les valeurs croissantes de pression produites sur toute la période de mesure permettent la propagation progressive

du mercure dans la totalité des pores interconnectés de la structure. Typiquement, pour les shales, une pression minimale de 10000 *psi* (soit 689 *bars* environ) est indispensable pour que le mercure démarre son intrusion dans les pores de grande dimension. Le test est stoppé quand les limites du dispositif sont atteintes, aux alentours de 60000 *psi* (soit 4137 *bars* environ). A ce seuil de pression, les pores de diamètre inférieur à 2 *nm* et certains pores de diamètre inférieur à 4 *nm* sont indétectables. Leurs volumes respectifs ne peuvent être, de ce fait, comptabilisés dans le volume de pore effectif.

1.4 Méthodes de mesure de la perméabilité

1.4.1 Méthodes de mesure de la perméabilité sur carotte

Parmi les méthodes disponibles en vue de caractériser la perméabilité au gaz d'un matériau, la plus anciennement utilisée est la méthode de mesure en régime stationnaire, qui repose sur un dispositif expérimental simple dont le schéma de principe est représenté sur la figure 1.2.

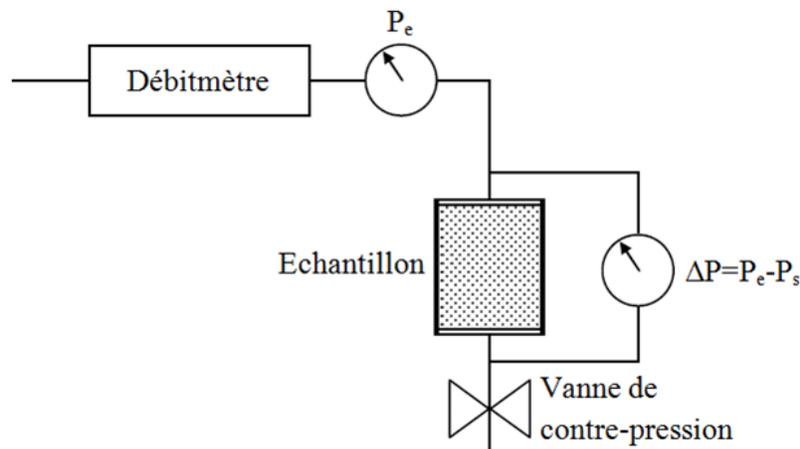


FIGURE 1.2 – Schéma de principe d'un dispositif de mesure en régime stationnaire

Le système étudié étant nécessairement une carotte, sur laquelle est exercée une pression de confinement destinée à recréer les conditions de contrainte in-situ, le choix du protocole est opéré entre les deux options suivantes :

- Soit un débit volume φ_v constant est imposé en sortie de l'échantillon. Une fois le régime permanent établi, les données relevées sont les pressions en entrée et sortie du milieu, P_e et P_s respectivement.
- Soit un écart de pression constant est imposé entre les extrémités de l'échantillon. Une fois le régime permanent établi, les données relevées sont les pressions en entrée et sortie du milieu ainsi que le débit traversant ce dernier.

Par ailleurs, pour un écoulement stationnaire, isotherme et suffisamment lent pour que les effets inertiels soient négligeables, le gaz étant assimilé à un gaz parfait, il peut être démontré que [54] :

$$\frac{\mu L \varphi_v P_e}{S(P_e - P_s)} = k_l (P_{moy} + b) \quad (1.16)$$

où la pression moyenne P_{moy} est explicitée par :

$$P_{moy} = \frac{P_e + P_s}{2} \quad (1.17)$$

De manière à pouvoir estimer séparément les propriétés k_l et b , des expériences successives doivent être exécutées à des pressions P_{moy} contrastées, avec la méthodologie sélectionnée parmi les deux précédemment décrites. Les valeurs des propriétés k_l et b sont alors déduites des coefficients de la régression linéaire réalisée sur les points du graphe :

$$\frac{\mu L \varphi_v P_e}{S(P_e - P_s)} = f(P_{moy}) \quad (1.18)$$

Le désavantage majeur de la méthode stationnaire réside dans le temps nécessaire à la mise en place du régime permanent, pour un point de mesure donné [54]. En effet, ce temps étant inversement proportionnel à k_l (L étant fixée), sa valeur peut croître très rapidement en présence de roches dont la perméabilité k_l est basse. Ceci explique, pour les gas shales spécifiquement, que les durées d'expérimentation requises pour une estimation précise des propriétés k_l et b par le traitement des données provenant de plusieurs essais de type stationnaire soient excessives et de ce fait, inacceptables du point de vue industriel. Par ailleurs, les niveaux de perméabilité relatifs aux gas shales impliquent de toutes petites valeurs du débit φ_v , dont la mesure est délicate et donc potentiellement biaisée [81, 30]. Ainsi, dans le domaine des faibles perméabilités, inférieures à $10 D$, l'emploi d'une méthode transitoire est préférable pour pallier l'ensemble des inconvénients énoncés [81].

1.4.2 Méthode de mesure de la perméabilité sur broyat

La technique « Pulse Decay », mise au point par Brace *et al* [6] en 1968, constitue la référence incontestable parmi les techniques transitoires consacrées à la caractérisation partielle ou complète des propriétés d'une roche : perméabilité apparente ou intrinsèque, coefficient de Klinkenberg et porosité ou coefficient de stockage. Dans le travail original de Brace *et al*, le système considéré pour la mesure est une carotte. Il existe cependant une version de la méthode Pulse Decay, proposée par Luffel et Guidry [63] en 1992, où le système analysé est non plus une carotte mais un broyat, issu de la destruction de cette dernière ou simplement formé de déblais de forage.

Les standards de mesure établis par l'API (American Petroleum Institute) [35] règlementent précisément la réalisation des essais traditionnels sur les milieux conventionnels [78]. Appliqués à des gas shales, ces standards perdent de leur fiabilité et demandent, par conséquent, à être entièrement redéfinis [78]. Ceci restant actuellement à accomplir, il en résulte une grande diversité des protocoles expérimentaux adoptés par les laboratoires, expliquant,

pour la méthode sur broyat, la dispersion considérable des résultats donnés dans la littérature pour un même matériau. Dans un article datant de 2010, Passey *et al* [73] fournissent les valeurs de perméabilité intrinsèque et porosité, trouvées par Pulse Decay et pycnométrie respectivement, par trois laboratoires commerciaux ayant procédé séparément à la caractérisation de quatre échantillons broyés. Il est à noter que les trois jeux de carottes initialement disséminés entre les divers laboratoires étaient similaires. Plus exactement, chacun des quatre ensembles de trois broyats de propriétés comparables est tel que les échantillons qui le constituent proviennent de carottes préalablement prélevées à des profondeurs identiques, pour exclure la possibilité que le problème de recoupement des estimations soit dû à des divergences dans les compositions verticales des carottes de départ. Pour la perméabilité, comme pour la porosité, des écarts existent entre les valeurs délivrées par les différents laboratoires. Pour la perméabilité notamment, ces écarts sont considérables, proches de 2 – 3 ordres de grandeur pour chacun des matériaux testés. La principale difficulté dans la recherche des facteurs responsables de la variabilité des mesures de perméabilité est le manque de publications traitant des modèles mathématiques construits pour exploiter les données de pression enregistrées [73].

1.5 Plan de la thèse

Au présent chapitre introductif succède un second chapitre comprenant deux sections, dont la première traite exclusivement de la méthode Pulse Decay sur carotte. Après une description détaillée de son fonctionnement, des modèles interprétatifs fournis dans la littérature et de la solution numérique établie par Jannot *et al* [38] pour permettre une étude rigoureuse du problème, cette première section enchaîne sur la présentation de résultats de simulations qui visent essentiellement à mettre en relief les raisons ayant suscité le besoin de retravailler la technique afin d'améliorer ses performances. La méthode « Step Decay » sur carotte, au centre de la deuxième section du second chapitre, constitue la méthode novatrice née du perfectionnement de la méthode Pulse Decay sur carotte. Développée au laboratoire I2M puis brevetée en collaboration avec TOTAL, la technique Step Decay s'appuie sur un modèle physique dérivant du modèle Pulse Decay et sur un protocole expérimental entièrement nouveau, tous deux exposés dans cette deuxième section tels que définis par Lasseux et Jannot [55]. A cette étape préliminaire de présentation de la méthode Step Decay fait suite une étape complémentaire de validation expérimentale de la méthode, étayée par des résultats de tests menés par le laboratoire I2M et TOTAL.

Le troisième chapitre du manuscrit se focalise intégralement sur la méthode Step Decay, appliquée à un système hétérogène. Compte tenu du fait que cette méthode est originellement consacrée au calcul des propriétés de roches homogènes, la question du sens à donner aux estimations délivrées par la procédure interprétative quand la carotte considérée est hétérogène a été posée par TOTAL dès les premiers essais conduits sur des gas shales, ces matériaux ayant une forte tendance à être hétérogènes. La première des trois sections de ce nouveau chapitre procure successivement les références de la littérature portant sur la caractérisation des propriétés de milieux hétérogènes, le modèle physique Step Decay en condition hétérogène et sa solution numérique. La deuxième section précise les éléments permettant un diagnostic de la nature, homogène ou hétérogène, de l'échantillon analysé tandis que la

troisième section ouvre des pistes de réflexion sur de possibles méthodes d'identification des contrastes de propriété existant entre les couches de systèmes stratifiés.

Le quatrième chapitre du manuscrit concerne uniquement la méthode Pulse Decay sur broyat. Cette étude tire sa motivation de la nécessité de mieux cerner les facteurs influant sensiblement sur la mesure et expliquant de ce fait le peu de robustesse des résultats trouvés par les laboratoires avec cette technique. Une première section est dédiée au recensement des connaissances sur la méthode, à la formulation du problème associé, à la résolution de ce dernier, à la validation du modèle numérique construit et à la détermination des facteurs justifiant le manque de fiabilité de la méthode. La section suivante, quant à elle, démarre sur la description d'une technique novatrice remédiant à certaines des difficultés rencontrées durant une mesure classique sur broyat, pour déboucher sur une étude, réalisée par le biais de la technique élaborée, visant à détecter les paramètres expérimentaux et caractéristiques du broyat susceptibles de jouer sur les estimations des propriétés accessibles. Cette dernière section introduit des modèles physiques fondés sur des représentations plus réalistes du broyat que celle exploitée pour accomplir le travail exposé antérieurement dans ce quatrième chapitre.

Un ultime chapitre de conclusion vient clore le manuscrit en résumant les résultats majeurs dégagés au cours de ce travail de thèse, en soulevant de nouvelles interrogations sur les techniques Step Decay et Pulse Decay sur broyat et en mentionnant, dans le cadre de l'optimisation continue de ces deux méthodes de mesure, les perspectives de recherche à venir.

Chapitre 2

Méthodes Pulse Decay et Step Decay sur carotte homogène

2.1 Performances de la méthode Pulse Decay

2.1.1 Principe de la méthode

Le principe de la méthode Pulse Decay, dont le dispositif expérimental associé est schématisé sur la figure 2.1, consiste à générer un écoulement de gaz le long de la carotte analysée, par la production d'un incrément de pression dans l'un des réservoirs positionnés à ses extrémités.

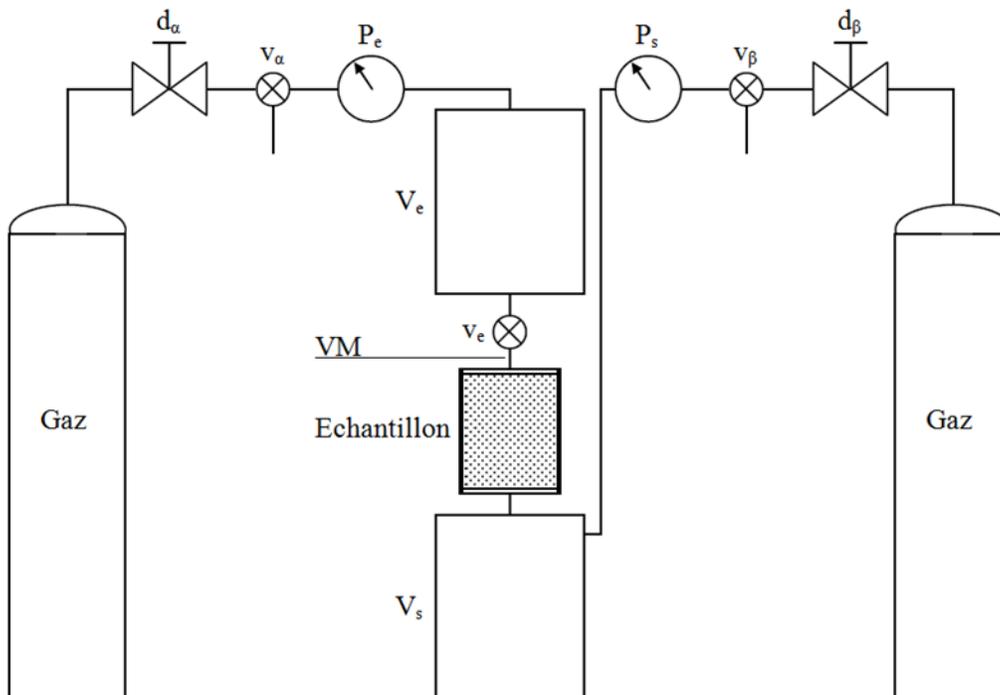


FIGURE 2.1 – Schéma de principe d'un dispositif Pulse Decay

Plus précisément, le protocole sur lequel repose la réalisation d'un essai Pulse Decay comprend quatre étapes principales :

- Dans un premier temps, la carotte est insérée dans une jaquette de caoutchouc (gaine Vitton®), puis l'ensemble est à son tour placé dans une cellule Hassler® pour en permettre le sertissage à la pression de confinement P_c , le fluide utilisé pour cette opération de mise sous contrainte étant indifféremment un liquide ou un gaz.
- Dans un deuxième temps, la cellule est connectée au banc de mesure, puis les vannes v_α et v_β sont ouvertes, la vanne v_e ayant été préalablement fermée pour que les réservoirs amont et aval, dont les volumes sont désignés par V_e et V_s respectivement, puissent tous deux collecter le gaz apporté par les alimentations qui leur sont raccordées. Le détendeur d_α est réglé de telle manière que la pression dans la chambre V_e se stabilise à la consigne $P_{e,0}$ tandis que le détendeur d_β est réglé de telle manière que la pression dans la chambre V_s , qui constitue également la pression dans le réseau de pores du milieu, se stabilise à la consigne P_{in} , inférieure à $P_{e,0}$.
- Dans un troisième temps, les vannes v_α et v_β sont fermées pour bloquer les arrivées de gaz dans les réservoirs V_e et V_s .
- Dans un quatrième et dernier temps, la vanne v_e isolant le réservoir V_e du reste du montage est ouverte pour libérer le pulse exciteur en entrée de l'échantillon. L'enregistrement des pressions amont et aval, notées P_e et P_s respectivement, est déclenché parallèlement au démarrage de l'expérience.

Il est important de remarquer pour la suite que le volume mort VM , localisé entre la vanne v_e et la face amont du système, existe inévitablement dans tout dispositif et fait partie intégrante de V_e . Par ailleurs, en configuration « Draw Down », la pression dans le réservoir V_s est maintenue à pression atmosphérique P_{atm} sur la durée complète du test en laissant simplement la vanne v_β ouverte. Dans ce cas, seule la pression P_e est relevée. La configuration Draw Down peut être considérée comme une variante de la configuration classique où le volume V_s est infiniment grand devant le volume V_e et devant le volume de pore V_p de la carotte.

2.1.2 Bibliographie

La paternité de la première solution au problème Pulse Decay sur carotte homogène revient tout naturellement à Brace *et al* [6], qui proposent notamment, dans leur article datant de 1968, une solution analytique impliquant pour hypothèses que les effets Klinkenberg sont éliminés et que la porosité du matériau est nulle. Cette dernière hypothèse équivaut à supposer que la masse volumique du fluide est indépendante du temps. La solution trouvée montre que le comportement de la courbe de pression enregistrée dans le réservoir amont est descriptible par une exponentielle décroissante en temps. Brace *et al* déduisent une estimation de la perméabilité du milieu de la pente de la droite provenant du tracé, en fonction du temps, du logarithme de la différence des pressions amont et finale. Quatre ans plus tard, Jones [42] présente ses travaux sur le perméamètre au gaz fonctionnant en régime transitoire, dans lesquels se trouve détaillée une méthode graphique exploitant la différentielle de pression obtenue au cours d'une expérience Pulse Decay, pour en extraire des valeurs de la perméabilité intrinsèque et du coefficient de Klinkenberg. La théorie sur laquelle se fonde cette méthode suppose aussi que la masse volumique du fluide reste constante durant le test. Toutefois, les

équations sont corrigées pour remédier à cette hypothèse qui transgresse le principe fondamental de conservation de la masse. Dans une étude parue en 1981, Lin [61] se focalise sur la validité de la solution de Brace *et al*, en confrontant les résultats calculés avec cette dernière aux résultats simulés avec un code numérique dont le modèle associé provient de la discrétisation, par différences finies, du problème complet, autrement dit du problème posé pour une porosité non nulle. Il ressort de la comparaison réalisée que cette solution est applicable dans peu de configurations. Cette même année 1981, Trimmer [83] prouve, en complément des conclusions formulées par Lin, que la précision de la solution de Brace *et al* est acceptable lorsque le rapport du volume de pore de la carotte au volume commun aux deux réservoirs est inférieur à 0.25. Si cette contrainte est respectée, le biais provoqué sur la valeur estimée de la perméabilité par le fait de fixer la porosité à 0 ne dépasse pas 10 %. La même année toujours, Hsieh *et al* [34] déterminent la solution analytique au problème Pulse Decay, explicité pour un écoulement liquide. Cette étude constitue une avancée majeure, compte tenu du fait que le modèle physique dont dérive la solution intègre l'effet capacitif du système poreux. Que le réservoir considéré soit le réservoir amont ou le réservoir aval, la charge hydraulique correspondante s'exprime sous forme d'une série d'exponentielles décroissantes en temps. Par ailleurs, sur cette solution fournie par Hsieh *et al* repose une méthode graphique de caractérisation de la conductivité hydraulique et du coefficient de stockage, construite par Neuzil *et al* [70]. Celle-ci consiste à détecter parmi plusieurs paires de courbes synthétiques possibles, générées dans diverses configurations expérimentales, à partir de la solution en question, celle dont les courbes se superposent le mieux aux courbes enregistrées en entrée et en sortie de la carotte. Les deux propriétés recherchées sont extraites des paramètres ayant permis la simulation des tracés sélectionnés. Les auteurs indiquent toutefois que les propriétés ne sont identifiables séparément que dans les cas où le rapport du coefficient de stockage du système au coefficient de stockage du réservoir amont est compris entre 0.01 et 10. Par ailleurs, ils signalent que si ce même rapport est inférieur à 0.01, la solution de Brace *et al* est exploitable et conduit à des valeurs de conductivité comparables à celles délivrées par la solution de Hsieh *et al*. En 1982, Trimmer [81] invente à son tour une méthode d'estimation graphique des propriétés d'un échantillon. Cette méthode, similaire à celle de Neuzil *et al*, se résume à dégager une première correspondance entre la différentielle de pression mesurée et l'une des courbes simulées pour des valeurs distinctes du rapport du volume de pore du système au volume commun aux deux réservoirs, puis une seconde correspondance entre la différentielle de pression mesurée et l'une des courbes simulées pour des valeurs distinctes de la perméabilité, ceci dans le but de caractériser successivement la porosité et la perméabilité du matériau. Le modèle numérique sur lequel est fondée la procédure mise en oeuvre pour générer les deux catégories de signaux synthétiques provient de la discrétisation, par éléments finis, du problème complet de Brace *et al*. En parallèle, Bourbie [5] établit une solution analytique au problème Pulse Decay, dans une configuration où la pression en entrée de la carotte reste constante sur toute la durée du test. Les équations constitutives du problème tiennent compte de l'effet capacitif mais font abstraction des effets Klinkenberg et de la variation de la compressibilité du fluide avec la pression, bien que la modélisation ait été exécutée pour des écoulements de gaz. La différentielle de pression calculée consiste en une combinaison de la fonction erreur. La porosité étant supposée connue, la perméabilité est estimée par inversion numérique du signal mesuré, grâce à la solution trouvée. Deux ans plus tard, Chen et Staggs [13] soulignent le fait que la précision de la solution de Bourbie est limitée car cette dernière

représente la transformée de Laplace inverse d'une approximation au premier ordre de la transformée de la solution temporelle réelle. Si la démonstration de Bourbie est entièrement reprise sans effectuer de simplification particulière, la différentielle de pression prend la forme d'une série d'exponentielles décroissantes en temps, en accord avec les précédents résultats de Hsieh *et al.* Chen et Stagg mettent en lumière que seul le premier terme de la série se conserve aux temps longs car les termes d'ordre supérieur tendent à disparaître rapidement. Ils observent de surcroît que l'argument de l'exponentielle associée dépend uniquement de la perméabilité, à porosité fixée. Ces deux éléments sont au coeur de leur démarche d'estimation de la perméabilité par régression linéaire sur la partie tardive du logarithme de la différentielle mesurée. Les auteurs soutiennent enfin que leur solution est identique à celle de Brace *et al.*, lorsque le rapport du volume de pore au volume du réservoir aval est nettement inférieur à 1. Si cette exigence n'est pas vérifiée, la différence entre les valeurs de perméabilité tirées des deux solutions se creuse d'autant plus que ce rapport s'éloigne de 1. En 1986, Amaefule *et al* [2] retravaillent les équations de Hsieh *et al.*, dans le cas spécifique où la pression en sortie de l'échantillon est considérée comme constante sur toute la durée de l'expérience. Ils emploient, selon la méthodologie de Chen et Stagg, le premier terme de la série d'exponentielles décroissantes en temps provenant de la résolution du problème pour interpréter la différentielle de pression relevée et accéder ainsi à une estimation de la perméabilité du milieu. Si la solution est réécrite pour une porosité nulle et utilisée sur un principe analogue pour exploiter les données, Amaefule *et al* établissent que le biais sur la valeur identifiée excède 10 %. Dans le même temps, Haskett *et al* [30] entreprennent de modéliser le problème Pulse Decay, dans la situation où le fluide en écoulement est un gaz. Leur modèle omet les effets Klinkenberg, le test étant mené à forte pression de pore de sorte à éviter le glissement des molécules aux parois. Haskett *et al* introduisent deux grandeurs : la pseudopression et le pseudotemps, pour linéariser les équations et autoriser, par conséquent, la résolution analytique du problème posé. La porosité et la perméabilité sont déterminées simultanément, par inversion de la différentielle de pression expérimentale, à partir de son expression analytique, qui se présente encore sous forme d'une série d'exponentielles décroissantes en temps. L'unicité des résultats est justifiée par le fait que les deux propriétés recherchées agissent sur des portions dissociées du signal. Deux ans plus tard, Dicker et Smits [18] reformulent, pour un écoulement gazeux, la solution de Hsieh *et al* valable pour un écoulement liquide. Par cette opération de simple transposition de la solution originale, il est implicitement supposé que la compressibilité du gaz est constante et que les effets Klinkenberg sont négligeables. Pour obtenir une estimation de la perméabilité, Dicker et Smits mettent en pratique la méthodologie de Chen et Stagg, en faisant appel à leur propre expression de la différentielle de pression. Un examen poussé de cette dernière les amène à conclure sur la nécessité de choisir des réservoirs identiques, ayant pour volume le volume de pore du système analysé, pour que le comportement linéaire du logarithme de la différentielle survienne au plus vite. En 1991, Gilicz [27] mène une étude, inscrite dans la continuité des travaux de Haskett *et al.*, sur le problème Pulse Decay envisagé pour un écoulement radial de gaz, en déplacement du centre vers la surface latérale de la carotte. Il soutient que cette géométrie est plus représentative de celle caractérisant l'écoulement au voisinage du puits. Son modèle physique découle d'une transposition, dans le système de coordonnées cylindriques, de celui construit par Haskett *et al.* Gilicz calque les démarches adoptées par ses prédécesseurs pour linéariser ses équations, résoudre son problème et identifier les propriétés inconnues. En 1993, Wang et Hart [87] reviennent sur la solution

de Hsieh *et al*, pour en extraire des renseignements profitables au dimensionnement du dispositif Pulse Decay. Ils calculent notamment, dans diverses configurations expérimentales, les sensibilités de la différentielle de charge à la perméabilité et au coefficient de stockage ainsi que les écarts-types sur les valeurs estimées de ces propriétés. Des observations réalisées, ils retiennent pour principaux résultats que la précision sur la perméabilité est presque toujours satisfaisante mais que la précision sur le coefficient de stockage est dépendante des volumes des réservoirs sélectionnés. Plus exactement, dans le but de minimiser le biais sur cette dernière propriété, le volume du réservoir amont doit approcher le volume de pore du milieu considéré. Quatre ans plus tard, Jones [43] énumère à son tour un certain nombre de recommandations concernant le dimensionnement du montage Pulse Decay, basées sur une analyse fine de la solution de Dicker et Smits. Il confirme leurs propos et les complète également, en ajoutant que recourir à des réservoirs ayant même volume permet de maintenir une pression de pore moyenne constante sur toute la période d'expérimentation. Il signale par ailleurs que travailler à pression de pore élevée, sur un échantillon de grand diamètre et de petite épaisseur, permet de diminuer considérablement la durée du test. En 2001, Liang *et al* [60] se focalisent sur la résolution analytique du problème Pulse Decay par application d'une méthode de perturbation classique, la modélisation ayant été préalablement accomplie en tenant compte des effets Klinkenberg mais en ignorant les effets produits par la porosité. Le petit paramètre (très inférieur à 1) défini pour la mise en application de la méthode est le rapport du volume de pore au volume du réservoir amont. La solution calculée, qui constitue une simple exponentielle décroissante en temps, rappelle celle établie par Brace *et al* pour un écoulement liquide. Les propriétés du milieu, perméabilité et coefficient de Klinkenberg, sont identifiées numériquement, en inversant la différentielle de pression enregistrée grâce à la solution en question. Sept ans après, Kaczmarek [44] se consacre à la recherche de solutions analytiques au problème Pulse Decay, dans différentes configurations expérimentales, où les effets Klinkenberg sont conservés mais où les variations spatiales du débit masse du gaz en écoulement sont négligées. Cette deuxième hypothèse revient à écarter du modèle le phénomène d'accumulation du fluide dans le réseau de pores, qui se manifeste aux premiers instants du test. Selon les valeurs assignées aux volumes des réservoirs et pressions initiales, les expressions des pressions en entrée et sortie du système impliquent une fonction du temps pouvant être une fonction inverse, une fonction tangente ou encore une fonction tangente hyperbolique. Quelle que soit la configuration envisagée, les écarts notés entre les excitations, ou les réponses, simulées à partir de la solution analytique obtenue et à partir de la solution numérique issue de la discrétisation du problème non simplifié restent acceptables. En 2009, Cui *et al* [17] ouvrent la voie à la construction de modèles physiques centrés sur la description des phénomènes se produisant spécifiquement dans une roche de type shale, lorsque cette dernière se voit être soumise à une expérience Pulse Decay. Ces auteurs incorporent notamment, dans l'équation de continuité, un terme supplémentaire représentant la variation temporelle de la quantité de gaz adsorbée en surface des pores du système. Ils omettent toutefois les effets Klinkenberg et la diffusion de Knudsen et supposent que la compressibilité du gaz est constante. Ils légitiment cette dernière hypothèse par l'argument selon lequel leurs tests sont opérés dans des conditions telles que les pressions dans les réservoirs ne varient que très légèrement au cours du temps. En combinant leur version de l'équation de continuité et la loi de Darcy, ils parviennent à une équation de diffusion type dans laquelle la porosité se retrouve sommée à une « porosité d'adsorption », responsable d'un accroissement de l'effet capacitif de

l'échantillon. La solution analytique au problème est tout simplement celle de Dicker et Smits [18]/Jones [43], une fois la capacité de stockage du matériau corrigée. Cui *et al* la mettent à profit pour caractériser la perméabilité, selon la méthodologie de leurs prédécesseurs. Ils insistent sur le fait que la valeur trouvée est sous-estimée si le terme d'adsorption est supprimé du modèle. Peu de temps après, Civan *et al* [15] bâtissent leur propre formulation du problème Pulse Decay, en partant de la description proposée par Cui *et al*. Leur approche est bien plus rigoureuse que celle des précédents auteurs, pour deux raisons principales. En premier lieu, la perméabilité apparente intervenant dans la loi de Darcy est explicitée en fonction de la perméabilité intrinsèque grâce à la relation (1.6), dont la validité est assurée sur toute la gamme du nombre de Knudsen. Autrement dit, les phénomènes de glissement des molécules aux parois des pores et de diffusion de Knudsen sont intégrés au modèle. En second lieu, la dépendance en pression des multiples paramètres suivants : compressibilité du gaz, viscosité dynamique du gaz, masse de gaz adsorbée par unité de volume, perméabilité intrinsèque, porosité et tortuosité est prise en compte dans les équations. L'année suivante, Civan *et al* [16] développent, dans la continuité de leurs travaux antérieurs, une procédure de simulation inverse permettant le calcul de la perméabilité et du coefficient de compressibilité isotherme associé, fondée sur le modèle numérique tiré de la discrétisation, par différences finies, du problème posé. Plus précisément, la détermination de ces deux grandeurs est exécutée en inversant simultanément plusieurs historiques du gradient de pression aval, obtenus dans diverses configurations expérimentales. Civan *et al* soutiennent Finsterle et Persoff [22] (cf. paragraphe 2.1.5.3) sur la nécessité d'interpréter en parallèle les données provenant de différents tests, de manière à empêcher toute corrélation des paramètres estimés. Quant aux paramètres inconnus restants, dans lesquels est incluse la porosité, ceux-ci sont identifiés par le biais de méthodes ordinaires et constituent par conséquent des paramètres d'entrée de la procédure inverse. Le plus complexe des modèles Pulse Decay sur gas shale recensés dans la littérature est très certainement celui fourni par Akkutlu et Fathi [1], dans une publication récente, datant de 2012. Les auteurs expliquent que le transport du gaz dans une formation de type shale se fait successivement dans le réseau de pores du kérogène, dans le réseau de pores de la matière minérale et dans le réseau de fissures produites par fracturation hydraulique. Lorsque le système considéré est non plus le réservoir complet mais une simple carotte de roche prélevée dans ce dernier, ils affirment que la pression de confinement exercée sur sa surface en vue de recréer les conditions in-situ est suffisante pour clore toutes les fissures induites par la fracturation, le forage ou le dessèchement des argiles et donc, les rendre ineffectives. Ces différents éléments justifient le fait que leur modèle de l'écoulement provoqué dans une carotte au cours d'une expérience Pulse Decay comprenne deux équations aux dérivées partielles. La première, satisfaite dans le kérogène, gouverne les évolutions respectives, sous l'action de phénomènes purement diffusifs (supposés Fickiens, pour plus de simplicité), de la concentration du gaz en écoulement et de la concentration du gaz adsorbé tandis que la deuxième, satisfaite dans la matière minérale, gouverne l'évolution, sous l'action de phénomènes purement visqueux, de la concentration du gaz en écoulement. Cette dernière équation se retrouve couplée à la précédente par un terme modélisant les échanges survenant entre le kérogène et la matière minérale, en raison du déséquilibre de leurs teneurs en gaz respectives. Akkutlu et Fathi emploient un algorithme de type moindres carrés, baptisé RML (« randomized maximum likelihood »), pour inverser le signal de pression mesuré en entrée de l'échantillon à partir de la solution numérique établie en ce même point et permettre ainsi

la détermination simultanée des paramètres suivants : perméabilité intrinsèque de la matière minérale, rapport du volume de pore du kérogène au volume de pore total, coefficients de diffusion moléculaire et de diffusion surfacique propres au kérogène et coefficients de taux d'adsorption et de taux de désorption. Les inconnues restantes sont identifiées séparément, en utilisant des méthodes adaptées.

2.1.3 Modèle physique

2.1.3.1 Hypothèses de validité du modèle

Les hypothèses simplificatrices retenues pour opérer la modélisation du problème Pulse Decay sur carotte se formulent comme suit :

1. échantillon homogène
2. échantillon isotrope
3. gaz parfait
4. écoulement monodimensionnel, autrement dit : absence de fuites latérales entre la carotte et la jaquette
5. absence d'effets Forchheimer
6. absence d'effets d'accélération, autrement dit : absence de terme instationnaire dans la loi de Darcy
7. absence d'effets de compressibilité à l'échelle du pore
8. absence d'effets de la pesanteur
9. présence d'effets Klinkenberg
10. dispositif isotherme.

Les effets Forchheimer tirent leur origine de la dissipation d'énergie inertielle par le gaz, au cours de ses accélérations et décélérations au passage de constriction et d'élargissements [74]. Ces effets apparaissent lorsque le débit masse du fluide est tel que le nombre de Reynolds Re approche ou dépasse l'unité [65] :

$$Re = \frac{\varphi_m D_{gr}}{\mu S} \geq 1 \quad (2.1)$$

où D_{gr} est le diamètre de grain moyen. L'équation de Forchheimer est alors la mieux adaptée pour décrire le comportement de l'écoulement inertiel dans le milieu [25] :

$$\nabla P = -\frac{\mu}{k_{app}} \mathbf{v} + \rho \beta |\mathbf{v}| \mathbf{v} \quad (2.2)$$

où ρ désigne la masse volumique du gaz, \mathbf{v} le vecteur vitesse de ce dernier et β le coefficient de résistance inertiel. Compte tenu du fait que les variations de vitesse des écoulements concernés par ce travail de thèse sont faibles, les effets inertiels peuvent être supprimés du bilan macroscopique des forces, autrement dit l'équation (2.2) peut être exemptée de son terme quadratique et réduite ainsi à la forme classique de la loi de Darcy. Cette simplification est appuyée davantage encore par le fait que les effets Forchheimer sont d'autant plus négligeables que les effets Klinkenberg sont significatifs [89], comme ceci est le cas pour des

écoulements traversant des tight sands ou gas shales. De plus, il est facilement démontrable, par une analyse des ordres de grandeur des termes de la loi de Darcy incluant le terme d'accélération que ce dernier est négligeable à des temps t tels que [54] :

$$t \gg \frac{\phi \rho D_p^2}{\mu} \quad (2.3)$$

où D_p constitue le diamètre de pore. Pour des matériaux peu perméables, il peut être prouvé, par de simples estimations, que cette exigence est respectée pratiquement à tout instant. Pour terminer, les multiples problèmes physiques traités dans toute la thèse ne tiennent compte, parmi les phénomènes survenant aux parois des pores, que du seul glissement des molécules de gaz, modélisé, par choix, par le biais de la loi de Darcy-Klinkenberg. Le diamètre D_p des pores contenus dans les gas shales varie entre environ 10 et 200 nm , d'après la littérature [62, 33, 40, 77]. Quant au libre parcours moyen λ , défini par (le gaz étant supposé parfait) [90] :

$$\lambda = \frac{\mu}{P} \sqrt{\frac{\pi \mathcal{R}T}{M}} \quad (2.4)$$

ce paramètre tourne aux alentours de 96 nm à $P = 1 \text{ bar}$ et 2 nm à $P = 55 \text{ bars}$, pour de l'azote dont la température est portée à 30 °C. Avec ces différentes données, il devient possible de déterminer approximativement la gamme de valeurs censée renfermer le nombre de Knudsen associé à un écoulement d'azote se propageant dans une roche de type shale, sachant que la dimension caractéristique \mathcal{L} retenue pour le calcul du nombre de Knudsen est ici (et dans le chapitre de conclusion également) le rayon de pore R_p et non le diamètre de pore D_p :

- à $P = 1 \text{ bar}$: $0.957 \lesssim Kn \lesssim 19.1$
- à $P = 55 \text{ bars}$: $0.0174 \lesssim Kn \lesssim 0.348$.

Il est à noter que la gamme de pressions [1 bar -55 $bars$] représente la gamme de travail sélectionnée pour mener une expérience quelconque (sur carotte ou broyat), dans le cadre de cette thèse. Pour le rayon de pore minimal de 5 nm , le nombre de Knudsen est indicatif d'un écoulement de transition ou moléculaire libre sur toute la gamme de pressions [1 bar -55 $bars$]. Par contre, pour le rayon de pore maximal de 100 nm , ce nombre est indicatif d'un écoulement de transition sur la gamme des faibles pressions et d'un écoulement glissant sur la gamme des fortes pressions, la pression de 10 $bars$ jouant le rôle de valeur seuil délimitant les faibles des fortes pressions. Ainsi, pour les dimensions caractéristiques de pore et pressions de pore considérées, l'écoulement se classe principalement dans la catégorie des écoulements de transition où la validité de la loi de Klinkenberg est remise en question [90]. Cependant, dans une démarche de calcul numérique, par méthode inverse, des propriétés du système étudié, le recours à des modèles d'ordre plus élevé que celui correspondant à un glissement pur, tels que ceux proposés par Civan [14] ou encore Fathi *et al* [21], est plus difficilement envisageable car la procédure d'estimation en serait nettement complexifiée, étant donné que ces tous ces modèles impliquent un nombre de paramètres supérieur à celui associé au modèle de Klinkenberg. Le modèle de Javadpour [39] est, quant à lui, écarté en raison du fait que la perméabilité intrinsèque, indispensable pour évaluer le potentiel de la formation géologique, ne peut être obtenue par son intermédiaire. De plus, sachant que les mesures de pression capillaire au mercure sur gas shale sont exécutées à 60000 psi (soit 4137 $bars$

environ), la validité des valeurs limites de diamètre de pore extraites de la littérature est discutable car pressuriser, à un niveau aussi considérable, le mercure appliqué en surface de la carotte étudiée ne peut que concourir à comprimer son réseau de pores. Ces valeurs sont donc probablement à revoir à la hausse tandis que les nombres de Knudsen relatifs aux écoulements circulant dans les gas shales sont, en conséquence, à revoir à la baisse.

2.1.3.2 Equations continues

Sous réserve que la matrice du système soit incompressible, l'équation de conservation de la masse se formule :

$$\phi \frac{\partial \rho}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho \mathbf{v}) = 0 \quad (2.5)$$

Sous réserve que les effets Forchheimer, les effets d'accélération et les effets de la pesanteur soient négligeables, l'équation de moment prend la forme de la loi de Darcy :

$$\mathbf{v} = -\frac{k_{app}}{\mu} \nabla P \quad (2.6)$$

La validité de la loi de Klinkenberg étant considérée comme acquise dans le cadre de cette étude, la perméabilité apparente s'exprime en fonction de la pression, de la perméabilité intrinsèque et du coefficient de Klinkenberg, selon la relation :

$$k_{app} = k_l \left(1 + \frac{b}{P} \right) \quad (2.7)$$

Assimiler le gaz sélectionné pour la mesure à un gaz parfait revient à autoriser la substitution, dans les équations, de sa masse volumique par sa pression, en ayant recours à la loi des gaz parfaits :

$$\rho = \frac{PM}{\mathfrak{R}T} \quad (2.8)$$

Par combinaison des équations (2.5), (2.6), (2.7) et (2.8), la température comprise dans la loi des gaz parfait étant supposée constante, il vient que le comportement de la variable de pression P est gouverné par l'équation aux dérivées partielles :

$$\frac{\partial P}{\partial t} = \frac{k_l}{\phi \mu} \frac{\partial}{\partial x} \left[(P + b) \frac{\partial P}{\partial x} \right] \quad (2.9)$$

La condition satisfaite en $x = 0$ est déterminée en opérant un bilan des débits masses traversant la section d'entrée de la carotte. En choisissant pour convention de ne manipuler que des valeurs positives de débit, le débit en sortie du réservoir amont est défini par :

$$\varphi_{m,e} = -\frac{dm_e}{dt} = -V_e \frac{d\rho_e}{dt} \quad (2.10)$$

où m_e désigne la masse de gaz pénétrant dans le matériau, ρ_e la masse volumique associée et V_e le volume du réservoir amont. Le débit en entrée du milieu est, quant à lui, donné par :

$$\varphi_{m,e} = -\rho_e v_e S \quad (2.11)$$

où v_e représente la vitesse de filtration du gaz en entrée. De la combinaison des égalités (2.10), (2.11), (2.6), (2.7) et (2.8), il découle que la condition en $x = 0$ possède pour expression :

$$\frac{dP_e}{dt} = \frac{k_l S}{\mu V_e} \left[(P + b) \frac{\partial P}{\partial x} \right]_{x=0} \quad (2.12)$$

Sur un principe analogue, il peut être montré que la condition en $x = L$ admet pour expression :

$$\frac{dP_s}{dt} = -\frac{k_l S}{\mu V_s} \left[(P + b) \frac{\partial P}{\partial x} \right]_{x=L} \quad (2.13)$$

où V_s constitue le volume du réservoir aval. Quant aux conditions initiales :

$$P(x = 0, t = 0) = P_{e,0} \quad (2.14)$$

$$P(x \neq 0, t = 0) = P_{in} \quad (2.15)$$

la première indique que le pulse de pression libéré à la date $t = 0$ impose, en entrée du système, la valeur $P_{e,0}$ atteinte immédiatement après expansion du gaz du réservoir amont dans le volume mort qui lui est connecté tandis que la seconde signale que, préalablement au déclenchement du pulse, la pression dans tout le réseau de pores est stabilisée à la valeur P_{in} (égale à P_{atm} généralement), de même que celle dans le réservoir aval.

2.1.4 Modèle numérique

En résumé des travaux présentés dans la sous-section 2.1.2, il apparaît clairement qu'une solution analytique au modèle physique décrivant l'écoulement provoqué lors d'un test Pulse Decay ne peut être déterminée sans poser au préalable un certain nombre d'hypothèses simplificatrices indispensables pour linéariser le système d'équations, la compressibilité du gaz et la perméabilité au gaz étant toutes deux dépendantes de la pression. Les hypothèses en question changent selon les références mais leur diversité reste tout de même limitée. En effet, les développements analytiques existant dans la littérature intègrent généralement une ou deux des approximations de la liste suivante :

- effets Klinkenberg négligeables [6, 5, 30, 18, 27, 17]
- porosité négligeable ou masse volumique/débit massique du gaz constant(e) sur toute la durée de l'expérience [6, 42, 60, 44]
- compressibilité du gaz constante [5, 18, 17].

Dans la mesure où de telles suppositions conduisent à des erreurs difficilement quantifiables sur les valeurs estimées des propriétés inconnues [37], une solution numérique au problème posé semble bien plus adéquate qu'une solution analytique pour pouvoir étudier correctement la précision des résultats fournis par la méthode.

2.1.4.1 Méthode de discrétisation

Le problème traité numériquement n'est pas directement celui formé des égalités (2.9), (2.12), (2.13), (2.14) et (2.15) mais une version transposée de ce dernier, dans laquelle la

notation Φ , nouvelle variable de travail utilisée, remplace le carré de la somme de P et b . La discrétisation a été réalisée à partir de la méthode des différences finies, la solution numérique construite étant explicite, au premier ordre en temps et au second ordre en espace. Celle-ci permet le calcul du champ de pression dans le système maillé schématisé sur la figure 2.2.

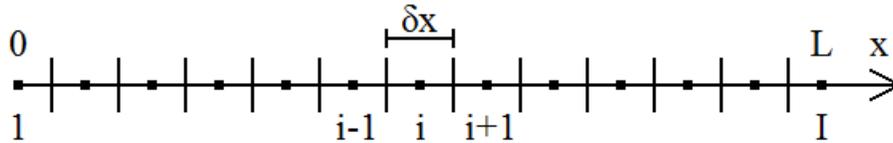


FIGURE 2.2 – Système maillé

Soit une maille quelconque Ω_i . La méthode des différences finies, qui permet la formulation de l'équation discrète satisfaite par la variable Φ_i sur toute la maille Ω_i , consiste à discrétiser chacune des composantes de l'équation aux dérivées partielles vérifiée par Φ , en prenant soin de bien appliquer les formules garantissant le respect des exigences portant sur les ordres en temps et en espace. Pour la maille Ω_1 , comme pour la maille Ω_I , la dérivée spatiale du premier ordre de l'équation aux dérivées partielles en Φ est par ailleurs explicitée grâce à la forme discrète de la condition à la limite valable sur la maille considérée, à savoir : la condition en $x = 0$ pour Ω_1 et la condition en $x = L$ pour Ω_I . Le modèle discret résultant de la mise en oeuvre de la méthode des différences finies regroupe trois équations distinctes, dont chacune d'elles correspond à une maille ou un ensemble de mailles spécifique :

- Ensemble 1 : mailles Ω_i telles que $2 \leq i \leq I - 1$
- Ensemble 2 : maille Ω_1
- Ensemble 3 : maille Ω_I

2.1.5 Points faibles de la méthode

2.1.5.1 Procédures de simulation directe et inverse

Le jeu d'équations discrètes est au coeur de deux procédures de simulation numérique programmées sous le langage Matlab® : la première, dite procédure de simulation directe, a pour rôle de générer les signaux de pression attendus d'un test Pulse Decay exécuté dans une configuration expérimentale donnée tandis que la seconde, dite procédure de simulation inverse, a pour rôle complémentaire d'exploiter les enregistrements, synthétiques ou réellement mesurés, dans l'optique d'en extraire des estimations de la perméabilité intrinsèque et du coefficient de Klinkenberg propres au système analysé. L'identification des propriétés par le biais de la procédure inverse repose sur un algorithme d'optimisation de type moindres carrés, l'algorithme de Levenberg-Marquardt [66], qui minimise la fonction χ explicitée par :

$$\chi(k_i, b) = \sum_{\iota=1}^{NM} \left[\frac{f_{mes}(t_\iota) - f_{sim}(t_\iota, k_i, b)}{\sigma_\iota} \right]^2 \quad (2.16)$$

où f désigne le signal interprété (généralement la différentielle de pression $\Delta P = P_e - P_s$ pour un essai ordinaire ou la pression P_e pour un essai en mode Draw Down), f_{mes} la valeur de f mesurée à la date t_ι , f_{sim} la valeur de f simulée à cette même date pour les valeurs courantes de k_l et b et σ_ι l'écart-type sur f_{mes} . L'annexe A fournit davantage de détails sur l'algorithme de Levenberg-Marquardt. Quant aux tableaux 2.1a et 2.1b, le premier renferme les paramètres d'entrée de la procédure directe et le second ceux de la procédure inverse.

Symbole	Paramètre
D	Diamètre de la carotte
L	Longueur de la carotte
k_l	Perméabilité intrinsèque
b	Coefficient de Klinkenberg
ϕ	Porosité
V_e	Volume du réservoir amont
V_s	Volume du réservoir aval
VM	Volume mort en entrée de la carotte
$P_{e,0}$	Pression dans $V_e + VM$ à $t = 0$
P_{in}	Pression dans V_p et V_s à $t = 0^-$
dP	Erreur sur la mesure
t_f	Durée de la simulation
Δt	Pas de temps d'échantillonnage
μ	Viscosité dynamique du gaz
I	Nombre de mailles

(a) Procédure de simulation directe

Symbole	Paramètre
D	Diamètre de la carotte
L	Longueur de la carotte
ϕ	Porosité
V_e	Volume du réservoir amont
V_s	Volume du réservoir aval
VM	Volume mort en entrée de la carotte
$P_{e,0}$	Pression dans $V_e + VM$ à $t = 0$
P_{in}	Pression dans V_p et V_s à $t = 0^-$
μ	Viscosité dynamique du gaz
I	Nombre de mailles

(b) Procédure de simulation inverse

Tableau 2.1 – Paramètres d'entrée

Dans le cas présent, comme dans toute la suite, le bruit Br introduit sur le signal simulé assimilé à la mesure de la pression P vérifie :

$$Br = \frac{dP}{100} s \frac{\max(P)}{3} \quad (2.17)$$

où s est un nombre aléatoire d'écart-type unitaire. Le coefficient 3 a été pris ainsi afin que l'erreur sur le signal représente trois écarts-types du bruit (si le bruit est gaussien), c'est-à-dire afin que le signal bruité contienne 99.7 % des valeurs si ces dernières avaient été réellement mesurées. Par ailleurs, toutes les simulations de ce manuscrit de thèse impliquent pour valeur du coefficient de Klinkenberg celle calculée à partir de la corrélation de Jones [42] :

$$b = 0.189 * k_l^{-0.36} \quad (2.18)$$

2.1.5.2 Rappels

La sensibilité réduite Sr_ψ du signal f à un paramètre ψ quelconque est définie par :

$$Sr_\psi = \psi \frac{\partial f}{\partial \psi} \quad (2.19)$$

L'étude des courbes de sensibilité aux propriétés ψ_1, \dots, ψ_{Np} permet de trancher sur la possibilité ou non de caractériser simultanément ces Np inconnues en inversant le seul signal f . Notamment, les conditions indispensables pour s'assurer du fait que cette inversion soit faisable et délivre des estimations précises sont de deux ordres :

- Pour toute propriété ψ_ι (où $1 \leq \iota \leq Np$), les variations de la sensibilité Sr_{ψ_ι} doivent être significatives, autrement dit les valeurs prises par Sr_{ψ_ι} doivent être supérieures à la précision du capteur employé pour enregistrer le signal f , sur une période suffisamment longue devant le pas de temps sélectionné pour échantillonner f .
- Pour toute paire de propriétés $(\psi_\iota, \psi_{\kappa \neq \iota})$ (où $1 \leq \kappa \leq Np$), les sensibilités Sr_{ψ_ι} et $Sr_{\psi_{\kappa \neq \iota}}$ doivent être non proportionnelles. Si, pour un couple $(\psi_\iota, \psi_{\kappa \neq \iota})$ quelconque, un coefficient de proportionnalité relie Sr_{ψ_ι} à $Sr_{\psi_{\kappa \neq \iota}}$, ceci signifie que ψ_ι et $\psi_{\kappa \neq \iota}$ sont corrélés, autrement dit que les fluctuations de f ne peuvent être attribuées à l'une ou l'autre de ces propriétés et par conséquent, que leur estimation simultanée par interprétation du seul signal f est impossible.

2.1.5.3 Paramètres influant sur les estimations de k_l , b et ϕ

La littérature compte plusieurs références dans lesquelles sont exposées les conclusions d'études de sensibilité qui visent à mettre en lumière les paramètres expérimentaux susceptibles d'avoir une influence sur la précision des résultats issus de l'interprétation des données enregistrées au cours d'un essai Pulse Decay. Les premiers travaux sur le sujet datent de 1997. Finsterle et Persoff [22] y résolvent numériquement leur propre formulation du problème physique à partir du code de calcul de type éléments finis « Tough2 ». La solution obtenue leur permet de simuler, dans des configurations variées, les excitations et réponses correspondantes. Chaque paire de signaux synthétiques est ensuite exploitée grâce au code de calcul « ITough2 », qui procède à la détermination simultanée de la perméabilité intrinsèque, du coefficient de Klinkenberg et de la porosité, en inversant séparément les deux courbes relevées. Dans le cas simple où les données traitées proviennent du même test, Finsterle et Persoff prouvent que les estimations sont biaisées bien que les sensibilités soient excellentes.

L'examen de la matrice de covariance révèle que ce phénomène est causé par la corrélation de la perméabilité intrinsèque et du coefficient de Klinkenberg (cf. annexe A). Sur le graphe de la figure 2.3a sont montrées les courbes de sensibilité du signal amont (seul signal conservé dans ce qui suit) aux propriétés inconnues et sur le graphe de la figure 2.3b est reportée la courbe de corrélation de la perméabilité intrinsèque et du coefficient de Klinkenberg, ceci pour un système de dimensions : $D = 4.00 * 10^{-2} m$, $L = 6.00 * 10^{-2} m$ et de propriétés : $k_l = 1.00 * 10^{-19} m^2$, $b = 1.31 * 10^6 Pa$, $\phi = 1.00 * 10^{-2}$, dont le maillage totalise : $I = 2.00 * 10^2$ noeuds, les paramètres restants, d'ordre expérimental, étant : $V_e = V_s = 1.00 * 10^{-5} m^3$, $VM = 0$, $P_{e,0} = 3.50 * 10^6 Pa$, $P_{in} = 1.00 * 10^5 Pa$, $dP = 5.50 * 10^{-2} \%$, $t_f = 5.40 * 10^3 s$, $\Delta t = 1.00 s$, $\mu = 1.80 * 10^{-5} Pa.s$.

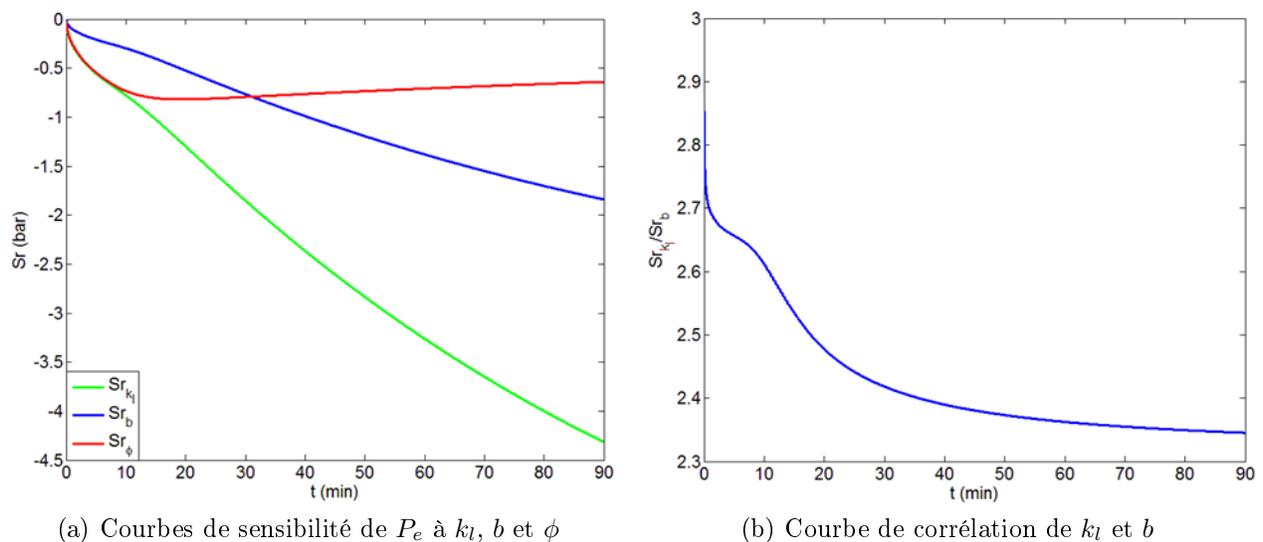


FIGURE 2.3 – Résultats de l'étude de sensibilité

Les conclusions établies par Finsterle et Persoff sont appuyées par le fait que les courbes de sensibilité à la perméabilité intrinsèque et au coefficient de Klinkenberg deviennent quasiment proportionnelles au bout de 50 *min* environ. Concernant la porosité, le signal de pression amont est peu sensible à cette propriété. Par ailleurs, les fluctuations de la courbe de sensibilité qui lui est associée sont concentrées exclusivement sur une très brève période, qui concorde entièrement avec la phase d'accumulation du fluide dans le réseau de pores du milieu. Il apparaît donc clairement que la porosité ne peut être estimée simultanément avec la perméabilité intrinsèque et le coefficient de Klinkenberg, par le biais d'un essai classique (opéré en mode Draw Down ou non). Pour remédier à la corrélation de la perméabilité intrinsèque et du coefficient de Klinkenberg, Finsterle et Persoff proposent de modifier la procédure de calcul inverse de telle sorte que l'interprétation se fasse, en parallèle, sur les signaux extraits de trois expériences conduites à des niveaux de pression distincts. Dans un article datant de 2011, portant sur une méthode d'estimation de la perméabilité intrinsèque et du coefficient de compressibilité isotherme, Civan *et al* [16] appuient leurs prédécesseurs

sur la nécessité de multiplier les tests Pulse Decay, dans des configurations expérimentales variées, pour empêcher, par l'exploitation simultanée des différentes séries de mesures, toute corrélation entre les propriétés. Malgré le bénéfice apporté par leur initiative, Finsterle et Persoff indiquent que les résultats n'en restent pas moins imprécis, compte tenu des fuites de gaz dans le dispositif et de l'erreur de mesure sur la valeur initiale du pulse de pression. Cette seconde source d'incertitude, inévitable dans la pratique, est au centre du graphe de la figure 2.4, qui constitue un enregistrement réel, déclenché à la libération d'un incrément de pression de 16 *bars* d'un réservoir dans un autre à pression atmosphérique.

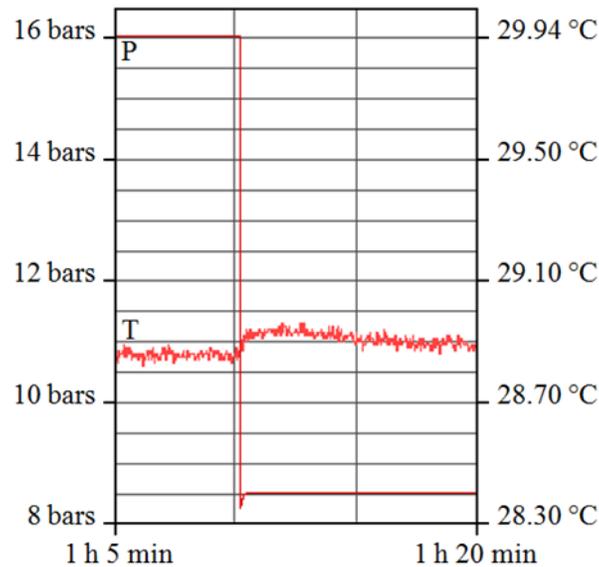


FIGURE 2.4 – Temps courts des enregistrements de pression et de température

Ce signal est nettement perturbé sur les quelques secondes ayant suivi l'ouverture de la vanne isolant le réservoir sous pression du reste du montage, d'où la difficulté de déterminer proprement la valeur de l'excitation après détente du gaz du réservoir amont dans le volume mort qui lui est connecté. La démarche adoptée par Finsterle et Persoff pour éliminer les effets sur les valeurs estimées des propriétés des erreurs d'expérimentation que représentent les fuites de gaz ou encore les variations de pression provoquées à l'émission du pulse est d'intégrer le débit de fuite ainsi que la valeur initiale de l'incrément au nombre des paramètres à estimer. En 2006, Jannot *et al* [38] construisent à leur tour une solution numérique au problème physique modélisant l'expérience Pulse Decay, solution au coeur des deux procédures de simulation décrites paragraphe 2.1.5.1. A titre de rappel, la porosité est considérée, dans ces travaux, comme une donnée d'entrée de la procédure de calcul inverse, en accord avec la précédente conclusion selon laquelle la porosité ne peut être identifiée simultanément avec la perméabilité intrinsèque et le coefficient de Klinkenberg. Pour plusieurs séries de paramètres, les auteurs analysent les sensibilités de la différentielle de pression à la perméabilité intrinsèque et au coefficient de Klinkenberg ainsi que les écarts-types sur les estimations de ces propriétés, avec

pour but de définir la configuration expérimentale optimale pour leur caractérisation simultanée. Ils aboutissent à la conclusion que la précision sur les estimations est maximale quand, dans le même temps, le dispositif Pulse Decay est utilisé en mode Draw Down, l'intensité du pulse est adaptée à la perméabilité du milieu et le test est stoppé à l'équilibre dynamique. Ils soutiennent par ailleurs que les paramètres restants, volume du réservoir amont et dimensions de la carotte, ne jouent aucunement sur les valeurs estimées de la perméabilité intrinsèque et du coefficient de Klinkenberg mais influent sur la cinétique de l'essai. Deux ans plus tard, Jannot *et al* [37] poursuivent leur étude numérique en se focalisant spécifiquement sur la détérioration de la précision des estimations, due aux erreurs sur les mesures des paramètres expérimentaux nécessaires à l'interprétation. Leur démarche consiste notamment à simuler, dans diverses configurations expérimentales, des paires de signaux de pression amont et aval, qu'ils inversent ensuite séparément en biaisant successivement chacun des paramètres d'entrée de la procédure de calcul inverse. Ils établissent ainsi que l'incertitude sur le volume du réservoir amont, sur le diamètre de la carotte ou encore sur la longueur de cette dernière ne possède pas de réelle influence sur les valeurs estimées de la perméabilité intrinsèque et du coefficient de Klinkenberg. Par contre, toute erreur sur la porosité se répercute sur les résultats, qui perdent davantage encore en qualité si le volume mort en sortie du réservoir amont est omis lors de la modélisation du problème.

2.1.5.4 Impact sur les estimations de k_l et b d'un biais sur $P_{e,0}$, ϕ ou V_e

La méthode d'analyse de Jannot *et al* [37] est ici reprise dans le but de cerner les effets, sur les valeurs estimées des propriétés accessibles par un test Pulse Decay, d'une erreur de mesure sur le volume du réservoir amont, sur la valeur initiale du pulse de pression ou sur la porosité. Les paramètres nominaux utilisés dans la procédure directe (qui se distinguent dans ce paragraphe par un indice n des paramètres utilisés dans la procédure inverse) restent ceux sélectionnés pour le tracé des graphes de la figure 2.3a, excepté le volume du réservoir aval dont la valeur a été choisie très grande afin de se placer dans les conditions d'un test mené en mode Draw Down. Le tableau 2.2 contient les erreurs relevées sur la perméabilité intrinsèque et le coefficient de Klinkenberg en biaisant successivement, dans la procédure inverse :

- la valeur de V_e : $V_e = V_{e,n} - VM$ où $VM = 10 \% V_{e,n}$
- la valeur de $P_{e,0}$: $P_{e,0} = P_{e,0,n} + 0.30 \% P_{e,0,n}$, le biais sur ce paramètre ayant été choisi d'après l'amplitude de la perturbation mise en évidence sur le graphe de la figure 2.4
- la valeur de ϕ : $\phi = \phi_n \pm 10 \% \phi_n$, le biais sur ce paramètre étant la moitié de celui attendu sur une mesure de pycnométrie accomplie à un tel niveau de porosité.

	$k_{l,PD} (m^2)$	$b_{PD} (Pa)$	$Ec_{k_l} (\%)$	$Ec_b (\%)$
$V_{e,n} - 10 \% V_{e,n}$	$4.01 * 10^{-20}$	$4.92 * 10^6$	59.9	275.6
$P_{e,0,n} + 0.30 \% P_{e,0,n}$	$1.73 * 10^{-19}$	$8.52 * 10^4$	72.8	93.5
$\phi_n + 10 \% \phi_n$	$4.96 * 10^{-20}$	$4.26 * 10^6$	50.4	225.4
$\phi_n - 10 \% \phi_n$	$1.62 * 10^{-19}$	$1.94 * 10^5$	62.1	85.2

Tableau 2.2 – Estimations de k_l et b et erreurs sur les estimations

Il est à noter que l'écart Ec_ψ entre deux valeurs ψ_1 et ψ_2 relatives à une même propriété ψ , où ψ désigne k_l , b (ou ϕ) et où ψ_2 constitue le résultat théoriquement attendu, est calculé à partir de la relation :

$$Ec_\psi = \frac{|\psi_1 - \psi_2|}{\psi_2} * 100 \quad (2.20)$$

Il ressort de l'étude du tableau 2.2 qu'une erreur, même faible, sur le volume du réservoir amont, sur la valeur initiale du pulse de pression ou encore sur la porosité altère sensiblement la précision sur les valeurs estimées de la perméabilité intrinsèque et du coefficient de Klinsenberg. A la liste des paramètres expérimentaux ayant un impact significatif sur la qualité des résultats tirés de la méthode Pulse Decay viennent se greffer de potentielles fuites de gaz [22], généralement décelées dans la zone pressurisée du montage, ainsi que de multiples perturbations thermiques [76] qui surviennent à la libération du pulse de pression, comme visible sur le graphe de la figure 2.4. La détente du gaz du réservoir amont dans le volume mort amont puis dans le volume de pore du milieu génère un refroidissement brutal du gaz en écoulement. En réponse, un réchauffement progressif se met en route par convection et rayonnement de chaleur depuis les parois du dispositif, dont la température est celle de la pièce ou de l'étuve. Ces deux phénomènes antagonistes se superposent ensuite sur toute la durée restante de l'expérience, le refroidissement étant néanmoins prédominant aux temps courts, lorsque le taux de variation de la pression est le plus élevé. La section suivante présente une nouvelle méthode de mesure, dite Step Decay, qui constitue une avancée majeure dans le domaine de la caractérisation des propriétés des matériaux poreux en régime instationnaire, étant donné que l'élément novateur sur lequel repose la technique élimine l'influence, sur la précision des valeurs estimées des propriétés recherchées, de la quasi totalité des erreurs expérimentales précédemment considérées.

2.2 Performances de la méthode Step Decay

2.2.1 Spécificités des modèles physique et numérique

La technique brevetée Step Decay [55] se distingue de la technique Pulse Decay, dont elle dérive, par un certain nombre de spécificités qui tirent toutes leur origine du même fait, à savoir que la procédure de calcul inverse sur laquelle elle repose, procédure traitant séparément le signal de pression amont et le signal de pression aval, considère pour donnée d'entrée du modèle l'excitation complète et non plus sa valeur initiale uniquement, la réponse étant par conséquent le seul enregistrement exploité. En d'autres termes, interpréter les signaux expérimentaux selon la méthodologie Step Decay consiste à estimer les grandeurs inconnues de la fonction de transfert permettant de décrire la mesure du signal de sortie, connaissant la mesure du signal d'entrée.

2.2.2 Points forts de la méthode

Le fait qu'en entrée de l'échantillon la condition traduisant la conservation du débit soit substituée par une condition de Dirichlet en pression rompt toute dépendance du modèle

physique vis-à-vis de deux paramètres expérimentaux : le volume du réservoir amont et la valeur initiale du pulse, dont la détermination devient donc inutile. Ceci présente un avantage considérable, étant donnée la difficulté de mesurer précisément le volume mort de petite dimension localisé entre la vanne de sortie du réservoir amont et la section d'entrée de la carotte ainsi que la valeur du pulse après détente du gaz du réservoir amont dans ce même volume mort. Le tableau 2.3 fournit les paramètres requis pour le lancement de la procédure inverse Step Decay, qui repose sur l'algorithme de Levenberg-Marquardt (cf. annexe A) de même que la procédure inverse Pulse Decay.

Symbole	Paramètre
D	Diamètre de la carotte
L	Longueur de la carotte
V_s	Volume du réservoir aval
μ	Viscosité dynamique du gaz
I	Nombre de mailles

Tableau 2.3 – Paramètres d'entrée de la procédure de simulation inverse

La nouveauté consistant à mesurer et non plus simuler le signal de pression en entrée du système possède un intérêt supplémentaire, à savoir que l'excitation peut renfermer des irrégularités de toute sorte, provoquées par des fuites de gaz, par des perturbations thermiques ou encore par l'existence d'un volume mort, sans que ceci constitue une source d'erreur pour l'estimation (tant que les propriétés du matériau restent insensibles aux divers facteurs produisant ces irrégularités). Compte tenu des libertés permises sur la forme de l'excitation par l'innovation considérée, l'expérimentateur se trouve même en position de moduler ce signal à sa guise. La dénomination Step Decay est née de la volonté des concepteurs de la méthode de travailler avec une succession de pulses de pression mais absolument rien ne défend la génération d'excitations plus complexes : sinusoïde, créneaux, dents de scie... Parmi tous les bénéfices apportés par la modulation de l'excitation (détaillés dans ce qui suit), l'un d'eux concerne la possibilité d'initialiser la procédure inverse Step Decay par une phase de pré-estimation de la perméabilité intrinsèque et du coefficient de Klinkenberg, dont le but consiste à calculer des valeurs approchées de ces propriétés, qui sont ensuite combinées à une valeur de porosité choisie arbitrairement pour composer un triplet, utilisé pour démarrer l'algorithme de Levenberg-Marquardt et en faciliter ainsi la convergence. Cette opération de pré-estimation, qui est particulièrement utile quand les propriétés du matériau étudié sont totalement inconnues, est opérée par le biais d'un modèle proposé par Jannot et Lasseux [55], détaillé en annexe B. Sur la figure 2.5 est schématisé un dispositif Step Decay type, qui ne diffère du dispositif Pulse Decay (cf. figure 2.1) que par la présence du réservoir tampon de volume V_t et de la vanne associée v_t .

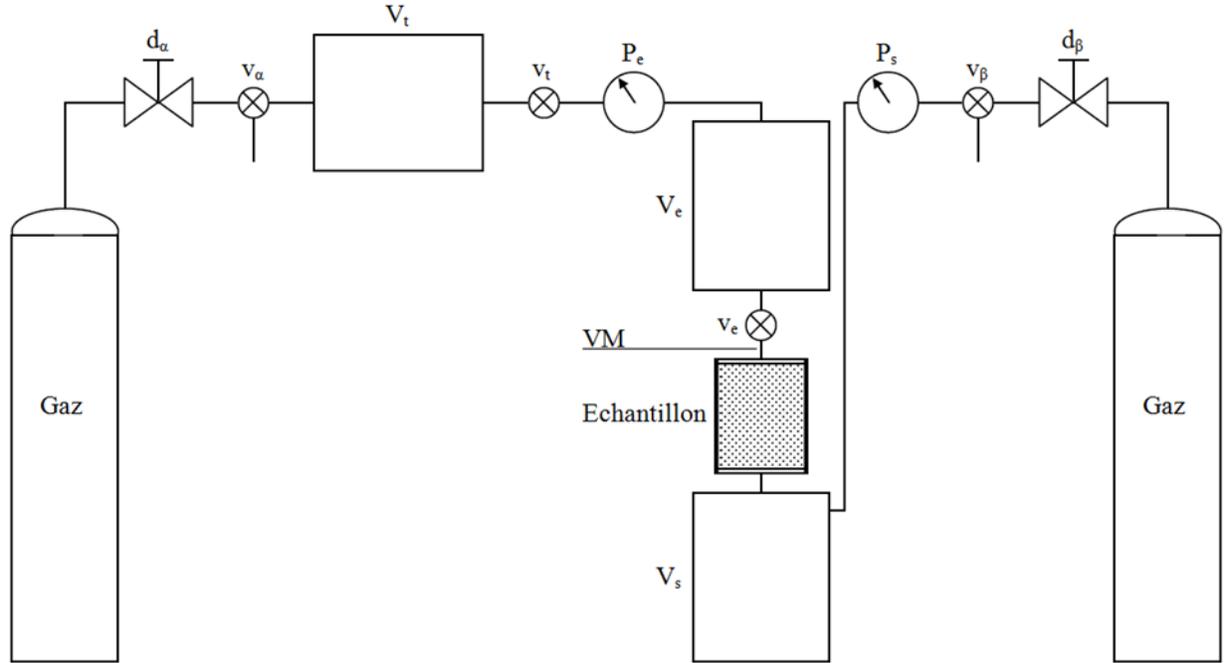


FIGURE 2.5 – Schéma de principe d'un dispositif Step Decay

Le protocole expérimental suivi pour mener une expérience Step Decay classique, autrement dit basée sur l'application de plusieurs pulses de pression, se décompose en cinq temps principaux qui succèdent à la phase préliminaire de préparation de l'échantillon (phase consistant à porter à la consigne P_c la pression de confinement s'exerçant sur la carotte enveloppée de sa jaquette, par injection continue d'un fluide dans la cellule Hassler®) :

- Dans un premier temps, la cellule est connectée au dispositif, puis les vannes v_α , v_β et v_t sont ouvertes, la vanne v_e étant fermée, pour que les réservoirs V_e , V_s et V_t puissent être alimentés en gaz. Le détendeur d_α est réglé de telle sorte que la pression dans les réservoirs V_e et V_t atteigne la consigne $P_{e,0}^1$ et le détendeur d_β de telle sorte que la pression dans le réservoir V_s et dans le volume de pore de la carotte atteigne la consigne P_{in} , inférieure à $P_{e,0}^1$.
- Dans un deuxième temps, les arrivées de gaz sont coupées par la fermeture des vannes v_α et v_β , puis les enceintes V_e et V_t sont isolées l'une de l'autre par celle de la vanne v_t .
- Dans un troisième temps, le pulse de pression est libéré de la chambre V_e dans le volume de pore du milieu en ouvrant la vanne v_e , l'enregistrement des pressions P_e et P_s étant démarré simultanément.
- Dans un quatrième temps, le pulse de pression suivant est préparé dans le réservoir V_t , peu de temps avant que se termine la durée d'enregistrement t_{enr}^1 affectée à la consigne $P_{e,0}^1$. Plus précisément, la vanne v_α est ouverte et le détendeur d_α réglé pour que la pression dans le réservoir V_t soit incrémentée de la valeur de la différence $P_t - P_{e,0}^1$, la valeur de P_t étant calculée de telle manière que la pression dans le réservoir V_e se stabilise, après le déclenchement du pulse, à la nouvelle consigne désirée $P_{e,0}^2$:

$$P_{e,0}^2 = \frac{P_t V_t + P_e V_e}{V_t + V_e} \quad (2.21)$$

- Dans un cinquième temps, le pulse de pression en attente est émis de la chambre V_t dans la chambre V_e , par une brève ouverture de la vanne v_t , opérée au terme de la période t_{enr}^1 . Les opérations propres aux quatrième et cinquième temps de ce protocole sont répétées pour chacune des consignes restantes $P_{e,0}^\iota$, où $3 \leq \iota \leq NP$, NP étant le nombre total de pulses, compte tenu des durées d'enregistrement t_{enr}^ι , où $2 \leq \iota \leq NP - 1$.

La littérature ne mentionne qu'une référence traitant de la caractérisation des propriétés physiques de matériaux poreux peu perméables, par interprétation d'une réponse engendrée par une excitation modulée. Dans l'article concerné, paru en 2010, Wang et Knabe [88] reprennent une méthode de mesure (du début des années 90 [23]) qui autorise la détermination simultanée de la perméabilité apparente et de la capacité de stockage en régime quasi-permanent, pour l'appliquer à l'étude des roches non conventionnelles. Le principe de cette méthode, dite « méthode harmonique », consiste à exciter la carotte par une onde de pression sinusoïdale, d'amplitude et de fréquence connues, la pression de pore étant au préalable stabilisée à une consigne prédéfinie. La réponse enregistrée est elle-même une sinusoïde, atténuée et déphasée par rapport à l'excitation. La perméabilité et la capacité de stockage sont déduites du rapport des amplitudes des deux ondes et du déphasage entre celles-ci. Le coefficient de Klinkenberg est obtenu grâce à une régression linéaire type, sous réserve que le test ait été répété à différents niveaux de pression de pore. Il est à noter que le modèle analytique utilisé suppose que la compressibilité du gaz est constante. Wang et Knabe justifient cette hypothèse par le fait que la pression varie peu, l'amplitude de l'oscillation n'excédant pas 5 % de la pression de pore initiale. La méthode Step Decay possède un ultime point fort dont la méthode harmonique est démunie, bien que cet avantage n'est dû qu'aux effets inhérents à la modulation de l'excitation.

Symbole	Paramètre
D	Diamètre de la carotte
L	Longueur de la carotte
k_l	Perméabilité intrinsèque
b	Coefficient de Klinkenberg
ϕ	Porosité
V_e	Volume du réservoir amont
V_s	Volume du réservoir aval
NP	Nombre de pulses de pression
$P_{e,in}$	Pression dans V_e à $t = 0^-$
P_{in}	Pression dans V_p et V_s à $t = 0^-$
$P_{e,max}$	Pression maximale dans V_e
dP	Erreur sur la mesure
t_f	Durée de la simulation
Δt	Pas de temps d'échantillonnage
μ	Viscosité dynamique du gaz
I	Nombre de mailles

Tableau 2.4 – Paramètres d'entrée de la procédure de simulation directe

Afin d'en démontrer la nature, une procédure de simulation directe de l'expérience Step Decay a été développée, les paramètres d'entrée étant répertoriés dans le tableau (2.4).

Soit le système de dimensions : $D = 4.00 * 10^{-2} m$, $L = 6.00 * 10^{-2} m$ et de propriétés : $k_l = 1.00 * 10^{-19} m^2$, $b = 1.31 * 10^6 Pa$, $\phi = 1.00 * 10^{-2}$, sélectionné pour la génération du signal de pression amont auquel sont associées les courbes de sensibilité du graphe de la figure 2.3a, obtenues pour les volumes de réservoir : $V_e = V_s = 1.00 * 10^{-5} m^3$ et pour la valeur initiale du pulse de pression : $P_{e,0} = 3.50 * 10^6 Pa$. Sur le graphe de la figure 2.6a sont tracées les courbes de sensibilité aux propriétés k_l , b et ϕ correspondant au signal de pression aval provenant de la simulation Step Decay lancée pour le même système, les mêmes volumes de réservoir et les paramètres restants : $P_{e,in} = P_{in} = 1.00 * 10^5 Pa$, $P_{e,max} = P_{e,0}$, $dP = 0$, $t_f = 5.40 * 10^3 s$, $\Delta t = 1.00 s$, $\mu = 1.80 * 10^{-5} Pa.s$, $I = 2.00 * 10^2$. De sorte que seuls les effets de la modulation de l'excitation influent sur les courbes de sensibilité, la valeur de $P_{e,max}$ a été prise égale à celle de $P_{e,0}$ et la valeur de t_f à celle fixée pour la simulation Pulse Decay. Concernant les intensités et durées de pulse, la procédure de calcul directe attribue, par défaut, à chaque incrément de l'excitation, une même valeur initiale $P_{e,0}$ déduite de :

$$P_{e,0} = \frac{P_{e,max} - P_{e,in}}{NP} \quad (2.22)$$

ainsi qu'une même durée d'enregistrement t_{enr} donnée par l'arrondi du rapport :

$$t_{enr} = \frac{t_f}{\Delta t} \quad (2.23)$$

Il reste néanmoins possible de préciser pulse par pulse les valeurs retenues pour ces deux paramètres. Quand ces dernières ne sont pas définies, il est implicitement supposé que les valeurs utilisées pour la simulation ont été tirées des formules (2.22) et (2.23).

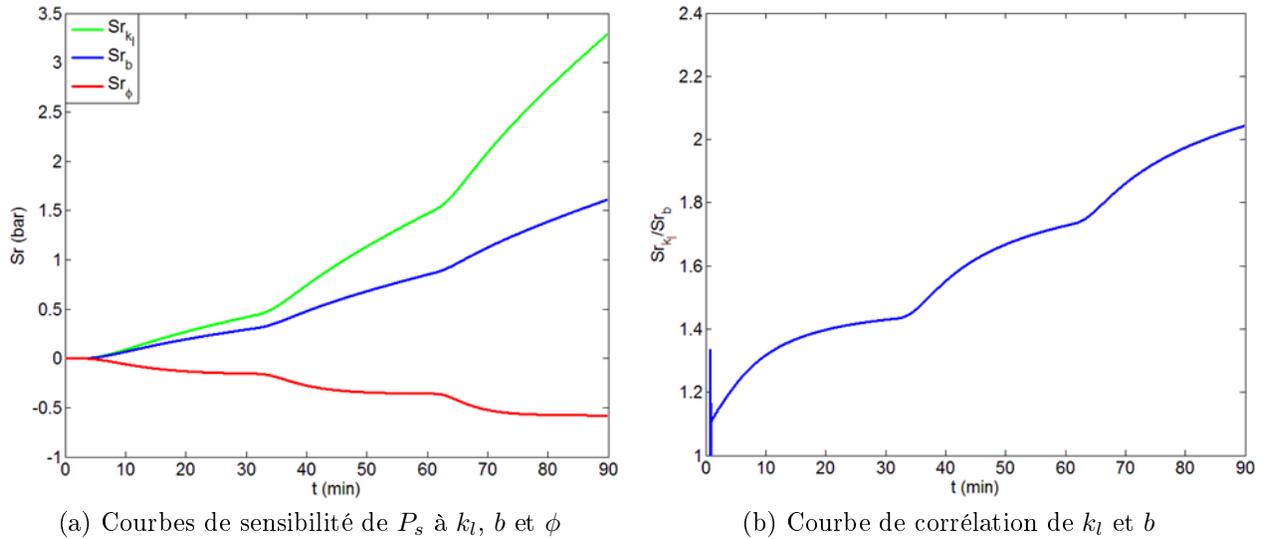


FIGURE 2.6 – Résultats de l'étude de sensibilité

Il résulte de la mise en confrontation des graphes des figures 2.3a et 2.6a que les différentes courbes de sensibilité sont nettement meilleures lorsque l'excitation se compose de plusieurs pulses de pression. En effet, grâce à la modulation du signal amont, la proportionnalité observée entre les sensibilités à la perméabilité intrinsèque et au coefficient de Klinkenberg dans la situation où le milieu est analysé par Pulse Decay se brise, comme confirmé par le graphe de la figure 2.6b sur lequel apparaît la courbe de corrélation des deux propriétés en question, tandis que la sensibilité à la porosité est amenée à fluctuer fréquemment sur toute la durée du test. Ce dernier point tient au fait que multiplier les pulses de pression permet de produire, à de multiples reprises, un phénomène d'accumulation du gaz dans le réseau de pores de l'échantillon, autrement dit d'exciter « les effets temps courts » qui s'avèrent indispensables pour acquérir de la sensibilité à la porosité. Compte tenu des résultats de cette étude de sensibilité, toutes les conditions sont réunies pour autoriser la détermination simultanée, par inversion d'une seule paire de signaux expérimentaux, des trois propriétés k_l , b et ϕ . La méthode Step Decay garantit donc un gain de temps indéniable.

2.2.3 Validation numérique de la méthode

Afin de mettre en lumière tout le potentiel de la méthode Step Decay, des paires de signaux synthétiques bruités ont été générées avec la procédure directe pour divers matériaux de propriétés éloignées, puis inversées successivement avec la procédure complémentaire, en injectant dans cette dernière les valeurs nominales des paramètres employés lors de la simulation directe. Le tableau 2.5 contient, pour chaque matériau, les estimations trouvées, $k_{l,SD}$, b_{SD} et ϕ_{SD} , et erreurs sur ces estimations. Les différents cas traités se définissent ainsi :

- Cas 1 : $k_l = 1.00 * 10^{-17} \text{ m}^2$, $b = 2.49 * 10^5 \text{ Pa}$, $\phi = 1.00 * 10^{-1}$, $NP = 1$, $P_{e,max} = 6.00 * 10^5 \text{ Pa}$, $t_f = 5.00 * 10^2 \text{ s}$
- Cas 2 : $k_l = 1.00 * 10^{-19} \text{ m}^2$, $b = 1.31 * 10^6 \text{ Pa}$, $\phi = 5.00 * 10^{-2}$, $NP = 3$, $P_{e,0} = [6.00 - 16.0 - 36.0] * 10^5 \text{ Pa}$, $t_{enr} = [9.00 - 18.0 - 27.0] * 10^2 \text{ s}$
- Cas 3 : $k_l = 1.00 * 10^{-21} \text{ m}^2$, $b = 6.86 * 10^6 \text{ Pa}$, $\phi = 1.00 * 10^{-2}$, $NP = 4$, $P_{e,0} = [6.00 - 16.0 - 36.0 - 56.0] * 10^5 \text{ Pa}$, $t_{enr} = [1.80 - 7.20 - 9.00 - 10.8] * 10^3 \text{ s}$

Quant aux paramètres restants, conservés pour les trois simulations directes, ceux-ci sont donnés par : $D = 4.00 * 10^{-2} \text{ m}$, $L = 2.00 * 10^{-2} \text{ m}$, $V_e = 1.00 * 10^{-4} \text{ m}^3$, $V_s = 1.00 * 10^{-5} \text{ m}^3$, $P_{e,in} = P_{in} = 1.00 * 10^5 \text{ Pa}$, $dP = 5.50 * 10^{-2} \text{ Pa}$, $\Delta t = 1.00 \text{ s}$, $I = 2.00 * 10^2$, $\mu = 1.80 * 10^{-5} \text{ Pa.s}$.

	$k_{l,SD} \text{ (m}^2\text{)}$	$b_{SD} \text{ (Pa)}$	ϕ_{SD}	$Ec_{k_l} \text{ (\%)}$	$Ec_b \text{ (\%)}$	$Ec_\phi \text{ (\%)}$
Cas 1	$9.98 * 10^{-18}$	$2.50 * 10^5$	$1.00 * 10^{-1}$	0.2	0.5	0.1
Cas 2	$1.00 * 10^{-19}$	$1.31 * 10^5$	$4.99 * 10^{-2}$	0	0.1	0.2
Cas 3	$1.00 * 10^{-21}$	$6.85 * 10^6$	$9.99 * 10^{-2}$	0.1	0.1	0.1

Tableau 2.5 – Estimations de k_l , b et ϕ et erreurs sur les estimations

Il ressort de l'analyse du tableau 2.5 que la technique Step Decay est d'une excellente précision sur de larges gammes de perméabilité et de porosité, sous réserve que les paramètres

2.2. PERFORMANCES DE LA MÉTHODE STEP DECAY

nécessaires au lancement de la procédure de simulation inverse soient connus parfaitement. Dans le but de mieux cerner les performances de la méthode en condition réelle, le travail d'interprétation des signaux a été répété pour le cas 1 et pour le cas 3, en biaisant successivement chacun des paramètres d'entrée susceptibles de renfermer une erreur de mesure, autrement dit en biaisant successivement (sachant que, dans cette sous-section, les paramètres nominaux se distinguent par un indice n des paramètres introduits dans la procédure de calcul inverse) :

- la valeur de D : $D = D_n \pm 1 \% D_n$, le biais sur ce paramètre ayant été choisi d'après l'erreur attendue sur une mesure de longueur au pied à coulisse
- la valeur de L : $L = L_n \pm 2 \% L_n$, le biais sur ce paramètre ayant été choisi sur des considérations identiques
- la valeur de V_s : $V_s = V_{s,n} \pm 3 \% V_{s,n}$, le biais sur ce paramètre ayant été choisi d'après l'erreur attendue sur une mesure de volume par pycnométrie.

Les tableaux 2.6a et 2.6b contiennent, pour le cas 1 et pour le cas 3 respectivement, les valeurs identifiées dans chacune des configurations précédemment fixées pour l'interprétation ainsi que les erreurs qui leur sont associées.

	$k_{l,SD} (m^2)$	$b_{SD} (Pa)$	ϕ_{SD}	$Ec_{k_l} (\%)$	$Ec_b (\%)$	$Ec_\phi (\%)$
$D_n + 1 \% D_n$	$9.78 * 10^{-18}$	$2.50 * 10^5$	$9.82 * 10^{-2}$	2.1	0.5	1.8
$D_n - 1 \% D_n$	$1.02 * 10^{-17}$	$2.50 * 10^5$	$1.02 * 10^{-1}$	1.9	0.5	2.2
$L_n + 2 \% L_n$	$1.02 * 10^{-17}$	$2.50 * 10^5$	$9.82 * 10^{-2}$	1.8	0.5	1.8
$L_n - 2 \% L_n$	$9.78 * 10^{-18}$	$2.50 * 10^5$	$1.02 * 10^{-1}$	2.2	0.5	2.2
$V_{s,n} + 3 \% V_{s,n}$	$1.03 * 10^{-17}$	$2.50 * 10^5$	$1.03 * 10^{-1}$	2.8	0.5	3.2
$V_{s,n} - 3 \% V_{s,n}$	$9.68 * 10^{-18}$	$2.50 * 10^5$	$9.71 * 10^{-2}$	3.2	0.5	2.9

(a) Cas 1

	$k_{l,SD} (m^2)$	$b_{SD} (Pa)$	ϕ_{SD}	$Ec_{k_l} (\%)$	$Ec_b (\%)$	$Ec_\phi (\%)$
$D_n + 1 \% D_n$	$9.81 * 10^{-22}$	$6.85 * 10^6$	$9.80 * 10^{-3}$	1.9	0.1	2.0
$D_n - 1 \% D_n$	$1.02 * 10^{-21}$	$6.85 * 10^6$	$1.02 * 10^{-2}$	2.1	0.1	2.0
$L_n + 2 \% L_n$	$1.02 * 10^{-21}$	$6.85 * 10^6$	$9.80 * 10^{-3}$	2.1	0.1	2.0
$L_n - 2 \% L_n$	$9.80 * 10^{-22}$	$6.85 * 10^6$	$1.02 * 10^{-2}$	1.9	0.1	2.0
$V_{s,n} + 3 \% V_{s,n}$	$1.03 * 10^{-21}$	$6.85 * 10^6$	$1.03 * 10^{-2}$	3.1	0.1	2.9
$V_{s,n} - 3 \% V_{s,n}$	$9.71 * 10^{-22}$	$6.85 * 10^6$	$9.69 * 10^{-3}$	2.9	0.1	3.1

(b) Cas 3

Tableau 2.6 – Estimations de k_l , b et ϕ et erreurs sur les estimations

Il se dégage de ces tableaux que la valeur estimée de b est insensible à une erreur sur la mesure de D , L ou V_s . Une telle erreur se répercute exclusivement sur les valeurs estimées de k_l et ϕ mais ceci de manière négligeable, tant que l'erreur commise reste dans les limites de l'incertitude de mesure relative à l'instrument ou au dispositif employé. Par conséquent, pour garantir une précision optimale sur les estimations de k_l et ϕ , un soin tout particulier doit être apporté à la caractérisation de D , L et V_s .

2.2.4 Validation expérimentale de la méthode

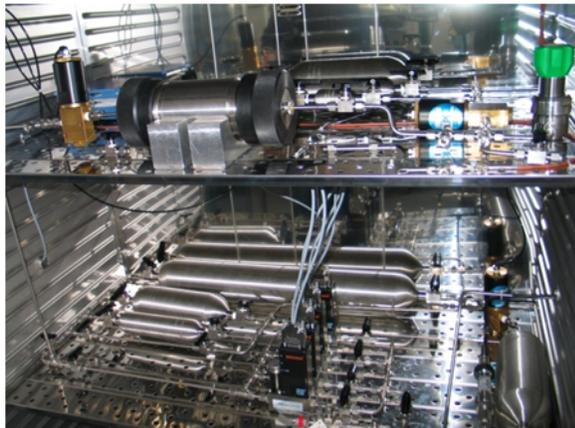
Dans cette dernière sous-section, la méthode Step Decay est validée expérimentalement par des essais comparatifs sur des échantillons de type tight sand dont les propriétés couvrent de larges gammes de perméabilité et de porosité. Le développement qui suit démarre sur une première étude comparative de deux séries de mesures Step Decay accomplies séparément par le laboratoire I2M et par le laboratoire de pétrophysique de TOTAL. Il embraye ensuite sur une seconde étude comparative des estimations issues de la méthode Step Decay et de celles issues de méthodes traditionnelles : méthode stationnaire, Pulse Decay et pycnométrie. Le tableau 2.7 spécifie les essais réalisés sur les cinq échantillons concernés par ces travaux.

Echantillon	Méthode stationnaire	Step Decay	Pulse Decay	Pycnométrie
1	TOTAL	I2M/TOTAL	-	TOTAL
2	-	I2M/TOTAL	-	-
3	-	I2M/TOTAL	-	-
4	-	TOTAL	TOTAL	TOTAL
5	-	TOTAL	TOTAL	TOTAL

Tableau 2.7 – Echantillons et tests associés

2.2.4.1 Dispositifs et protocoles Step Decay

Sur les photographies des figures 2.7a et 2.7b apparaissent les installations Step Decay des laboratoires I2M et TOTAL respectivement. Le dispositif du laboratoire TOTAL est composé de quatre bancs de mesure similaires à celui de la figure 2.7a, qui fonctionnent en parallèle pour permettre une utilisation de la méthode à échelle industrielle.



(a) Laboratoire I2M



(b) Laboratoire TOTAL

FIGURE 2.7 – Dispositifs Step Decay

Quel que soit le dispositif, le banc de mesure qui constitue tout ou partie de ce dernier comporte :

- une bouteille d’azote qui alimente un volume tampon V_t au travers :
 - d’un détendeur d_α suivi d’une vanne v_α pour le dispositif I2M
 - d’un régulateur de pression rp pour le dispositif TOTAL
- une cellule Hassler® dans laquelle la carotte est sertie à l’eau, la pression de confinement P_c exercée étant élevée de manière à recréer les conditions dans lesquelles évolue la roche in-situ
- deux réservoirs V_e et V_s positionnés respectivement en entrée de la cellule Hassler® et en sortie de celle-ci
- deux capteurs de pression absolue P_e et P_s qui enregistrent, pour le premier, l’excitation générée dans V_e et pour le second, la réponse correspondante dans V_s
- une vanne v_e dont l’ouverture déclenche la libération du pulse de pression initial de V_e dans le volume de pore du matériau
- une vanne v_t dont l’ouverture provoque la détente du pulse de pression en attente de V_t dans V_e
- une vanne de fuite v_s , voire pour le dispositif I2M, une deuxième vanne de fuite v_{fuite} , dont l’ouverture, en fin d’expérience, permet la dépressurisation du dispositif complet.

Par ailleurs, en terme d’équipement :

- Les capteurs de pression du dispositif I2M ont tous deux une gamme d’acquisition de 0 – 60 *bars*. Concernant ceux du dispositif TOTAL, les quatre capteurs amont ont une gamme d’acquisition de 0 – 30 *bars* et les quatre capteurs aval de 0 – 10 *bars*.
- Les deux laboratoires procèdent à la saisie des données expérimentales grâce au logiciel Labview®. C’est par ce même logiciel que sont pilotés les divers composants du dispositif automatisé élaboré par le laboratoire TOTAL.
- Le dispositif I2M requiert que soient réglées manuellement les positions des vannes v_{fuite} et v_s , du détendeur d_α et des actionneurs pneumatiques connectés aux vannes v_t et v_e . Quant au dispositif TOTAL, celui-ci intègre pour commande du régulateur de pression rp un convertisseur intensité/pression et ne renferme que des vannes raccordées à des actionneurs pneumatiques, eux-mêmes contrôlés par des électrovannes.
- Les volumes V_t , V_e et V_s diffèrent entre les dispositifs I2M et TOTAL. Les valeurs précises des deux premiers paramètres sont inconnues quel que soit le montage, en raison du fait que celles-ci sont inutiles au lancement de la procédure de calcul inverse. Par contre, les laboratoires I2M et TOTAL ont tous deux soigneusement déterminé le troisième paramètre V_s , par pycnométrie, et ont obtenu :
 - laboratoire I2M : $V_s = 1.29 * 10^{-5} m^3$
 - laboratoire TOTAL : $V_s = 2.65 * 10^{-5} m^3$ pour le banc de mesure employé pour la caractérisation des échantillons 1 et 2 et $V_s = 1.68 * 10^{-4} m^3$ pour celui employé pour la caractérisation de l’échantillon 3.
- Le dispositif I2M est conservé dans une étuve thermostatée dont la consigne est réglée à 30 °C et le dispositif TOTAL dans une pièce climatisée dont la température est maintenue à 19 °C.

Le bref résumé du protocole expérimental sur lequel repose la mise en oeuvre d’un essai Step Decay classique, énoncé en sous-section 2.2.2, est suffisant pour visualiser le fonctionnement des dispositifs de mesure en possession des laboratoires I2M et TOTAL. De plus amples

renseignements sur ce point spécifique sont disponibles en annexe C. Pour terminer :

- Les cinq carottes étudiées ont toutes des dimensions proches des dimensions standards :
 - diamètre $D = 4.00 * 10^{-2} m$
 - longueur $L = 6.00 * 10^{-2} m$.
- Le pas de temps Δt utilisé pour échantillonner les signaux expérimentaux est égal à :
 - 1 s pour le laboratoire I2M
 - 2 s pour le laboratoire TOTAL.
- La pression de confinement P_c retenue par les deux laboratoires est de 100 bars. L'annexe D traite spécifiquement des effets du confinement sur les estimations.
- Quel que soit le test considéré, la pression P_{in} imposée dans le système et le réservoir aval, préalablement au déclenchement du premier pulse de pression, est la pression atmosphérique P_{atm} .
- Les deux laboratoires ont choisi indépendamment le nombre de pulses de pression NP ainsi que les consignes successives $P_{e,0}^{\iota}$ (où $1 \leq \iota \leq NP$) et durées d'enregistrement associées t_{enr}^{ι} . En annexe C figurent différentes procédures expérimentales proposées par le laboratoire I2M pour guider la réalisation d'un essai Step Decay en présence d'un échantillon de longueur donnée et de propriétés inconnues.

2.2.4.2 Résultats des tests Step Decay

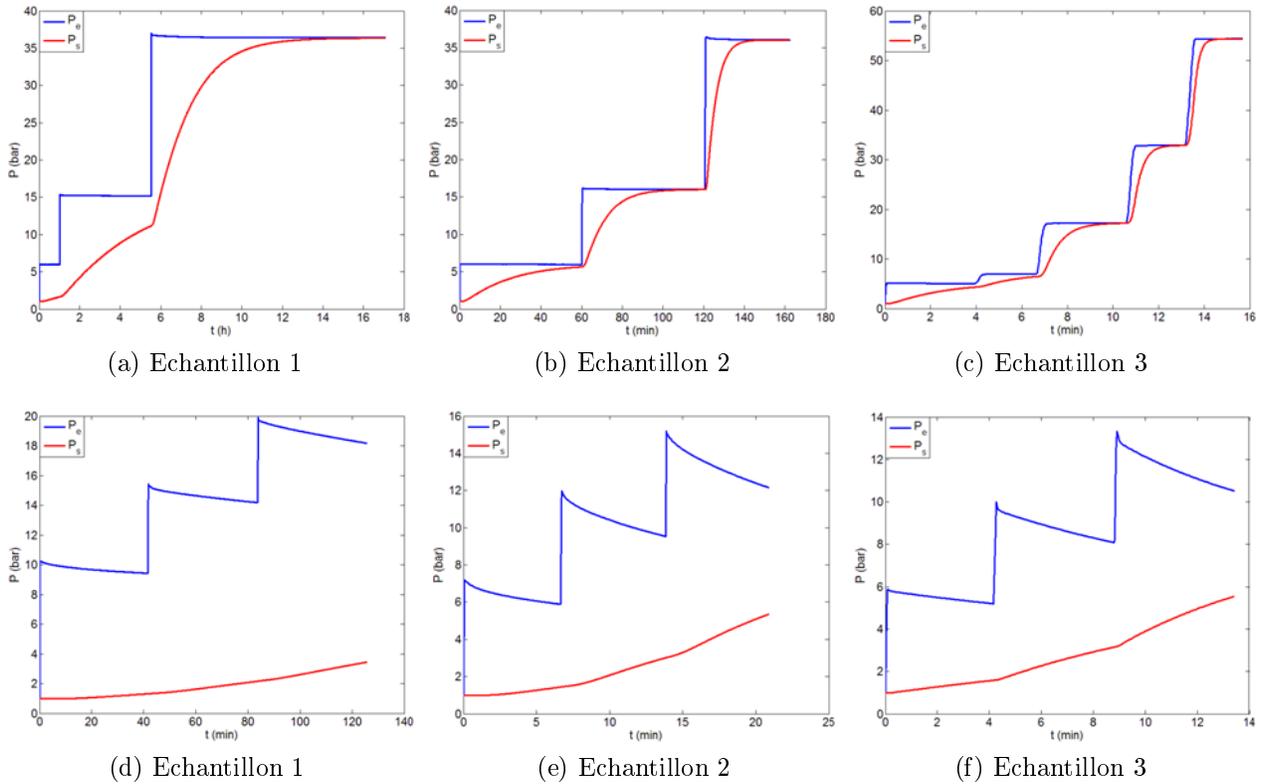


FIGURE 2.8 – Signaux expérimentaux des laboratoires I2M et TOTAL

Pour chacun des échantillons analysés par Step Decay, les graphes des figures 2.8a à 2.8c donnent les signaux expérimentaux du laboratoire I2M tandis que les graphes des figures 2.8d à 2.8f donnent les signaux expérimentaux du laboratoire TOTAL. Quant aux tableaux 2.8a, 2.8b et 2.8c, ceux-ci répertorient respectivement, pour chaque carotte, les résultats du laboratoire I2M (indiqués $I2M$), les résultats du laboratoire TOTAL (indiqués TOT) et les écarts provenant de la mise en comparaison des deux séries de valeurs estimées qui lui sont associées.

Echantillon	$k_{l,SD,I2M} (m^2)$	$b_{SD,I2M} (Pa)$	$\phi_{SD,I2M}$
1	$5.06 * 10^{-19}$	$7.04 * 10^5$	$4.36 * 10^{-2}$
2	$1.41 * 10^{-17}$	$2.50 * 10^5$	$1.25 * 10^{-1}$
3	$2.11 * 10^{-16}$	$8.04 * 10^4$	$1.04 * 10^{-1}$

(a) Estimations de k_l , b et ϕ pour le laboratoire I2M

Echantillon	$k_{l,SD,TOT} (m^2)$	$b_{SD,TOT} (Pa)$	$\phi_{SD,TOT}$
1	$4.06 * 10^{-19}$	$9.24 * 10^5$	$4.57 * 10^{-2}$
2	$1.39 * 10^{-17}$	$3.00 * 10^5$	$1.28 * 10^{-1}$
3	$2.04 * 10^{-16}$	$9.95 * 10^4$	$9.84 * 10^{-2}$

(b) Estimations de k_l , b et ϕ pour le laboratoire TOTAL

Echantillon	$Ec_{k_l} (\%)$	$Ec_b (\%)$	$Ec_\phi (\%)$
1	21.9	27.0	4.7
2	1.4	18.2	2.4
3	3.4	21.2	5.5

(c) Ecart entre les estimations

Tableau 2.8 – Résultats des tests comparatifs de type Step Decay

Il est à noter que la détermination de Ec_ψ , où ψ désigne k_l , b ou ϕ , est ici opérée grâce à une formule autre que la formule (2.20). Soient ψ_1 et ψ_2 deux résultats expérimentaux :

$$Ec_\psi = \frac{|\psi_1 - \psi_2|}{\frac{\psi_1 + \psi_2}{2}} * 100 \quad (2.24)$$

Quelle que soit le milieu analysé, la différence observée entre deux estimations $k_{l,SD}$, b_{SD} ou ϕ_{SD} ne dépasse pas 30 % : cet écart est acceptable pour valider la reproductibilité de la technique Step Decay, compte tenu du fait que les laboratoires ont exécuté leurs essais avec des protocoles distincts. Concernant la propriété k_l , la valeur $k_{l,SD,I2M}$ diverge au maximum de la valeur $k_{l,SD,TOT}$ pour la carotte la moins perméable. Par ailleurs, les valeurs $\phi_{SD,I2M}$ et $\phi_{SD,TOT}$ attribuées à la propriété ϕ sont en parfait accord dans les trois cas tandis que les valeurs $b_{SD,I2M}$ et $b_{SD,TOT}$ attribuées à la propriété b sont, globalement, les plus discordantes.

2.2.4.3 Résultats des tests Step Decay et des tests traditionnels

Le présent paragraphe vient clore cette dernière sous-section traitant de la validation de la méthode Step Decay par une analyse de la répétabilité de la mesure et de la fiabilité des résultats fournis. Les tableaux 2.9a et 2.9b contiennent, pour les échantillons 4 et 5 respectivement, trois séries de valeurs identifiées par Step Decay et, pour chacune des valeurs listées, l'écart qui la sépare de la moyenne des valeurs issues des essais successifs. Il est à noter que cet écart est calculé en appliquant la relation (2.24), dont une composante est la valeur estimée considérée et la composante restante la moyenne de toutes les valeurs trouvées. Par ailleurs, la pression P_c fixée pour le sertissage des échantillons 4 et 5 est de 200 bars.

Test	$k_{l,SD,TOT} (m^2)$	$b_{SD,TOT} (Pa)$	$\phi_{SD,TOT}$	$Ec_{k_l} (\%)$	$Ec_b (\%)$	$Ec_\phi (\%)$
1	$8.27 * 10^{-20}$	$1.46 * 10^6$	$1.10 * 10^{-2}$	5.1	7.1	3.7
2	$8.03 * 10^{-20}$	$1.50 * 10^6$	$9.99 * 10^{-3}$	8.0	9.8	5.9
3	$9.81 * 10^{-20}$	$1.12 * 10^6$	$1.07 * 10^{-2}$	12.0	19.4	0.9
Val. moy.	$8.70 * 10^{-20}$	$1.36 * 10^6$	$1.06 * 10^{-2}$	—	—	—

 (a) Estimations de k_l , b et ϕ et écarts entre les estimations et les valeurs moyennes pour l'échantillon 4

Test	$k_{l,SD,TOT} (m^2)$	$b_{SD,TOT} (Pa)$	$\phi_{SD,TOT}$	$Ec_{k_l} (\%)$	$Ec_b (\%)$	$Ec_\phi (\%)$
1	$9.29 * 10^{-19}$	$8.61 * 10^5$	$6.58 * 10^{-2}$	1.6	2.7	2.3
2	$9.17 * 10^{-19}$	$8.63 * 10^5$	$6.19 * 10^{-2}$	0.3	2.5	3.8
3	$8.97 * 10^{-19}$	$9.32 * 10^5$	$6.52 * 10^{-2}$	1.9	5.2	1.4
Val. moy.	$9.14 * 10^{-19}$	$8.85 * 10^5$	$6.43 * 10^{-2}$	—	—	—

 (b) Estimations de k_l , b et ϕ et écarts entre les estimations et les valeurs moyennes pour l'échantillon 5

Tableau 2.9 – Résultats des tests de répétabilité de la méthode Step Decay

Chacun de ces deux tableaux met en évidence un excellent recoupement des résultats extraits des multiples expériences menées sur la carotte impliquée. En effet, les différents écarts provenant de la mise en opposition des estimations et des valeurs moyennes correspondantes sont, globalement, compris entre 1 et 20 % environ, concernant l'échantillon 4, et de l'ordre de quelques pourcents, concernant l'échantillon 5. La répétabilité de la méthode Step Decay est ainsi validée. Les tableaux 2.10a, 2.11a et 2.12a confrontent, pour trois carottes distinctes, le triplet de valeurs déterminées par Step Decay avec un triplet de valeurs mesurées par le biais de techniques traditionnelles. Notamment, le tableau 2.10a regroupe, pour l'échantillon 1, les valeurs estimées par Step Decay et les valeurs dérivant d'un essai en régime stationnaire, complété par un essai de pycnométrie, tandis que les tableaux 2.11a et 2.12a regroupent, pour les échantillons 4 et 5 respectivement, les valeurs obtenues par moyenne des résultats Step Decay rassemblés dans les tableaux 2.9a et 2.9b respectivement ainsi que les valeurs dérivant d'un essai Pulse Decay, complété par un essai de pycnométrie. Les tableaux 2.10b, 2.11b et 2.12b rassemblent, quant à eux, pour chacune des propriétés recherchées, l'écart, déduit de la relation (2.24), entre les estimations délivrées par la méthode Step Decay et par la méthode ordinaire.

2.2. PERFORMANCES DE LA MÉTHODE STEP DECAY

$k_{l,SD,TOT} (m^2)$	$b_{SD,TOT} (Pa)$	$\phi_{SD,TOT}$	$k_{l,stat} (m^2)$	$b_{stat} (Pa)$	ϕ_{pyc}
$4.06 * 10^{-19}$	$9.24 * 10^5$	$4.57 * 10^{-2}$	$3.29 * 10^{-19}$	$1.42 * 10^6$	$4.45 * 10^{-2}$

(a) Estimations de k_l , b et ϕ

$Ec_{k_l} (\%)$	$Ec_b (\%)$	$Ec_\phi (\%)$
21.0	42.3	2.7

(b) Ecart entre les estimations

Tableau 2.10 – Résultats des tests comparatifs de type Step Decay, stationnaire et pycnométrie pour l'échantillon 1

$k_{l,SD,TOT,moy} (m^2)$	$b_{SD,TOT,moy} (Pa)$	$\phi_{SD,TOT,moy}$	$k_{l,PD} (m^2)$	$b_{PD} (Pa)$	ϕ_{pyc}
$8.70 * 10^{-20}$	$1.36 * 10^6$	$1.06 * 10^{-2}$	$9.73 * 10^{-20}$	—	$1.23 * 10^{-2}$

(a) Estimations de k_l , b et ϕ

$Ec_{k_l} (\%)$	$Ec_b (\%)$	$Ec_\phi (\%)$
11.2	—	14.8

(b) Ecart entre les estimations

Tableau 2.11 – Résultats des tests comparatifs de type Step Decay, Pulse Decay et pycnométrie pour l'échantillon 4

$k_{l,SD,TOT,moy} (m^2)$	$b_{SD,TOT,moy} (Pa)$	$\phi_{SD,TOT,moy}$	$k_{l,PD} (m^2)$	$b_{PD} (Pa)$	ϕ_{pyc}
$9.14 * 10^{-19}$	$8.85 * 10^5$	$6.43 * 10^{-2}$	$9.87 * 10^{-19}$	—	$6.13 * 10^{-2}$

(a) Estimations de k_l , b et ϕ

$Ec_{k_l} (\%)$	$Ec_b (\%)$	$Ec_\phi (\%)$
7.7	—	4.8

(b) Ecart entre les estimations

Tableau 2.12 – Résultats des tests comparatifs de type Step Decay, Pulse Decay et pycnométrie pour l'échantillon 5

La méthodologie suivie pour exécuter chacun des tests ayant servi à la caractérisation des propriétés k_l et b de l'échantillon 1 en régime permanent est celle consistant à imposer un débit de fluide φ_v constant en sortie de la carotte, puis à relever les valeurs des pressions P_e et P_s une fois l'écoulement permanent établi (cf. sous-section 1.4.1). Le dispositif expérimental

2.2. PERFORMANCES DE LA MÉTHODE STEP DECAY

utilisé, en photographie sur la figure 2.9, est doté d'une vanne de contre-pression (localisée en sortie de la cellule Hassler®) dont le rôle se résume à réguler la pression P_s , pour générer des valeurs de pression moyenne contrastées sans recourir à de fortes valeurs de débit qui pourraient engendrer des effets inertiels nuisibles pour la précision des valeurs de k_l et b identifiées. De même que le test Step Decay mené sur l'échantillon 1, ces diverses expériences en régime stationnaire ont été opérées avec de l'azote, à une pression P_c de 100 bars. La photographie de la figure 2.10 montre le dispositif grâce auquel les échantillons 4 et 5 se sont vus appliquer un test Pulse Decay. Ce dispositif, commercialisé par CoreLab sous la dénomination « PDP 200 » (Pulse Decay Permeameter 200), garantit la détermination de la propriété k_l uniquement (la mesure étant accomplie à pression de pore élevée, à savoir $P_p = 800 \text{ psi}$ (soit 55 bars environ), de manière à éliminer les effets Klinkenberg) en exploitant les signaux P_e et P_s , le modèle interprétatif au centre du système de traitement des données étant inconnu. Ces essais Pulse Decay ont tous deux été réalisés avec un incrément de pression de valeur initiale $P_{e,0} = 50 \text{ psi}$ (soit 3.5 bars environ) et, de sorte à harmoniser les conditions expérimentales cadrant ces essais avec celles ayant préalablement cadré les essais Step Decay effectués sur ces mêmes échantillons 4 et 5, avec de l'azote et à une pression P_c de 200 bars. Pour terminer, le pycnomètre ayant permis la caractérisation de la propriété ϕ pour les échantillons 1, 4 et 5 apparaît sur la photographie de la figure 2.11. Cet outil, proposé par Micromeritics, fonctionne selon le protocole énoncé en section 1.3. Les mesures ont toutes trois impliqué un pulse de pression de valeur initiale $P_{e,0} = 1.3 \text{ bars}$ et de l'hélium. Sachant que les tight sands sont pauvres en argile, le fait que les tests Step Decay aient été conduits avec de l'azote ne vient pas fausser grandement la mise en comparaison des valeurs de porosité trouvées par Step Decay et pycnométrie.

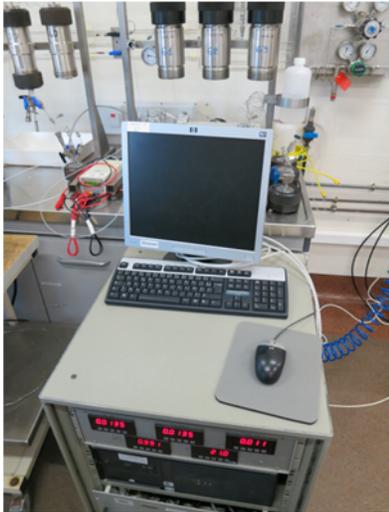


FIGURE 2.9 – Dispositif de mesure en régime stationnaire

2.2. PERFORMANCES DE LA MÉTHODE STEP DECAY



FIGURE 2.10 – PDP 200



FIGURE 2.11 – Pycnomètre

De l'analyse des tableaux 2.10a à 2.12b se dégage :

- un accord satisfaisant des valeurs de k_l estimées par Step Decay et par méthode stationnaire ainsi que des valeurs de k_l estimées par Step Decay et par Pulse Decay, l'écart maximal observé atteignant la valeur acceptable de 21 %
- un accord moins bon des valeurs de b estimées par Step Decay et par méthode stationnaire, l'écart observé entre les deux seules estimations mises en parallèle atteignant 42 %
- un accord satisfaisant des valeurs de ϕ estimées par Step Decay et par pycnométrie, les écarts observés étant tous inférieurs à 15 %.

Le fait que les valeurs du coefficient de Klinkenberg identifiées par Step Decay et par méthode stationnaire soient quelque peu éloignées peut être expliqué par le peu de points (trois exactement) utilisés pour la régression linéaire lors de la mise en oeuvre de la méthode stationnaire. Davantage de tests comparatifs Step Decay/méthode stationnaire sont à prévoir afin de mieux évaluer la validité de la valeur estimée du coefficient de Klinkenberg déterminée par Step Decay. Par ailleurs, il est intéressant de remarquer que les valeurs de perméabilité intrinsèque trouvées par Pulse Decay sont toutes inférieures à celles trouvées par Step Decay, l'écart le plus fort étant celui relevé pour la perméabilité la plus faible. Ceci peut être expliqué par le fait qu'une pression de pore de 55 *bars* est insuffisante pour éliminer intégralement les effets Klinkenberg : la perméabilité estimée au PDP contiendrait donc encore des effets Klinkenberg. Ainsi, le travail expérimental exposé tout au long de cette dernière sous-section témoigne, dans son ensemble, de la fiabilité de la technique Step Decay, tant du point de vue de la répétabilité et de la précision des estimations, validées dans le présent paragraphe, que du point de vue de la reproductibilité de l'expérience, validée dans le précédent paragraphe. Toutefois, compte tenu des hypothèses de travail, tout ceci n'est vrai que pour des échantillons homogènes tels que ceux considérés jusqu'ici. La question des performances de la méthode Step Decay, quand cette dernière est appliquée sur des carottes susceptibles de renfermer des hétérogénéités de tout type : fissure(s), saturation partielle en eau... est au coeur du troisième chapitre de cette thèse.

Chapitre 3

Méthode Step Decay sur carotte hétérogène

3.1 Problème Step Decay sur carotte hétérogène

3.1.1 Bibliographie

La caractérisation des propriétés de milieux hétérogènes est une thématique répandue dans la littérature traitant des gas shales, compte tenu du fait que ces systèmes ont une composition minéralogique fluctuant sur de courtes échelles de longueur et sont fortement prédisposés à se fissurer. Dans leurs travaux datant de 1993, Luffel *et al* [64] illustrent parfaitement le problème de fissuration des roches de réservoir par des images, capturées au microscope pétrographique, de lames minces d'un échantillon provenant de la formation Devonian shale. Celles-ci mettent en évidence que la carotte sélectionnée pour la préparation des lames renfermait majoritairement des fissures discontinues de diamètre variable, quelques fissures continues de grand diamètre, proche de $10\ \mu m$, et peu de fissures continues de petit diamètre, inférieur à $5\ \mu m$. Toutes les fissures répertoriées sont parallèles au litage.

Kamath *et al* [46] sont les premiers à remarquer, en 1990, que les transitoires de pression enregistrés au cours d'un test Pulse Decay se comportent différemment en fonction de la nature, homogène ou hétérogène, du milieu considéré, ceci sous réserve que les volumes des chambres du dispositif soient dimensionnés correctement. Ils démontrent numériquement, en exploitant des signaux synthétiques générés avec un code de type différences finies, que la configuration expérimentale optimale permettant de discerner des écarts entre les excitations ou les réponses relevées pour des systèmes homogène et hétérogène ayant même perméabilité effective consiste à travailler avec des réservoirs identiques, de volume commun inférieur ou égal au volume de pore moyen des échantillons étudiés. Cette contrainte motive leur choix d'un protocole en deux temps. Un premier essai est mené avec des enceintes de grande capacité, de sorte que les propriétés effectives de la roche puissent être déterminées grâce à une solution analytique valable en condition homogène. Un deuxième essai est exécuté, une fois le précédent terminé, avec des enceintes de taille considérablement réduite, dans le but d'exacerber au maximum les éventuels comportements irréguliers causés par les hétérogénéités. Kamath *et al* fournissent les résultats de tests opérés sur un sandstone renfermant une fissure artificielle et sur un stratifié orthogonal comprenant deux couches ayant des épaisseurs

identiques mais des compositions différentes. Ils estiment la perméabilité intrinsèque de la matrice du premier système en superposant aux signaux mesurés plusieurs jeux de signaux synthétiques, simulés pour diverses valeurs du rapport de la transmissivité de la matrice à la transmissivité de la fissure, et identifient les perméabilités intrinsèques des couches du second système ainsi que la position de leur interface en interprétant, avec une solution analytique, les temps courts des signaux extraits de deux essais successifs dans lesquels le pulse de pression est déclenché sur une face du stratifié puis sur l'autre.

Un an plus tard, Hopkins *et al* [32] accomplissent une étude de sensibilité visant à cerner les effets, sur les signaux de pression associés à un échantillon fissuré dont la matrice est peu perméable, des divers paramètres suivants : géométrie de la carotte, propriétés de la fissure, propriétés de la matrice et volumes des réservoirs. En accord avec Kamath *et al*, ils en tirent, pour première conclusion, que conduire la mesure avec des chambres identiques en entrée et sortie, ayant pour volume le volume de pore de la roche examinée, constitue le meilleur moyen pour amplifier les particularités des signaux témoignant du fait que le matériau est hétérogène. Ils constatent par ailleurs que la position de la fissure ne joue que légèrement sur la réponse. Par conséquent, les résultats tirés de l'interprétation des données ne sont pas censés être modifiés énormément que la fissure soit supposée se trouver au centre de la carotte ou non. En revanche, les auteurs recommandent de déterminer précisément le nombre de fissures car la valeur de ce paramètre possède une incidence directe sur la valeur trouvée pour la perméabilité de la matrice. Ils soulignent enfin le fait que la porosité de la fissure ne peut être incluse dans l'ensemble des propriétés estimées car la réponse est insensible au rapport de cette inconnue à la porosité totale. Hopkins *et al* préconisent une méthode de calcul graphique des propriétés de la matrice, perméabilité et porosité, ainsi que de la conductivité (produit de la perméabilité par la largeur effective) de la fissure, qui s'appuie sur une courbe type dont la validité est garantie dans la seule configuration expérimentale où les volumes des réservoirs sont égaux au volume de pore et où le rapport de la longueur de la carotte à sa largeur est égal à 2.

Ning [72] désapprouve la technique développée par Hopkins *et al*, dans la mesure où les conditions indispensables pour autoriser l'exploitation de la courbe type sont difficiles à remplir. Dans ses travaux de thèse datant de 1993 et portant sur la caractérisation de systèmes fissurés, il propose une méthode numérique permettant l'estimation simultanée des propriétés précédemment considérées par Hopkins *et al* : perméabilité de la matrice, porosité de la matrice et conductivité de la fissure, fondée sur l'interprétation des données enregistrées durant un test Pulse Decay. Il soutient le fait que ces trois grandeurs sont calculables simultanément par l'argument selon lequel chacune d'elles influe sur une spécificité bien précise de la réponse. Ning accomplit une résolution analytique du problème posé pour un écoulement de gaz se propageant dans un échantillon parcouru par une unique fissure, traversante et positionnée en son centre. La solution identifiée, puis programmée dans une procédure de simulation inverse, dérive du raccordement de deux solutions dont l'une est vérifiée aux temps courts et l'autre aux temps longs. La première implique pour hypothèse « temps courts » que l'écoulement se faisant des réservoirs du dispositif vers la matrice (selon l'axe des x) ne connaît aucune interaction avec celui généré par les échanges de matière entre la fissure et la matrice (selon l'axe des y). La deuxième, quant à elle, implique pour hypothèse « temps longs » que les pressions dans le réservoir amont, dans le réservoir aval et dans la fissure sont toutes identiques. La validité des simplifications réalisées vient du fait, d'après l'auteur, que la transmissivité de

la fissure prédomine nettement sur celle de la matrice. Il est à noter que la solution complète est corrigée de sorte à rester applicable en présence de systèmes réels, renfermant une ou plusieurs fissure(s) répartie(s) de manière aléatoire. Ning expose les résultats de tests opérés à forte pression de pore, sur 12 carottes fissurées issues de la formation Devonian shale. Les rapports de la perméabilité de fissure à la perméabilité de matrice observés varient entre plus de 8 et pratiquement 11 ordres de grandeur, pour une perméabilité de matrice moyenne de $0.01 nD$ environ. Les perméabilités de fissure ont été déduites des conductivités de fissure, grâce à une formule résultant de la substitution, dans la définition de la conductivité, de la largeur effective par une expression fonction de la seule perméabilité. La relation ayant servi à expliciter la largeur effective suppose implicitement que la porosité de la fissure est de 100 %. Des exemples supplémentaires d'utilisation de la méthode de mesure élaborée par Ning figurent dans la référence [20].

Les derniers travaux détaillés dans les lignes qui suivent se démarquent totalement des précédents. Produits par Chastanet *et al* [12] en 2004, ceux-ci concernent la validité, à grande échelle, de la loi de Klinkenberg quand l'écoulement de gaz traverse, à petite échelle, un système composite combinant deux matériaux poreux, interconnectés, rigides, isotropes et saturés par le gaz, à basse pression. La totalité des résultats évoqués dans cette étude découlent de la mise en pratique, pour des structures périodiques, de la « technique d'homogénéisation à double échelle » dont le principe se résume à parvenir au modèle prédictif du comportement macroscopique de l'écoulement en transposant la description locale. La contrainte indissociable de cette technique classique de mise à l'échelle est que la dimension caractéristique de la cellule périodique doit être très inférieure à celle du système complet. Sous réserve que cette exigence soit effectivement remplie, les multiples variables physiques du problème peuvent être exprimées sous forme de développements asymptotiques en puissances de ε , ce petit paramètre étant le rapport des longueurs caractéristiques microscopique et macroscopique. La démarche suivie dans le but d'aboutir à la description globale consiste à remplacer chacune des variables par le développement qui lui correspond dans la description locale puis à résoudre successivement les problèmes formulés aux différents ordres de ε . Dans la configuration où les deux composants du système sont homogènes, Chastanet *et al* établissent qu'en présence d'un faible contraste de perméabilité intrinsèque, la loi de Klinkenberg est vérifiée si les matériaux possèdent des coefficients de Klinkenberg égaux tandis qu'en présence d'un fort contraste de perméabilité intrinsèque, cette même loi est conservée sans aucune restriction. Dans la configuration où les deux composants du système sont hétérogènes, ils démontrent que la loi macroscopique n'est pas une loi de Darcy-Klinkenberg, quel que soit le contraste de perméabilité intrinsèque envisagé. Par ailleurs, dans la configuration où seul un des deux composants est hétérogène, les auteurs indiquent que la loi de Klinkenberg est toujours respectée.

3.1.2 Modèle physique

3.1.2.1 Système physique

Comme illustré sur la figure 3.1, un échantillon poreux hétérogène quelconque est ici modélisé par un système composé de multiples domaines homogènes Ψ_ι (où $1 \leq \iota \leq ND$, ND étant le nombre de domaines délimités), dont chacun d'eux se caractérise par un jeu de

propriétés physiques $(k_{l,i}, b_i, \phi_i)$ qui lui est propre. Un domaine Ψ_i donné peut représenter :

- une zone ayant une composition minéralogique et une structure uniformes
- une fissure unique, voire un réseau de fissures
- une zone partiellement saturée en eau ou tout autre liquide (supposé(e) immobile) ayant une perméabilité au gaz très faible, le reste du système (entièrement saturé en gaz) ayant une perméabilité au gaz beaucoup plus forte.

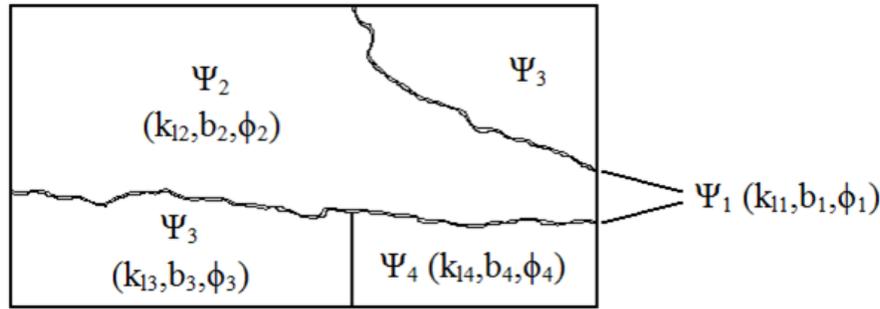


FIGURE 3.1 – Schéma d'un système hétérogène

3.1.2.2 Hypothèses de validité du modèle

Parmi les hypothèses simplificatrices choisies pour modéliser le problème Step Decay en condition homogène (cf. paragraphe 2.1.3.1), celles conservées pour formuler ce même problème en condition hétérogène sont les suivantes :

1. gaz parfait
2. absence d'effets Forchheimer
3. absence d'effets d'accélération
4. absence d'effets de compressibilité à l'échelle du pore
5. absence d'effets de la pesanteur
6. présence d'effets Klinkenberg, modélisés par la loi de Darcy-Klinkenberg sur toute la gamme du nombre de Knudsen associée aux tight gas sands et gas shales
7. dispositif isotherme.

3.1.2.3 Equations continues

L'équation aux dérivées partielles (3.1) à laquelle obéit la variable de pression P en un point quelconque du système est obtenue en combinant l'équation de conservation de la masse (2.5), la loi de Darcy (2.6), la loi de Klinkenberg (2.7) et la loi des gaz parfaits (2.8), écrites pour un écoulement monophasique, faiblement compressible et isotherme. L'analyse du système hétérogène est effectuée en considérant que les trois propriétés k_l , b et ϕ sont des fonctions continues par morceaux, plus précisément des fonctions de valeurs constantes sur une même maille de discrétisation.

$$\frac{\partial P}{\partial t} = \frac{1}{\phi\mu} \nabla \cdot [k_l (P + b) \nabla P] \quad (3.1)$$

A la frontière entre deux régions, la pression et le flux normal sont continus. Ceci se traduit par les conditions aux limites (3.2) et (3.3), où la notation $[\zeta]$ désigne le saut de la quantité ζ à la traversée de la frontière.

$$[P] = 0 \quad (3.2)$$

$$[k_l (P + b) \nabla P \cdot \mathbf{n}] = 0 \quad (3.3)$$

La liste des conditions aux limites se compose également des expressions (3.4) à (3.6), qui concernent non plus les frontières internes à la carotte mais les frontières externes de cette dernière : section d'entrée ($x = 0$), section de sortie ($x = L$) et parois latérales ($y = 0$ et $y = L$) (cf. figure 3.2). Ces relations ont été ainsi posées pour un système de géométrie 2D, qui constitue la seule géométrie considérée dans ce qui suit. Elles résultent toutes, par ailleurs, de bilans de masse similaires à ceux réalisés paragraphe 2.1.3.2.

$$\frac{dP_e}{dt} = \frac{1}{\mu V_e} \int_{S_e} k_l (P_e + b) \frac{\partial P}{\partial x} \Big|_{x=0} dS \quad (3.4)$$

$$\frac{dP_s}{dt} = -\frac{1}{\mu V_s} \int_{S_s} k_l (P_s + b) \frac{\partial P}{\partial x} \Big|_{x=L} dS \quad (3.5)$$

$$\frac{\partial P}{\partial y} \Big|_{y=0 \text{ ou } y=h} = 0 \quad (3.6)$$

Quant aux conditions initiales (3.7) et (3.8), celles-ci précisent respectivement que le pulse de pression émis à la date $t = 0$ impose, en entrée du milieu, la valeur $P_{e,0}$ qui est la sienne après détente du gaz du réservoir amont dans le volume mort amont et que, préalablement au déclenchement du pulse, les pressions dans le matériau et le réservoir aval ont pour valeur commune P_{in} (égale à P_{atm} généralement).

$$P(t = 0, x = 0, y) = P_{e,0} \quad (3.7)$$

$$P(t = 0, x \neq 0, y) = P_{in} \quad (3.8)$$

3.1.3 Modèle numérique

De même qu'en condition homogène, le système englobant les précédentes équations est fortement non linéaire, en raison du fait que la compressibilité du gaz et que la perméabilité au gaz sont toutes deux dépendantes de la pression. Par conséquent, la résolution analytique de ce système ne peut être exécutée sans poser au préalable un certain nombre d'hypothèses simplificatrices, telles que celles proposées par Ning [72]. Notamment, cet auteur expose, dans ses travaux, le calcul d'une solution analytique au problème physique décrivant l'écoulement d'un gaz dans une carotte soumise à un essai Pulse Decay, en omettant les effets Klinkenberg

et en négligeant les imprécisions dues non seulement aux changements de variable indispensables pour linéariser le problème (dont un des deux fait implicitement de la compressibilité du gaz une constante) mais aussi aux approximations temps courts/temps longs sur lesquelles repose la solution complète. L'impact de telles hypothèses sur les valeurs estimées des propriétés recherchées étant difficilement évaluable, le choix d'une solution numérique reste le plus pertinent.

3.1.3.1 Méthode de discrétisation

Comme indiqué paragraphe 3.1.2.3, la configuration 2D est la seule considérée afin de prédire le comportement des signaux transitoires de pression en fonction de l'hétérogénéité, dans des cas numériquement moins coûteux qu'en configuration 3D (cette dernière ne générant pas de difficulté supplémentaire). La carotte hétérogène testée par Step Decay est ainsi assimilée, dans toute la suite de ce troisième chapitre, à un parallélépipède rectangle discrétisé en mailles cartésiennes, de taille uniforme, chacune d'elles étant affectée de propriétés k_l , b et ϕ .

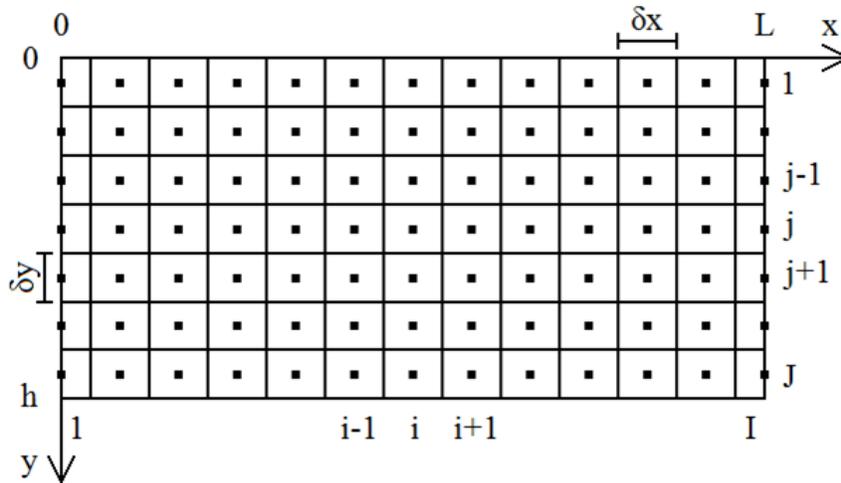


FIGURE 3.2 – Système maillé

La méthode des volumes finis est celle ayant été utilisée pour discrétiser le modèle physique continu regroupant les équations (3.1) à (3.8) en un schéma numérique explicite du premier ordre en temps et du second ordre en espace. La première phase de cette opération de discrétisation, mise en oeuvre sur le système maillé de la figure 3.2, consiste à intégrer l'équation aux dérivées partielles (3.1) sur un volume de contrôle Ω .

$$\phi \iiint_{\Omega} \frac{\partial P}{\partial t} d\Omega - \frac{1}{\mu} \iint_{\Upsilon} [k_l (P + b) \nabla P] \cdot \mathbf{n} d\Upsilon = 0 \quad (3.9)$$

La phase suivante repose sur la discrétisation de l'équation (3.9). Concernant spécifiquement la deuxième intégrale du membre de gauche de l'équation (3.9), celle-ci est convertie en une

somme discrète de plusieurs termes dont chacun d'eux représente le flux de matière traversant l'une des quatre frontières de la maille de discrétisation $\Omega_{i,j}$ montrée figure 3.3.

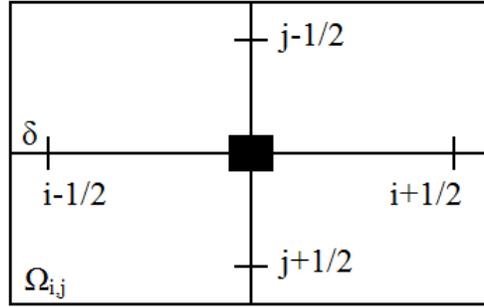


FIGURE 3.3 – Maille $\Omega_{i,j}$

Compte tenu du caractère hétérogène du système, l'équation (3.9) admet pour forme discrète :

$$\begin{aligned}
 \phi_{i,j} \frac{P_{i,j}^{n+1} - P_{i,j}^n}{\delta t} \delta x \delta y l = \lim_{\delta \rightarrow 0} \left\{ -\frac{1}{\mu} k_{l,i-1/2+\delta,j} \left[(P+b) \frac{\partial P}{\partial x} \right]_{i-1/2+\delta,j}^n \delta y l \right. \\
 + \frac{1}{\mu} k_{l,i+1/2-\delta,j} \left[(P+b) \frac{\partial P}{\partial x} \right]_{i+1/2-\delta,j}^n \delta y l \\
 - \frac{1}{\mu} k_{l,i,j-1/2+\delta} \left[(P+b) \frac{\partial P}{\partial y} \right]_{i,j-1/2+\delta}^n \delta x l \\
 \left. + \frac{1}{\mu} k_{l,i,j+1/2-\delta} \left[(P+b) \frac{\partial P}{\partial y} \right]_{i,j+1/2-\delta}^n \delta x l \right\} \quad (3.10)
 \end{aligned}$$

La troisième et dernière phase se résume à expliciter chaque terme de flux de l'équation (3.10) en utilisant les variables connues du problème. Pour ce faire, plusieurs cas sont à envisager, selon que le volume de contrôle $\Omega_{i,j}$ correspond à une maille interne au domaine ou à une maille possédant une facette sur la frontière de ce dernier. En conséquence, cinq ensemble de mailles peuvent être distingués :

- Ensemble 1 : mailles $\Omega_{i,j}$ telles que $2 \leq i \leq I-1$ et $2 \leq j \leq J-1$
- Ensemble 2 : mailles $\Omega_{i,j}$ telles que $i = 1$ et $1 \leq j \leq J$
- Ensemble 3 : mailles $\Omega_{i,j}$ telles que $i = I$ et $1 \leq j \leq J$
- Ensemble 4 : mailles $\Omega_{i,j}$ telles que $2 \leq i \leq I-1$ et $j = 1$
- Ensemble 5 : mailles $\Omega_{i,j}$ telles que $2 \leq i \leq I-1$ et $j = J$.

Ces multiples familles de mailles nécessitent toutes la prise en compte des conditions (3.2) et (3.3) pour le calcul des flux car une maille quelconque du système discrétisé partage au minimum deux frontières avec des mailles adjacentes. A ces conditions (3.2) et (3.3) s'additionne la condition en entrée (3.4) pour le second ensemble de mailles dont une frontière se situe en $x = 0$, la condition en sortie (3.5) pour le troisième ensemble de mailles dont une frontière se situe en $x = L$ et la condition sur la paroi latérale (3.6) pour les quatrième et cinquième ensembles de mailles dont une frontière se situe en $y = 0$ ou $y = h$.

3.1.3.2 Procédure de simulation directe

Les équations discrètes sont programmées dans une procédure de simulation numérique directe, implémentée sous Matlab[®], dont les paramètres d'entrée figurent dans les tableaux 3.1 et 3.2.

Symbole	Paramètre
h	Hauteur de la carotte
l	Largeur de la carotte
L	Longueur de la carotte
η_1	Fraction volumique de la couche 1
$k_{l,1}$	Perméabilité intrinsèque de la couche 1
$k_{l,2}$	Perméabilité intrinsèque de la couche 2
b_1	Coefficient de Klinkenberg de la couche 1
b_2	Coefficient de Klinkenberg de la couche 2
ϕ_1	Porosité de la couche 1
ϕ_2	Porosité de la couche 2

Tableau 3.1 – Paramètres d'entrée de la procédure de simulation directe

Symbole	Paramètre
V_e	Volume du réservoir amont
V_s	Volume du réservoir aval
NP	Nombre de pulses
$P_{e,in}$	Pression dans V_e à $t = 0^-$
P_{in}	Pression dans V_p et V_s à $t = 0^-$
$P_{e,max}$	Pression maximale dans V_e
dP	Erreur sur la mesure
t_f	Durée de la simulation
Δt	Pas de temps d'échantillonnage
μ	Viscosité dynamique du gaz
I	Nombre de mailles dans la direction $0\mathbf{e}_x$
J	Nombre de mailles dans la direction $0\mathbf{e}_y$

Tableau 3.2 – Paramètres d'entrée de la procédure de simulation directe

Comme justifié dans le paragraphe qui suit, les données requises pour le lancement de la procédure directe sont telles que le système analysé est un stratifié bien que le modèle numérique construit soit parfaitement général et permette de ce fait de simuler un écoulement dans un milieu dont l'hétérogénéité est à l'échelle de la maille de discrétisation.

3.2 Eléments de diagnostic de l'hétérogénéité

3.2.1 Résultats des simulations numériques directes

3.2.1.1 Système considéré

La procédure de calcul directe développée est adaptée pour simuler les transitoires de pression de milieux hétérogènes complexes, l'utilisateur étant en mesure de cartographier les propriétés du système discrétisé. Cependant, comme le montrent les scans des figures 3.4 et 3.5, capturés par tomographie assistée par ordinateur pour deux échantillons de gas shale, les hétérogénéités détectables à l'échelle de carottes de ce type sont majoritairement des fissures traversantes (zones foncées des scans), orientées dans la direction de l'écoulement.

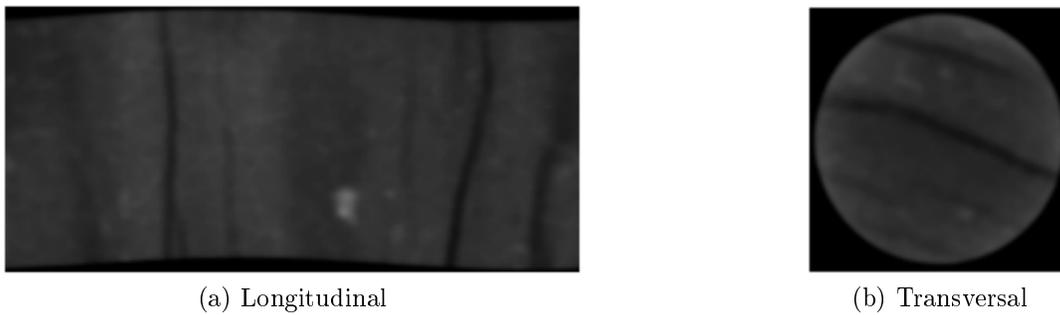


FIGURE 3.4 – Scans d'un premier échantillon de gas shale

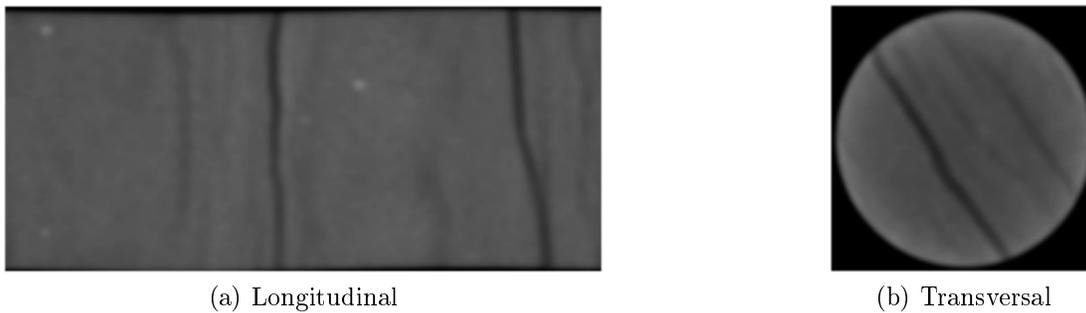


FIGURE 3.5 – Scans d'un deuxième échantillon de gas shale

A la lumière des travaux de Ning [72], de telles carottes fissurées peuvent être raisonnablement représentées sous forme de stratifiés parallèles, qui constituent des systèmes idéaux comprenant différentes couches homogènes, disposées les unes sur les autres. Dans son modèle, l'auteur distingue deux zones de propriétés très contrastées, la zone matrice et la zone fissure, réparties en trois couches, la couche correspondant à la fissure unique ou au réseau de fissures étant intercalée entre deux couches matricielles identiques (même épaisseur et mêmes

propriétés). Ce modèle est à priori modifiable, d'après les propos tenus par Hopkins *et al* [32], qui soutiennent notamment que la position de la fissure influe peu sur l'allure des signaux enregistrés. Ainsi, compte tenu des images obtenues par tomographie et des résultats fournis par la littérature, l'étude est restreinte dans toute la suite de ce troisième chapitre au stratifié parallèle illustré sur la figure 3.6. Celui-ci ne comporte que deux couches : la première, de grande épaisseur et de faible perméabilité, placée arbitrairement en position supérieure, est associée à la zone matrice tandis que la deuxième, de petite épaisseur et de forte perméabilité, est associée à la zone fissure.

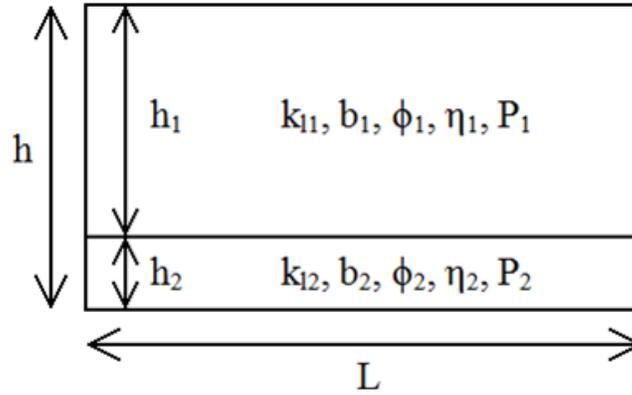


FIGURE 3.6 – Stratifié parallèle modélisant la carotte fissurée

3.2.1.2 Phases de propagation du gaz

Soit le stratifié parallèle de dimensions : $h = l = 3.54 * 10^{-2} m$, $L = 6.00 * 10^{-2} m$, renfermant une première couche de fraction volumique : $\eta_1 = 9.60 * 10^{-1}$ et de propriétés : $k_{l,1} = 1.00 * 10^{-19} m^2$, $b_1 = 1.31 * 10^6 Pa$, $\phi_1 = 1.00 * 10^{-1}$ et une deuxième couche de propriétés : $k_{l,2} = 1.00 * 10^{-15} m^2$, $b_2 = 4.75 * 10^4 Pa$, $\phi_2 = 9.00 * 10^{-1}$. Chacune des figures 3.7a à 3.7f montre le champ de pression établi dans ce stratifié à une date t donnée de la simulation directe Step Decay, impliquant pour paramètres descriptifs de la configuration expérimentale : $V_e = 1.00 * 10^{-3} m^3$, $V_s = 1.00 * 10^{-5} m^3$, $NP = 2$, $P_{e,in} = P_{in} = 1.00 * 10^5 Pa$, $P_{e,max} = 5.10 * 10^6 Pa$, $dP = 0$, $t_f = 3.00 * 10^2 s$, $\Delta t = 1.00 s$, $\mu = 1.80 * 10^{-5} Pa.s$ et pour paramètres purement numériques : $I = J = 5.00 * 10^1$.

Ces différents champs de pression témoignent de l'existence de plusieurs phases de propagation du gaz dans le stratifié parallèle [72], qui se succèdent aux temps courts du test, puis qui finissent par se superposer sur toute la durée restante de ce dernier. Dès que le système se voit appliquer un pulse de pression, le gaz libéré par le réservoir amont pénètre dans chacune des deux couches mais se déplace essentiellement le long de la zone la plus perméable (figures 3.7a et 3.7d). La fraction du fluide en écoulement rapide pénètre dans le réservoir aval tandis que la fraction restante envahit la couche de plus faible perméabilité sous l'effet d'un écoulement transverse (figures 3.7b et 3.7e). Pour finir, le gaz collecté en sortie du milieu conduit à un écoulement de retour dans la couche peu perméable, dû à la remontée de pression dans le réservoir aval (figures 3.7e et 3.7f).

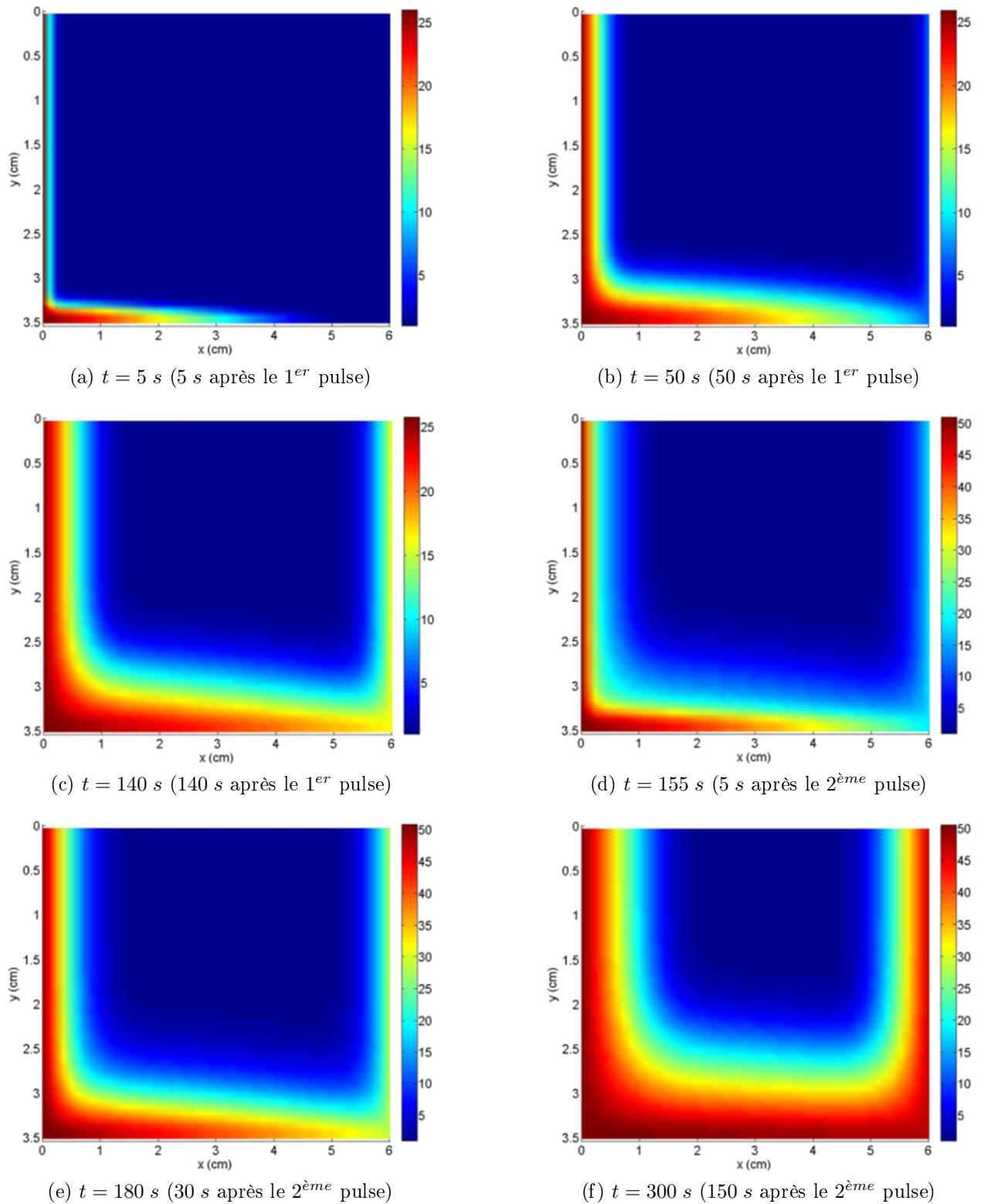


FIGURE 3.7 – Champs de pression

3.2.1.3 Impact d'une hétérogénéité sur les signaux de pression

Soient :

- un système homogène de propriétés : $k_l = 1.00 * 10^{-21} \text{ m}^2$, $b = 6.86 * 10^6 \text{ Pa}$, $\phi = 1.00 * 10^{-1}$
- un système hétérogène dont la couche de fraction volumique prépondérante : $\eta_1 = 9.80 * 10^{-1}$ possède les propriétés du précédent système homogène : $k_{l,1} = 1.00 * 10^{-21} \text{ m}^2$, $b_1 = 6.86 * 10^6 \text{ Pa}$, $\phi_1 = 1.00 * 10^{-1}$ et dont la couche complémentaire est telle que les contrastes de propriété considérés soient forts, de sorte que ces derniers se rapprochent de ceux rencontrés dans les roches fissurées [72] : $k_{l,2} = 1.00 * 10^{-17} \text{ m}^2$, $b_2 = 2.49 * 10^5 \text{ Pa}$, $\phi_2 = 5.00 * 10^{-1}$.

A ces deux systèmes sont affectées des dimensions identiques : $h = l = 3.54 * 10^{-2} \text{ m}$ et $L = 6.00 * 10^{-2} \text{ m}$. Les graphes des figures 3.8a et 3.8b confrontent respectivement les excitations et les réponses correspondantes, simulées pour les systèmes définis, à partir de la procédure directe Step Decay fondée sur le modèle hétérogène (sachant que pour le système homogène, la procédure est appliquée en attribuant les mêmes propriétés aux deux couches délimitées arbitrairement). Concernant les paramètres restants, les deux simulations effectuées reposent sur le même ensemble de données relatives à la configuration expérimentale et au calcul numérique : $V_e = V_s = 1.00 * 10^{-5} \text{ m}^3$, $NP = 3$, $P_{e,in} = P_{in} = 1.00 * 10^5 \text{ Pa}$, $P_{e,max} = 5.10 * 10^6 \text{ Pa}$, $dP = 0$, $t_f = 7.20 * 10^4 \text{ s}$, $\Delta t = 1.00 \text{ s}$, $\mu = 1.80 * 10^{-5} \text{ Pa.s}$, $I = J = 5.00 * 10^1$.

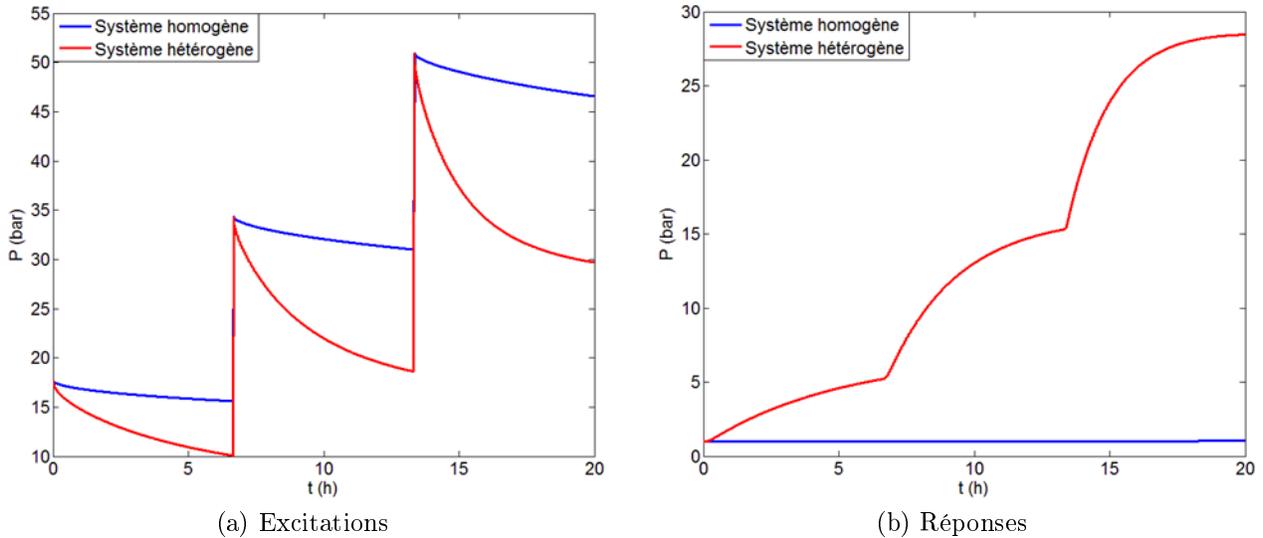


FIGURE 3.8 – Impact d'une hétérogénéité sur l'allure des signaux

Il est à noter que les modèles homogène et hétérogène sont écrits pour des géométries distinctes, cylindrique pour le premier et parallélépipédique pour le second. Par conséquent, pour que les signaux de pression relevés en un point quelconque soient effectivement comparables entre eux, les stratifiés concernés par les simulations doivent avoir même volume, c'est-à-dire

même longueur et même section droite. Par ailleurs, les volumes des réservoirs amont et aval ont été volontairement choisis identiques et proches du volume de pore moyen, de manière à respecter les exigences requises pour amplifier au mieux les effets de l'hétérogénéité sur les signaux [46, 32, 72]. Les graphes mettent en évidence que la zone fissure du système hétérogène fait diverger sensiblement, en entrée comme en sortie, le transitoire de pression qui lui est associé de celui observé en présence du système homogène. Cette constatation justifie la démarche adoptée tout au long de la sous-section 3.2.2 dans le but de diagnostiquer l'hétérogénéité de la carotte, à savoir détecter des indices prouvant que les signaux enregistrés au cours du test Step Decay ne peuvent être obtenus pour une roche homogène.

3.2.2 Premier élément de diagnostic

3.2.2.1 Principe du diagnostic

La méthode de diagnostic envisagée consiste à exécuter un test Step Decay classique, puis à interpréter les signaux de pression avec la procédure inverse fondée sur le modèle homogène 1D et, pour finir, à comparer les temps courts des réponses expérimentale et numérique. Soit le système défini dans le précédent paragraphe. Sur le graphe de la figure 3.9 sont tracées les réponses directe et inverse issues du test décrit par : $V_e = 1.50 * 10^{-3} m^3$, $V_s = 1.50 * 10^{-5} m^3$, $NP = 3$, $P_{e,in} = P_{in} = 1.00 * 10^5 Pa$, $P_{e,max} = 5.10 * 10^6 Pa$, $dP = 0$, $t_f = 3.60 * 10^2 s$, $\Delta t = 1.00 s$, $\mu = 1.80 * 10^{-5} Pa.s$, $I = J = 5.00 * 10^1$.

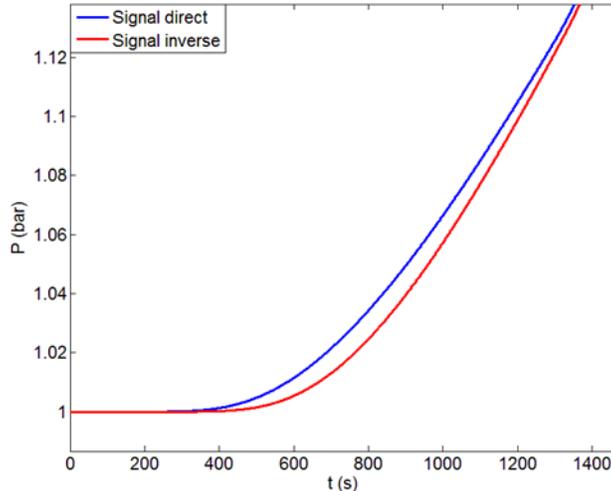


FIGURE 3.9 – Temps courts des réponses directe et inverse

Un retard significatif du signal simulé sur le signal mesuré est visible au démarrage du test. Ceci vient du fait que le phénomène d'accumulation du gaz dans le réseau de pores de la matrice, qui retarde, quand le système est homogène, toute croissance de la pression dans le réservoir aval sur une brève période suivant le déclenchement du pulse, ne possède plus aucun impact sur les temps courts de la réponse quand un passage préférentiel du gaz existe du fait

de la fissure. Cet écart aux temps courts, qui ne peut être observé en condition homogène, constitue un premier indicateur de l'hétérogénéité du matériau. Dans le but de le maximiser, il reste indispensable de travailler avec un réservoir aval de volume approchant le volume de pore de la carotte. Par contre, sachant que le signal amont forme une donnée d'entrée de la procédure de calcul inverse, aucune restriction ne pèse sur le volume du réservoir amont.

3.2.2.2 Validation expérimentale de l'élément de diagnostic

Les graphes des figures 3.10 et 3.11 proviennent tous de la mise en application de la technique de diagnostic sur des données réellement mesurées. Les transitoires de pression du graphe de la figure 3.10a ont été obtenus pour une carotte dont le matériau de type tight sand est réputé comme étant relativement homogène tandis que ceux du graphe de la figure 3.11a ont été obtenus pour une carotte dont le matériau de type gas shale est réputé comme étant probablement hétérogène. Les essais Step Decay desquels sont issues ces deux paires de signaux impliquent différents ensembles de paramètres expérimentaux :

- pour le système homogène : $D = 4.01 * 10^{-2} m$, $L = 6.05 * 10^{-2} m$, $V_s = 1.29 * 10^{-5} m^3$, $P_c = 1.50 * 10^7 Pa$, $T = 3.03 * 10^2 K$, $P_{in} = P_{atm}$, $\Delta t = 1 s$ et $\mu = 1.80 * 10^{-5} Pa.s$
- pour le système hétérogène : $D = 2.29 * 10^{-2} m$, $L = 2.52 * 10^{-2} m$, $V_s = 1.32 * 10^{-5} m^3$, $P_c = 1.90 * 10^7 Pa$, $T = 3.03 * 10^2 K$, $P_{in} = P_{atm}$, $\Delta t = 1 s$ et $\mu = 1.80 * 10^{-5} Pa.s$.

Concernant les paramètres restants : t_f , NP et les multiples $P_{e,0}^\nu$ et t_{enr}^ν (où $1 \leq \nu \leq NP$), leurs valeurs respectives peuvent être extraites directement des enregistrements fournis. Les graphes des figures 3.10b et 3.11b se focalisent sur les temps courts des réponses expérimentale et numérique, propres au système homogène pour le premier des deux graphes et propres au système hétérogène pour le second.

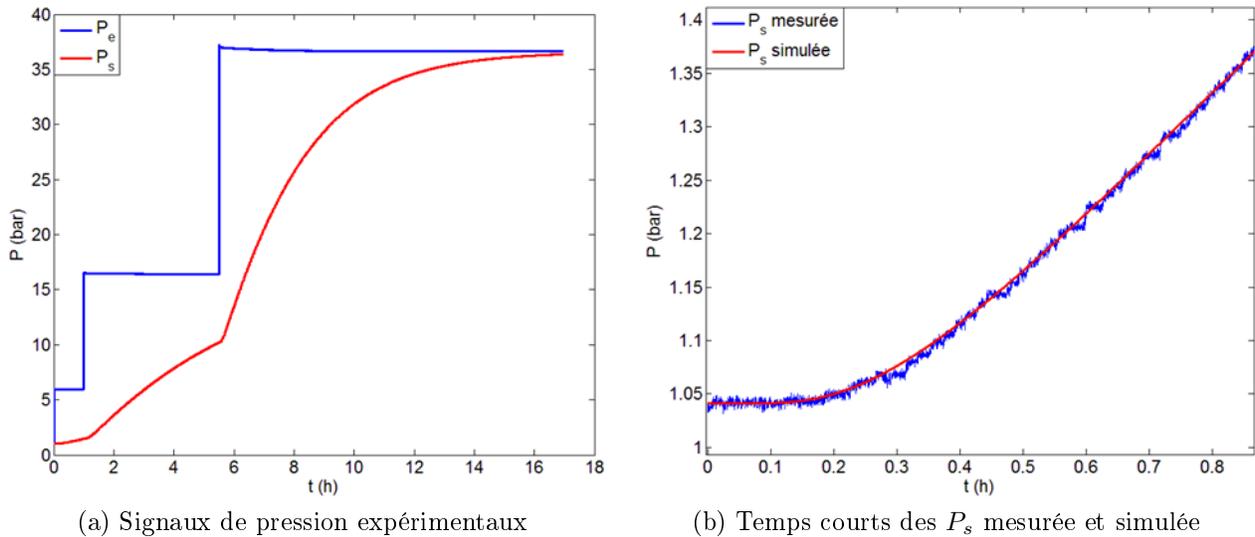


FIGURE 3.10 – Diagnostic pour l'échantillon homogène

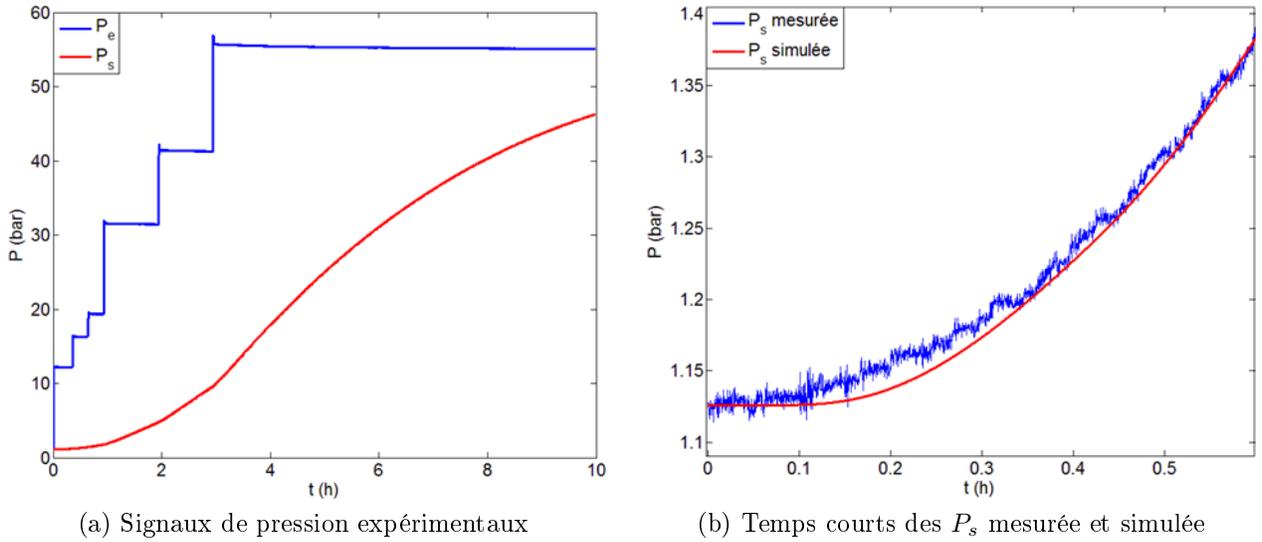


FIGURE 3.11 – Diagnostic pour l'échantillon hétérogène

Un retard aux temps courts de la courbe simulée sur la courbe mesurée est observé dans le cas de la carotte hétérogène uniquement. Ceci confirme les résultats théoriques déduits des précédentes simulations numériques.

3.2.3 Second élément de diagnostic

3.2.3.1 Homogène équivalent dans le cas stationnaire

La mise en oeuvre de la méthode de diagnostic proposée, qui se résume à exploiter les signaux de pression provenant d'une expérience menée sur un échantillon hétérogène avec une procédure de calcul inverse fondée sur un modèle homogène, revient à se questionner sur la possibilité de représenter le système hétérogène par un système homogène équivalent, dont les propriétés résulteraient d'une combinaison des propriétés propres à chaque couche du système hétérogène et dont les transitoires de pression associés seraient ceux enregistrés. Concernant la porosité équivalente, qui constitue la porosité attendue d'une mesure de pycnométrie, celle-ci est définie par :

$$\phi^* = \eta_1 \phi_1 + \eta_2 \phi_2 \quad (3.11)$$

Il est à noter que cette relation est respectée quel que soit le régime d'écoulement (stationnaire ou non), la porosité étant une grandeur physique statique. Par ailleurs, pour un milieu stratifié et un écoulement se faisant parallèlement à la stratification, en régime stationnaire et en présence d'effets Klinkenberg, il peut être établi que le milieu homogène équivalent possède pour perméabilité intrinsèque équivalente :

$$k_l^* = \eta_1 k_{l,1} + \eta_2 k_{l,2} \quad (3.12)$$

et pour coefficient de Klinkenberg équivalent :

$$b^* = \frac{\eta_1 k_{l,1} b_1 + \eta_2 k_{l,2} b_2}{\eta_1 k_{l,1} + \eta_2 k_{l,2}} \quad (3.13)$$

La détermination de la perméabilité intrinsèque équivalente et du coefficient de Klinkenberg équivalent demande une attention toute particulière. En effet, il pourrait être tentant de rechercher ces propriétés équivalentes en considérant que l'écoulement dans chacune des deux couches du stratifié parallèle est monodimensionnel. Cette hypothèse est cependant incorrecte, comme démontré dans les lignes qui suivent.

Si l'écoulement se propageant dans le stratifié, en régime stationnaire et en présence d'effets Klinkenberg était effectivement 1D, alors l'équation de conservation de la masse vérifiée dans chaque couche se formulerait :

$$\nabla \cdot (\rho_l \mathbf{v}_l) = 0 \iff \frac{\partial^2 (P_l + b_l)^2}{\partial x^2} = 0 \quad \iota = 1, 2 \quad (3.14)$$

Compte tenu des conditions de Dirichlet en pression satisfaites en entrée et sortie du système :

$$P_l(x = 0) = P_e \quad (3.15)$$

$$P_l(x = L) = P_s \quad (3.16)$$

la pression tirée de la résolution de l'équation (3.14) admettrait pour expression :

$$(P_l + b_l)^2 = \frac{(P_s + b_l)^2 - (P_e + b_l)^2}{L} x + (P_e + b_l)^2 \quad \iota = 1, 2 \quad (3.17)$$

De la relation (3.17), il découle clairement que les pressions à la frontière séparant les deux couches ne peuvent être égales lorsque les coefficients de Klinkenberg de part et d'autre de cette frontière sont distincts. Le saut de pression que causerait le contraste du coefficient de Klinkenberg étant physiquement inadmissible, l'hypothèse selon laquelle l'écoulement serait 1D dans les conditions spécifiées est bien erronée. En conséquence, le contraste du coefficient de Klinkenberg conduit à un écoulement transverse (« cross-flow ») à la frontière entre les couches et de ce fait, à un écoulement bidimensionnel dans chaque couche. Sur le graphe de la figure 3.12a est représenté le saut de pression qui se produit à la frontière entre les couches quand l'écoulement est supposé 1D. En revanche, sur le graphe de la figure 3.12b est visible le gradient de pression qui se met en place selon la direction verticale et donne naissance au cross-flow, même en régime stationnaire, quand l'hypothèse d'un écoulement 1D est relaxée. Les profils de pression ont été relevés en une même section droite et ont été calculés à partir de deux procédures directes différentes, le modèle transitoire hétérogène 1D au centre de la première étant une version simplifiée du modèle transitoire hétérogène 2D au centre de la seconde. Quel que soit le code, le régime permanent est établi en octroyant de grands volumes aux réservoirs, qui assurent ainsi le maintien de pressions constantes aux extrémités du système. Quant au stratifié choisi pour les simulations, celui-ci se caractérise par un unique contraste de propriété, à savoir de $b : k_{l,1} = k_{l,2} = 1.00 * 10^{-19} m^2$, $b_1 = 1.31 * 10^6 Pa$, $b_2 = 1.31 * 10 Pa$, $\phi_1 = \phi_2 = 1.00 * 10^{-1}$. Les paramètres restants sont définis comme suit : $h = l = 3.54 * 10^{-2} m$, $L = 6.00 * 10^{-2} m$, $\eta_1 = 5.00 * 10^{-1}$, $V_e = V_s = 1.00 * 10^3 m^3$, $NP = 1$,

3.2. ELÉMENTS DE DIAGNOSTIC DE L'HÉTÉROGÉNÉITÉ

$P_{e,in} = P_{in} = 1.00 \times 10^5 \text{ Pa}$, $P_{e,max} = 5.10 \times 10^6 \text{ Pa}$, $dP = 0$, $t_f = 1.80 \times 10^5 \text{ s}$, $\Delta t = 1.00 \text{ s}$,
 $\mu = 1.80 \times 10^{-5} \text{ Pa.s}$, $I = 2.50 \times 10^1$, $J = 3.00 \times 10^1$.

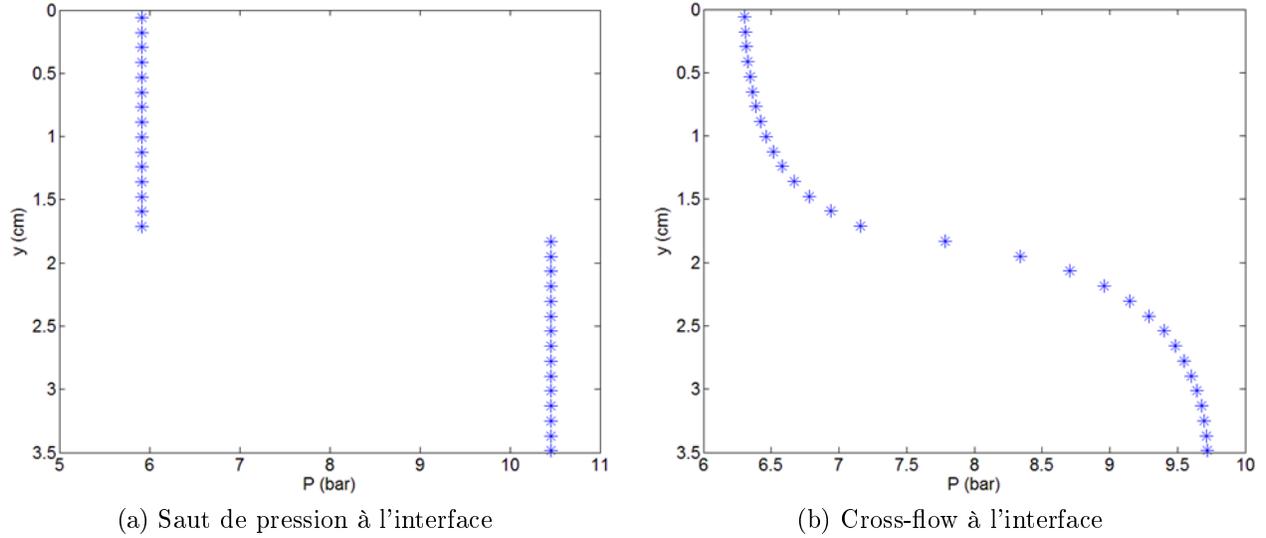


FIGURE 3.12 – Profils de pression le long de la section droite en $x = 5.75 \text{ cm}$

La démonstration mathématique permettant de parvenir aux expressions (3.12) et (3.13) a été établie en considérant le milieu stratifié de la figure 3.13.

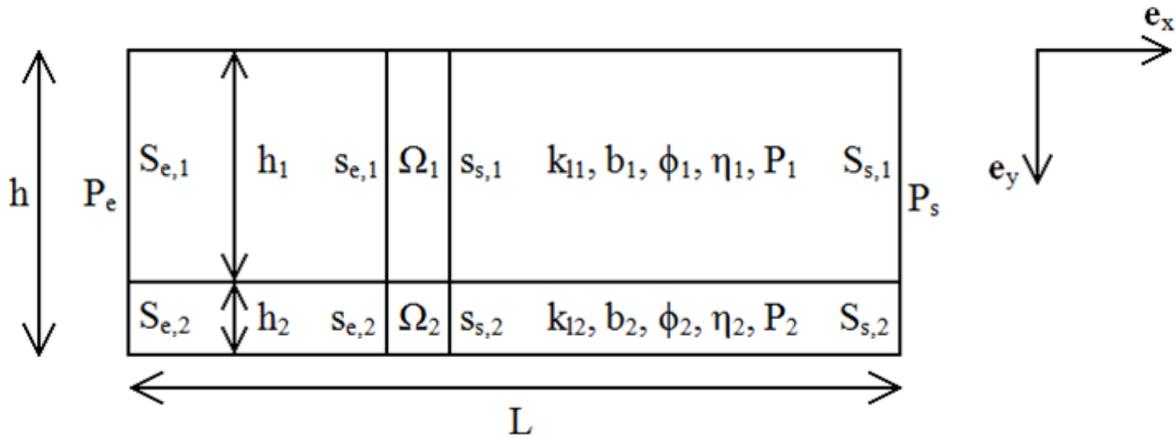


FIGURE 3.13 – Stratifié parallèle soumis à un test stationnaire

Le modèle physique décrivant l'écoulement stationnaire de gaz circulant dans un tel milieu se compose des équations :

– Equation de bilan sur P :

$$\nabla \cdot (P_\iota \mathbf{v}_\iota) = 0 \quad \iota = 1, 2 \quad (3.18)$$

– Conditions à la frontière entre les couches 1 et 2 :

$$[P] = 0 \quad (3.19)$$

$$[\mathbf{v} \cdot \mathbf{n}] = 0 \quad (3.20)$$

– Condition en entrée de la carotte ($x = 0$) :

$$P(x = 0, t) = P_e \quad (3.21)$$

– Condition en sortie de la carotte ($x = L$) :

$$P(x = L, t) = P_s \quad (3.22)$$

– Conditions aux parois latérales de la carotte ($y = 0$ et $y = h$) :

$$\mathbf{v} \cdot \mathbf{n} = 0 \quad (3.23)$$

Après intégration de l'équation (3.18) sur le volume de contrôle Ω_ι (où $\iota = 1, 2$) puis application du théorème de flux-divergence, il vient :

$$\int_{\Omega_1} \nabla \cdot (P_1 \mathbf{v}_1) d\Omega = \int_{\partial\Omega_1} P_1 \mathbf{v}_1 \cdot \mathbf{n} dS = 0 \quad (3.24)$$

et :

$$\int_{\Omega_2} \nabla \cdot (P_2 \mathbf{v}_2) d\Omega = \int_{\partial\Omega_2} P_2 \mathbf{v}_2 \cdot \mathbf{n} dS = 0 \quad (3.25)$$

Compte tenu des conditions aux limites (3.20) et (3.23), la somme des égalités (3.24) et (3.25) se réduit à :

$$\int_{s_{s,1}} P_1 v_{1,x} dS - \int_{s_{e,1}} P_1 v_{1,x} dS + \int_{s_{s,2}} P_2 v_{2,x} dS - \int_{s_{e,2}} P_2 v_{2,x} dS = 0 \quad (3.26)$$

Cette dernière relation montre que sur toute section droite S du stratifié :

$$\int_S P v_x dS = \text{constante} \quad (3.27)$$

L'expression (3.27) ne traduit rien d'autre que la conservation du débit masse traversant toute section S . En entrée du système :

$$\int_{S_e} P_e v_{x,e} dS = P_e l \int_0^h v_{x,e} dy = P_e \varphi_{v,e} \quad (3.28)$$

Sachant que (par utilisation de la loi de Darcy (2.6) et de la loi de Klinkenberg (2.7)) :

$$P_\iota \mathbf{v}_{\iota,x} = -\frac{k_{l,\iota}}{\mu} (P_\iota + b_\iota) \frac{\partial P_\iota}{\partial x} = -\frac{k_{l,\iota}}{2\mu} \frac{\partial (P_\iota + b_\iota)^2}{\partial x} \quad \iota = 1, 2 \quad (3.29)$$

la quantité (3.28) peut être réécrite sous la forme :

$$P_e \varphi_{v,e} = -\frac{1}{2\mu} l \int_0^h k_l \frac{\partial (P+b)^2}{\partial x} dy \quad (3.30)$$

L'intégration de la relation (3.31) entre 0 et L donne :

$$-2\mu L P_e \varphi_{v,e} = l \int_0^L \left(\int_0^h k_l \frac{\partial (P+b)^2}{\partial x} dy \right) dx \quad (3.31)$$

Soit, en intervertissant les intégrales dans le membre de droite de l'équation :

$$-2\mu L P_e \varphi_{v,e} = l \int_0^h \left(k_l \int_0^L \frac{\partial (P+b)^2}{\partial x} dx \right) dy \quad (3.32)$$

Tous calculs faits :

$$2\mu L P_e \varphi_{v,e} = l \{ h_1 k_{l,1} [(P_e + b_1)^2 - (P_s + b_1)^2] + h_2 k_{l,2} [(P_e + b_2)^2 - (P_s + b_2)^2] \} \quad (3.33)$$

La figure 3.14 présente le milieu homogène équivalent au milieu stratifié de la figure 3.13.

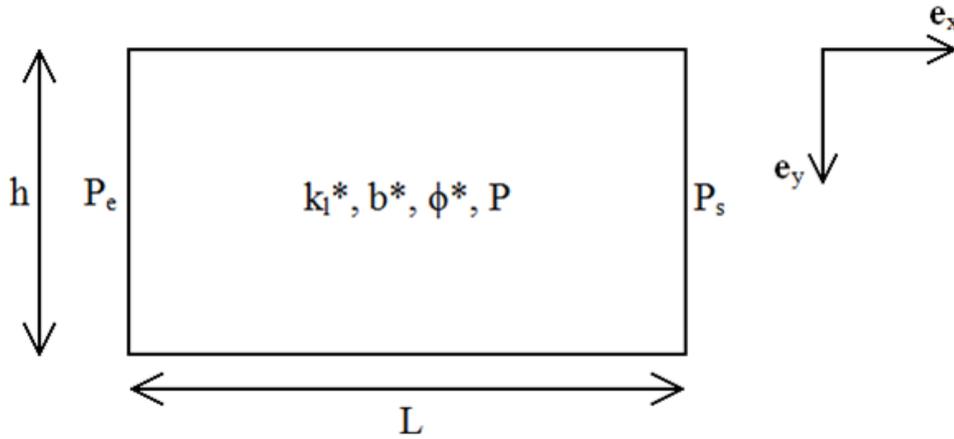


FIGURE 3.14 – Homogène équivalent au stratifié parallèle soumis à un test stationnaire

Pour cet homogène équivalent, le modèle physique gouvernant l'écoulement stationnaire de gaz comprend les équations :

- Equation de bilan sur P :

$$\nabla \cdot (P\mathbf{v}) = 0 \quad (3.34)$$

- Condition en entrée de la carotte ($x = 0$) :

$$P(x = 0, t) = P_e \quad (3.35)$$

- Condition en sortie de la carotte ($x = L$) :

$$P(x = L, t) = P_s \quad (3.36)$$

– Conditions aux parois latérales de la carotte ($y = 0$ et $y = h$) :

$$\mathbf{v} \cdot \mathbf{n} = 0 \quad (3.37)$$

En reproduisant les mêmes opérations que celles réalisées dans le cas du stratifié, il peut être prouvé que dans le cas de l'homogène équivalent :

$$2\mu L P_e \varphi_{v,e} = h k_l^* [(P_e + b^*)^2 - (P_s + b^*)^2] \quad (3.38)$$

L'équivalence entre le stratifié considéré et l'homogène qui lui est associé conduit à l'égalité des membres de gauche des expressions (3.33) et (3.38). D'où :

$$h_1 k_{l,1} [(P_e + b_1)^2 - (P_s + b_1)^2] + h_2 k_{l,2} [(P_e + b_2)^2 - (P_s + b_2)^2] = h k_l^* [(P_e + b^*)^2 - (P_s + b^*)^2] \quad (3.39)$$

Où encore :

$$h_1 k_{l,1} (P_{moy} + b_1) + h_2 k_{l,2} (P_{moy} + b_2) = h k_l^* (P_{moy} + b^*) \quad (3.40)$$

Avec :

$$P_{moy} = \frac{P_e + P_s}{2} \quad (3.41)$$

Le respect de la relation (3.40) pour toute valeur de la pression P_{moy} implique nécessairement :

$$h k_l^* = h_1 k_{l,1} + h_2 k_{l,2} \quad (3.42)$$

soit :

$$k_l^* = \eta_1 k_{l,1} + \eta_2 k_{l,2} \quad (3.43)$$

et :

$$h k_l^* b^* = h_1 k_{l,1} b_1 + h_2 k_{l,2} b_2 \quad (3.44)$$

soit :

$$b^* = \frac{\eta_1 k_{l,1} b_1 + \eta_2 k_{l,2} b_2}{\eta_1 k_{l,1} + \eta_2 k_{l,2}} \quad (3.45)$$

3.2.3.2 Homogène équivalent dans le cas instationnaire

En régime instationnaire, le moindre contraste de propriété engendre du cross-flow dans le stratifié parallèle et favorise ainsi le développement dans chaque couche d'un écoulement de géométrie 2D. Ceci est corroboré par les figures 3.15a, 3.15b et 3.15c, qui dérivent toutes de simulations directes portant sur différents stratifiés parallèles ayant mêmes dimensions : $h = l = 3.54 * 10^{-2} m$, $L = 6.00 * 10^{-2} m$, mêmes épaisseurs de couche, avec pour fraction volumique de la couche 1 : $\eta_1 = 5.00 * 10^{-1}$, mais des propriétés par couche variables :

– Système 1 : $k_{l,1} = 1.00 * 10^{-19} m^2$, $k_{l,2} = 1.00 * 10^{-18} m^2$, $b_1 = b_2 = 1.31 * 10^6 Pa$,
 $\phi_1 = \phi_2 = 1.00 * 10^{-1}$

3.2. ELÉMENTS DE DIAGNOSTIC DE L'HÉTÉROGÉNÉITÉ

- Système 2 : $k_{l,1} = k_{l,2} = 1.00 * 10^{-19} m^2$, $b_1 = 1.31 * 10^6 Pa$, $b_2 = 5.71 * 10^5 Pa$, $\phi_1 = \phi_2 = 1.00 * 10^{-1}$
- Système 3 : $k_{l,1} = k_{l,2} = 1.00 * 10^{-19} m^2$, $b_1 = b_2 = 1.31 * 10^6 Pa$, $\phi_1 = 1.00 * 10^{-1}$, $\phi_2 = 2.00 * 10^{-1}$.

Indépendamment du milieu considéré : $V_e = 1.50 * 10^{-4} m^3$, $V_s = 1.50 * 10^{-5} m^3$, $NP = 1$, $P_{e,in} = P_{in} = 1.00 * 10^5 Pa$, $P_{e,max} = 5.10 * 10^6 Pa$, $dP = 0$, $t_f = 3.60 * 10^3 s$, $\Delta t = 1.00 s$, $\mu = 1.80 * 10^{-5} Pa.s$, $I = 2.50 * 10^1$ et $J = 3.00 * 10^1$.

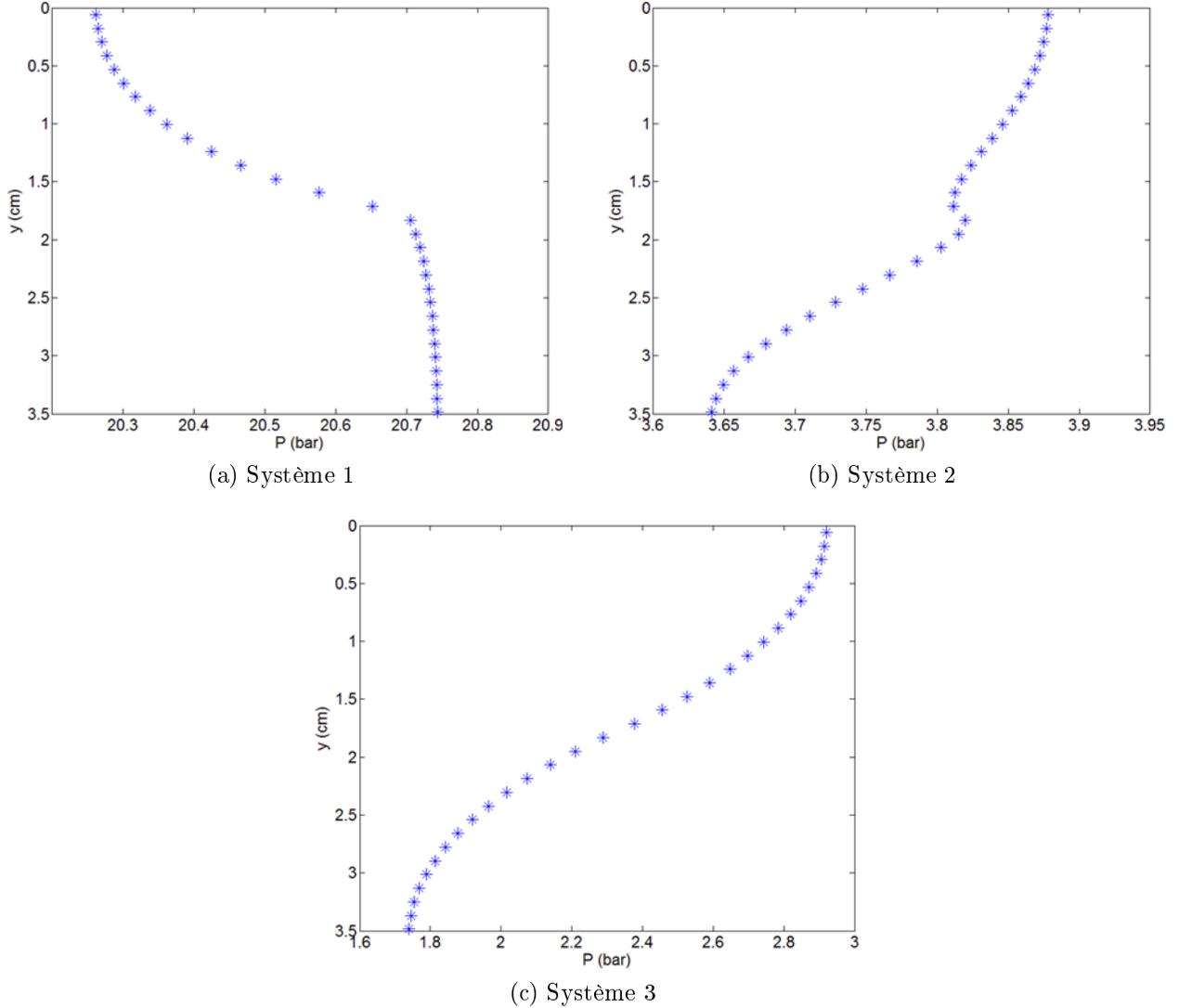


FIGURE 3.15 – Profils de pression le long de la section droite en $x = 5.75 cm$

Comme détaillé en sous-section 3.1.1, Chastanet *et al* [12] se sont interrogés sur la possibilité d'assimiler à un système homogène équivalent, au sein duquel la loi de Klinkenberg serait respectée, un système hétérogène périodique (issu de la juxtaposition d'une même cellule

unitaire dans les trois directions de l'espace), dans la configuration où l'écoulement se fait en régime instationnaire et en présence d'effets Klinkenberg. Ces auteurs ont établi qu'un tel système équivalent existe sous certaines conditions. Notamment, si les exigences requises sont satisfaites, le stratifié parallèle périodique de la figure 3.16, dont la cellule unitaire résulte de la superposition de deux couches et dont les dimensions sont infinies selon les trois axes du repère $(0, \mathbf{e}_x, \mathbf{e}_y, \mathbf{e}_z)$, admet un système homogène équivalent de propriétés k_l^* et b^* , données par les égalités (3.12) et (3.13).

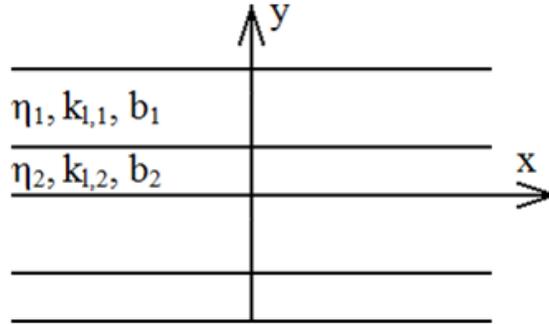


FIGURE 3.16 – Stratifié parallèle de Chastanet *et al* [12]

3.2.3.3 Propriétés de l'homogène équivalent dans le cas instationnaire

Afin de tester la validité des conclusions de Chastanet *et al* [12] pour le stratifié parallèle analysé dans tout ce troisième chapitre (non périodique, composé de deux couches et de dimensions finies dans les trois directions de l'espace (cf. figure 3.6)), de multiples paires de signaux synthétiques ont été générées avec la procédure directe hétérogène 2D, puis interprétées avec la procédure inverse homogène 1D en bloquant, dans chaque cas traité, la porosité à la valeur affectée aux deux couches dans la simulation directe. Les tableaux 3.3 et 3.4 mettent en parallèle les valeurs des propriétés inconnues tirées de la procédure inverse avec celles déduites des relations (3.12) et (3.13), dans chacun des cas suivants :

- Cas 1 : $k_{l,1} = 1.00 * 10^{-18} \text{ m}^2$, $k_{l,2} = 1.01 * 10^{-18} \text{ m}^2$, $b_1 = b_2 = 5.71 * 10^5 \text{ Pa}$,
 $\phi_1 = \phi_2 = 1.00 * 10^{-1}$
- Cas 2 : $k_{l,1} = 1.00 * 10^{-18} \text{ m}^2$, $k_{l,2} = 1.10 * 10^{-18} \text{ m}^2$, $b_1 = b_2 = 5.71 * 10^5 \text{ Pa}$,
 $\phi_1 = \phi_2 = 1.00 * 10^{-1}$
- Cas 3 : $k_{l,1} = 1.00 * 10^{-18} \text{ m}^2$, $k_{l,2} = 1.10 * 10^{-18} \text{ m}^2$, $b_1 = 5.71 * 10^5 \text{ Pa}$, $b_2 = 5.52 * 10^5 \text{ Pa}$,
 $\phi_1 = \phi_2 = 1.00 * 10^{-1}$
- Cas 4 : $k_{l,1} = 1.00 * 10^{-18} \text{ m}^2$, $k_{l,2} = 1.10 * 10^{-18} \text{ m}^2$, $b_1 = 5.71 * 10^5 \text{ Pa}$, $b_2 = 5.71 * 10^4 \text{ Pa}$,
 $\phi_1 = \phi_2 = 1.00 * 10^{-1}$
- Cas 5 : $k_{l,1} = 1.00 * 10^{-18} \text{ m}^2$, $k_{l,2} = 1.50 * 10^{-18} \text{ m}^2$, $b_1 = b_2 = 5.71 * 10^5 \text{ Pa}$,
 $\phi_1 = \phi_2 = 1.00 * 10^{-1}$
- Cas 6 : $k_{l,1} = 1.00 * 10^{-18} \text{ m}^2$, $k_{l,2} = 2.00 * 10^{-18} \text{ m}^2$, $b_1 = b_2 = 5.71 * 10^5 \text{ Pa}$,
 $\phi_1 = \phi_2 = 1.00 * 10^{-1}$
- Cas 7 : $k_{l,1} = 1.00 * 10^{-18} \text{ m}^2$, $k_{l,2} = 1.00 * 10^{-17} \text{ m}^2$, $b_1 = b_2 = 5.71 * 10^5 \text{ Pa}$,
 $\phi_1 = \phi_2 = 1.00 * 10^{-1}$

3.2. ELÉMENTS DE DIAGNOSTIC DE L'HÉTÉROGÉNÉITÉ

- Cas 8 : $k_{l,1} = 1.00 * 10^{-19} m^2$, $k_{l,2} = 1.00 * 10^{-17} m^2$, $b_1 = b_2 = 1.31 * 10^6 Pa$, $\phi_1 = \phi_2 = 5.00 * 10^{-2}$
- Cas 9 : $k_{l,1} = 1.00 * 10^{-20} m^2$, $k_{l,2} = 1.00 * 10^{-17} m^2$, $b_1 = b_2 = 3.00 * 10^6 Pa$, $\phi_1 = \phi_2 = 5.00 * 10^{-2}$
- Cas 10 : $k_{l,1} = 1.00 * 10^{-20} m^2$, $k_{l,2} = 1.00 * 10^{-17} m^2$, $b_1 = 3.00 * 10^6 Pa$, $b_2 = 2.49 * 10^5 Pa$, $\phi_1 = \phi_2 = 5.00 * 10^{-2}$

Au tableau 3.3 correspond pour volume amont : $V_e = 2.00 * 10^{-3} m^3$, volume aval : $V_s = 1.00 * 10^{-3} m^3$ et durée de simulation : $t_f = 1.08 * 10^5 s$ tandis qu'au tableau 3.4 correspond pour volumes : $V_e = V_s = 1.00 * 10^{-5} m^3$ et durée de simulation : $t_f = 1.08 * 10^4 s$. Les paramètres restants, communs aux deux jeux de résultats, sont : $h = l = 3.54 * 10^{-2} m$, $L = 6.00 * 10^{-2} m$, $\eta_1 = 9.60 * 10^{-1}$, $NP = 3$, $P_{e,in} = P_{in} = 1.00 * 10^5 Pa$, $P_{e,max} = 5.10 * 10^6 Pa$, $dP = 0$, $\Delta t = 1.00 s$, $\mu = 1.80 * 10^{-5} Pa.s$, $I = J = 5.00 * 10^1$.

	$k_{l,SD} (m^2)$	$b_{SD} (Pa)$	$k_l^* (m^2)$	$b^* (Pa)$	$Ec_{k_l} (%)$	$Ec_b (%)$
Cas 1	$1.00 * 10^{-18}$	$5.71 * 10^5$	$1.00 * 10^{-18}$	$5.71 * 10^5$	0	0
Cas 2	$1.00 * 10^{-18}$	$5.71 * 10^5$	$1.00 * 10^{-18}$	$5.71 * 10^5$	0	0
Cas 3	$1.00 * 10^{-18}$	$5.70 * 10^5$	$1.00 * 10^{-18}$	$5.70 * 10^5$	0	0
Cas 4	$1.00 * 10^{-18}$	$5.49 * 10^5$	$1.00 * 10^{-18}$	$5.48 * 10^5$	0	0
Cas 5	$1.02 * 10^{-18}$	$5.71 * 10^5$	$1.02 * 10^{-18}$	$5.71 * 10^5$	0	0
Cas 6	$1.04 * 10^{-18}$	$5.71 * 10^5$	$1.04 * 10^{-18}$	$5.71 * 10^5$	0	0
Cas 7	$1.36 * 10^{-18}$	$5.71 * 10^5$	$1.36 * 10^{-18}$	$5.71 * 10^5$	0	0
Cas 8	$4.96 * 10^{-19}$	$1.31 * 10^6$	$4.96 * 10^{-19}$	$1.31 * 10^6$	0.1	0.2
Cas 9	$4.08 * 10^{-19}$	$3.02 * 10^6$	$4.10 * 10^{-19}$	$3.00 * 10^6$	0.4	0.7
Cas 10	$4.06 * 10^{-19}$	$3.34 * 10^5$	$4.10 * 10^{-19}$	$3.13 * 10^5$	0.8	6.7

Tableau 3.3 – Estimations de k_l et b et erreurs associées dans le cas où $V_e = 2 l$ et $V_s = 1 l$

	$k_{l,SD} (m^2)$	$b_{SD} (Pa)$	$k_l^* (m^2)$	$b^* (Pa)$	$Ec_{k_l} (%)$	$Ec_b (%)$
Cas 1	$1.00 * 10^{-18}$	$5.71 * 10^5$	$1.00 * 10^{-18}$	$5.71 * 10^5$	0.1	0.1
Cas 2	$1.00 * 10^{-18}$	$5.70 * 10^5$	$1.00 * 10^{-18}$	$5.71 * 10^5$	0.1	0.1
Cas 3	$1.00 * 10^{-18}$	$5.70 * 10^5$	$1.00 * 10^{-18}$	$5.70 * 10^5$	0.1	0.1
Cas 4	$1.00 * 10^{-18}$	$5.48 * 10^5$	$1.00 * 10^{-18}$	$5.48 * 10^5$	0.1	0.1
Cas 5	$1.02 * 10^{-18}$	$5.71 * 10^5$	$1.02 * 10^{-18}$	$5.71 * 10^5$	0.1	0.1
Cas 6	$1.04 * 10^{-18}$	$5.71 * 10^5$	$1.04 * 10^{-18}$	$5.71 * 10^5$	0.1	0.1
Cas 7	$1.36 * 10^{-18}$	$5.77 * 10^5$	$1.36 * 10^{-18}$	$5.71 * 10^5$	0.2	1.1
Cas 8	$4.65 * 10^{-19}$	$1.53 * 10^6$	$4.96 * 10^{-19}$	$1.31 * 10^6$	6.2	16.6
Cas 9	$2.97 * 10^{-19}$	$5.21 * 10^6$	$4.10 * 10^{-19}$	$3.00 * 10^6$	27.5	73.8
Cas 10	$3.22 * 10^{-19}$	$1.07 * 10^6$	$4.10 * 10^{-19}$	$3.13 * 10^5$	21.3	241.9

Tableau 3.4 – Estimations de k_l et b et erreurs associées dans le cas où $V_e = V_s = 10 ml$

L'examen des écarts relevés entre les valeurs estimées par Step Decay et les valeurs prédites avec les formules (3.12) et (3.13) dévoile que la validité de ces expressions dépend bien du contraste de perméabilité intrinsèque mais non du contraste du coefficient de Klinkenberg, comme soutenu par Chastanet *et al* [12] dans le cas particulier du stratifié parallèle de la figure 3.16, et dépend également des volumes des réservoirs amont et aval. Que ces volumes soient conséquents devant le volume de pore du milieu ou comparables à ce dernier, la possibilité de modéliser le stratifié parallèle de la figure 3.6 par un système homogène équivalent ayant pour propriétés celles déterminées par le biais des égalités (3.12) et (3.13) est confirmée pour de faibles contrastes de perméabilité intrinsèque. En revanche, pour de forts contrastes, les résultats numériques divergent d'autant plus des résultats analytiques que le contraste introduit est grand et que les volumes des chambres du dispositif sont petits. Ces observations concordent avec les propos de Kamath *et al* [46], qui préconisent en effet de travailler avec de gros volumes en entrée et sortie du système hétérogène, si le but recherché consiste à s'assurer de l'enregistrement des signaux de pression propres au système homogène équivalent. Ainsi, tout porte à croire que conduire l'essai Step Decay dans une telle configuration expérimentale revient à satisfaire, notamment dans la situation où le contraste de perméabilité est élevé, la totalité des conditions spécifiées par Chastanet *et al* [12] pour garantir la validité des relations (3.12) et (3.13), en régime d'écoulement transitoire 2D : stratifié parallèle périodique et de dimensions infinies dans les trois directions de l'espace. Dans le développement qui suit, la procédure inverse est modifiée de sorte que la porosité équivalente soit estimée et non plus bloquée. Le tableau 3.5 regroupe les résultats de l'interprétation et le tableau 3.6 les écarts entre valeurs identifiées et valeurs attendues, dans tous les cas où les volumes des réservoirs amont et aval sont du même ordre de grandeur que le volume de pore du milieu.

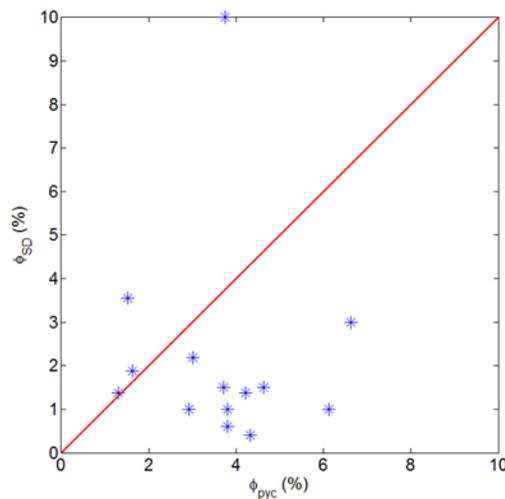
	$k_{l,SD} (m^2)$	$b_{SD} (Pa)$	ϕ_{SD}	$k_l^* (m^2)$	$b^* (Pa)$	ϕ^*
Cas 1	$1.00 * 10^{-18}$	$5.69 * 10^5$	$9.98 * 10^{-2}$	$1.00 * 10^{-18}$	$5.71 * 10^5$	$1.00 * 10^{-1}$
Cas 2	$1.00 * 10^{-18}$	$5.69 * 10^5$	$9.98 * 10^{-2}$	$1.00 * 10^{-18}$	$5.71 * 10^5$	$1.00 * 10^{-1}$
Cas 3	$1.00 * 10^{-18}$	$5.69 * 10^5$	$9.98 * 10^{-2}$	$1.00 * 10^{-18}$	$5.70 * 10^5$	$1.00 * 10^{-1}$
Cas 4	$1.00 * 10^{-18}$	$5.47 * 10^5$	$9.98 * 10^{-2}$	$1.00 * 10^{-18}$	$5.48 * 10^5$	$1.00 * 10^{-1}$
Cas 5	$1.02 * 10^{-18}$	$5.69 * 10^5$	$9.97 * 10^{-2}$	$1.02 * 10^{-18}$	$5.71 * 10^5$	$1.00 * 10^{-1}$
Cas 6	$1.04 * 10^{-18}$	$5.69 * 10^5$	$9.97 * 10^{-2}$	$1.04 * 10^{-18}$	$5.71 * 10^5$	$1.00 * 10^{-1}$
Cas 7	$1.35 * 10^{-18}$	$5.69 * 10^5$	$9.75 * 10^{-2}$	$1.36 * 10^{-18}$	$5.71 * 10^5$	$1.00 * 10^{-1}$
Cas 8	$4.78 * 10^{-19}$	$1.12 * 10^6$	$2.49 * 10^{-2}$	$4.96 * 10^{-19}$	$1.31 * 10^6$	$5.00 * 10^{-2}$
Cas 9	$3.35 * 10^{-19}$	$3.30 * 10^6$	$2.68 * 10^{-3}$	$4.10 * 10^{-19}$	$3.00 * 10^6$	$5.00 * 10^{-2}$
Cas 10	$3.75 * 10^{-19}$	$1.57 * 10^5$	$5.64 * 10^{-3}$	$4.10 * 10^{-19}$	$3.13 * 10^5$	$5.00 * 10^{-2}$

 Tableau 3.5 – Estimations de k_l , b et ϕ dans le cas où $V_e = V_s = 10 ml$

	Ec_{k_l} (%)	Ec_b (%)	Ec_ϕ (%)
Cas 1	0	0.3	0.2
Cas 2	0	0.3	0.2
Cas 3	0	0.3	0.2
Cas 4	0	0.3	0.2
Cas 5	0	0.3	0.3
Cas 6	0	0.3	0.3
Cas 7	0.6	0.3	2.5
Cas 8	3.7	14.2	50.2
Cas 9	18.2	10.1	94.6
Cas 10	8.4	49.8	88.7

 Tableau 3.6 – Erreurs sur les estimations de k_l , b et ϕ dans le cas où $V_e = V_s = 10 \text{ ml}$

Quand la porosité est autorisée à fluctuer au cours de l'inversion des données, les valeurs estimées des propriétés tendent vers les valeurs prédites pour le système homogène équivalent tant que le contraste de perméabilité intrinsèque reste modéré. Pour des contrastes significatifs, les deux ensembles de valeurs divergent. Globalement, les écarts les plus faibles sont ceux relevés entre valeurs de perméabilité tandis que les écarts les plus forts sont ceux relevés entre valeurs de porosité. Il apparaît même que la différence entre les valeurs de porosité croît sensiblement avec la hausse du contraste de perméabilité, la porosité estimée s'éloignant de la porosité attendue par valeur inférieure. Ce nouvel élément est d'un intérêt capital car il tire son origine de l'hétérogénéité du système (dont les effets sur les signaux et donc, sur les valeurs estimées des propriétés sont maximisés en choisissant de petits volumes en entrée et sortie), d'où l'idée d'en faire un second élément de diagnostic.


 FIGURE 3.17 – Ecarts entre ϕ_{SD} et ϕ_{pyc} pour 14 échantillons de gas shale

Le graphe de la figure 3.17, sur lequel sont reportés, pour 14 échantillons de gas shale hétérogènes (testés dans des configurations expérimentales variées), les écarts entre valeurs de porosité trouvée par Step Decay Decay et mesurée par pycnométrie, vient valider, pour la grande majorité des carottes analysées (10 sur 14), le résultat selon lequel l'hétérogénéité du matériau fait diverger la porosité Step Decay de la porosité pycnométrie, plus ou moins fortement et par valeur inférieure.

Les bases du diagnostic ayant été posées, le chapitre qui suit embraye sur la conception de méthodes d'estimation des contrastes de propriétés existant dans un milieu hétérogène assimilé à un stratifié parallèle. Cet ultime chapitre ne prétend pas proposer de nouvelles techniques de mesure, complètes et validées, mais donne seulement quelques pistes de réflexion sur le sujet pour une éventuelle étude à venir.

3.3 Méthodes d'estimation des contrastes de propriété

3.3.1 Modèle continu adimensionnel et paramètres associés

Préalablement à toute tentative de développement d'une telle technique d'estimation des contrastes de propriété, il est nécessaire de déterminer les divers paramètres indépendants impliqués dans la description de l'écoulement de gaz traversant le stratifié parallèle testé par Step Decay. Cette étape préliminaire repose sur la réécriture sous forme adimensionnelle des équations constitutives du modèle physique Step Decay valable en condition hétérogène (équations (3.1) à (3.8)). Le tableau 3.7 précise, pour chacune des variables du modèle, la grandeur employée pour son adimensionnement.

Grandeur dimensionnelle	Φ_1	Φ_2	x	y_1	y_2	t
Grandeur caractéristique	$(P_{e,max} + b_1)^2$	$(P_{e,max} + b_1)^2$	L	h_1	h_2	$\frac{\phi_1 \mu L^2}{k_{l,1}(P_{e,max} + b_1)}$

Tableau 3.7 – Grandeurs caractéristiques choisies pour l'adimensionnement

Pour plus de simplicité, les notations associées aux variables dimensionnelles sont ici conservées pour désigner les variables homologues adimensionnelles :

- Equation de bilan sur Φ dans la couche 1 :

$$\frac{\partial \Phi_1}{\partial t} = \sqrt{\Phi_1} \left(\frac{\partial^2 \Phi_1}{\partial x^2} + \frac{L^2}{h^2} \frac{1}{\eta_1^2} \frac{\partial^2 \Phi_1}{\partial y_1^2} \right) \quad (3.46)$$

- Equation de bilan sur Φ dans la couche 2 :

$$\frac{\partial \Phi_2}{\partial t} = \frac{\phi_1}{\phi_2} \frac{k_{l,2}}{k_{l,1}} \sqrt{\Phi_2} \left[\frac{\partial^2 \Phi_2}{\partial x^2} + \frac{L^2}{h^2} \frac{1}{(1 - \eta_1)^2} \frac{\partial^2 \Phi_2}{\partial y_2^2} \right] \quad (3.47)$$

- Conditions à la frontière entre les couches 1 et 2 :

$$\sqrt{\Phi_1} - \frac{1}{\frac{P_{e,max}}{b_1} + 1} = \sqrt{\Phi_2} - \frac{\frac{b_2}{b_1}}{\frac{P_{e,max}}{b_1} + 1} \quad (3.48)$$

$$\left. \frac{\partial \Phi_1}{\partial y_1} \right|_{y_1=1} = \frac{k_{l,2}}{k_{l,1}} \frac{\eta_1}{1-\eta_1} \left. \frac{\partial \Phi_2}{\partial y_2} \right|_{y_2=\frac{\eta_1}{1-\eta_1}} \quad (3.49)$$

– Condition en entrée de la carotte :

$$\frac{\partial \Phi_1}{\partial t} = \frac{V_{p,1}}{V_e} \sqrt{\Phi_1} \left(\int_0^1 \left. \frac{\partial \Phi_1}{\partial x} \right|_{x=0} dy_1 + \frac{k_{l,2}}{k_{l,1}} \frac{1-\eta_1}{\eta_1} \int_{\frac{\eta_1}{1-\eta_1}}^{1+\frac{\eta_1}{1-\eta_1}} \left. \frac{\partial \Phi_2}{\partial x} \right|_{x=0} dy_2 \right) \quad (3.50)$$

– Condition en sortie de la carotte :

$$\frac{\partial \Phi_1}{\partial t} = \frac{V_{p,1}}{V_e} \frac{V_e}{V_s} \sqrt{\Phi_1} \left(- \int_0^1 \left. \frac{\partial \Phi_1}{\partial x} \right|_{x=1} dy_1 - \frac{k_{l,2}}{k_{l,1}} \frac{1-\eta_1}{\eta_1} \int_{\frac{\eta_1}{1-\eta_1}}^{1+\frac{\eta_1}{1-\eta_1}} \left. \frac{\partial \Phi_2}{\partial x} \right|_{x=1} dy_2 \right) \quad (3.51)$$

– Conditions à la paroi latérale de la carotte :

$$\left. \frac{\partial \Phi_1}{\partial y_1} \right|_{y_1=0} = 0 \quad (3.52)$$

$$\left. \frac{\partial \Phi_2}{\partial y_2} \right|_{y_2=1+\frac{\eta_1}{1-\eta_1}} = 0 \quad (3.53)$$

– Conditions initiales :

$$\Phi_1(x=0, 0 \leq y_1 \leq 1, t=0) = 1 \quad (3.54)$$

$$\Phi_1(x \neq 0, 0 \leq y_1 \leq 1, t=0) = \left(\frac{\frac{P_{in}}{P_{e,max}} \frac{P_{e,max}}{b_1} + 1}{\frac{P_{e,max}}{b_1} + 1} \right)^2 \quad (3.55)$$

$$\Phi_2 \left(x=0, \frac{\eta_1}{1-\eta_1} \leq y_2 \leq 1 + \frac{\eta_1}{1-\eta_1}, t=0 \right) = \left(\frac{\frac{P_{e,max}}{b_1} + \frac{b_2}{b_1}}{\frac{P_{e,max}}{b_1} + 1} \right)^2 \quad (3.56)$$

$$\Phi_2 \left(x \neq 0, \frac{\eta_1}{1-\eta_1} \leq y_2 \leq 1 + \frac{\eta_1}{1-\eta_1}, t=0 \right) = \left(\frac{\frac{P_{in}}{P_{e,max}} \frac{P_{e,max}}{b_1} + \frac{b_2}{b_1}}{\frac{P_{e,max}}{b_1} + 1} \right)^2 \quad (3.57)$$

Neuf paramètres indépendants ressortent de l'étude des équations (3.46) à (3.57) : L/h , η_1 , $k_{l,2}/k_{l,1}$, b_2/b_1 , $b_1/P_{e,max}$, ϕ_2/ϕ_1 , $V_{p,1}/V_e$, V_e/V_s et $P_{in}/P_{e,max}$. Parmi eux, L/h , V_e/V_s et $P_{in}/P_{e,max}$ sont fixés par les conditions expérimentales tandis que b_2/b_1 et $b_1/P_{e,max}$ peuvent être omis quand les effets Klinkenberg sont négligeables (à forte pression de pore). Au final, dans le cas où les effets Klinkenberg sont éliminés, la caractérisation complète du stratifié parallèle passe par le calcul de η_1 , $k_{l,2}/k_{l,1}$, ϕ_2/ϕ_1 et $V_{p,1}/V_e$ uniquement.

3.3.2 Méthode d'estimation graphique de $k_{l,2}/k_{l,1}$ pour une carotte fissurée

Dans le cas particulier où le stratifié parallèle est assimilé à un milieu fissuré, le nombre de paramètres inconnus du modèle physique adimensionnel peut être réduit de quatre à un, en supposant que la fraction volumique η_2 de la zone occupée par la ou les fissure(s) est une donnée connue (mesurée grâce à des images scanner par exemple), de même que la porosité équivalente ϕ^* (mesurée par pycnométrie), et que la porosité ϕ_2 de cette même zone fissure est

égale à 1 [72]. Compte tenu des trois nouveaux paramètres d'entrée : η_2 , ϕ_2 et ϕ^* , la fraction volumique η_1 de la matrice peut être déduite de la relation : $\eta_1 + \eta_2 = 1$ et sa porosité ϕ_1 de la formule (3.11), par laquelle est définie la porosité ϕ^* . Ainsi, les divers termes : η_1 , ϕ_1/ϕ_2 et $V_{p,1}/V_e$ ne formant ou ne comprenant que des grandeurs identifiées (le volume de pore $V_{p,1}$ de la matrice vérifiant : $V_{p,1} = \phi_1 \eta_1 V_{tot}$), le contraste de perméabilité intrinsèque $k_{l,2}/k_{l,1}$ reste le seul coefficient à déterminer. Les prémisses d'une méthode d'estimation graphique de ce contraste sont ici posées, en tirant parti des observations énoncées paragraphe 3.2.3.3, qui dévoilent que l'intensité du rapport $k_{l,2}/k_{l,1}$ dépend de l'intensité de l'écart séparant les valeurs de porosité ϕ_{SD} et ϕ_{pyc} caractérisées respectivement par Step Decay et par pycnométrie. La méthode en question est scindée en six étapes principales :

- Etape 1 : Procéder à la mesure de la fraction volumique η_2 , puis à la mesure de la porosité ϕ^* .
- Etape 2 : Calculer, à partir des valeurs des paramètres η_2 , ϕ_2 et ϕ^* , les valeurs de la fraction volumique η_1 et de la porosité ϕ_1 .
- Etape 3 : Construire numériquement le graphe représentant la quantité $\Delta\phi/\phi^* = |\phi^* - \phi_{SD}|/\phi^*$ en fonction du rapport $k_{l,2}/k_{l,1}$, dans la configuration expérimentale choisie et pour les valeurs de η_1 et ϕ_1 propres à la carotte testée (un point donné étant obtenu en exploitant, par le biais de la procédure inverse homogène, les signaux simulés pour une valeur spécifique du rapport $k_{l,2}/k_{l,1}$, par le biais de la procédure directe hétérogène).
- Etape 4 : Conduire un test Step Decay, à pression de pore élevée, puis interpréter les signaux enregistrés en utilisant la procédure de calcul inverse (fondée sur le modèle homogène) et relever la valeur de porosité ϕ_{SD} trouvée.
- Etape 5 : Calculer la valeur de la quantité $\Delta\phi/\phi^*$, pour la valeur de porosité ϕ_{SD} estimée.
- Etape 6 : Reporter sur le graphe, bâti à la troisième étape, la valeur de $\Delta\phi/\phi^*$ et en extraire la valeur correspondante du rapport $k_{l,2}/k_{l,1}$.

3.3.3 Méthode d'estimation numérique de η_1 , $k_{l,2}/k_{l,1}$, b_2/b_1 , $b_1/P_{e,max}$, ϕ_2/ϕ_1 et $V_{p,1}/V_e$

Dans le cas général, autrement dit dans le cas où aucune hypothèse simplificatrice ne vient diminuer le nombre de paramètres (duquel sont soustraits les paramètres purement expérimentaux) du modèle adimensionnel, le recours à une méthode inverse pour déterminer les six inconnues engageant les propriétés des couches du stratifié est une piste intéressante à creuser car ce type de méthode est adapté à la caractérisation simultanée de nombreux paramètres. Dans cette dernière sous-section du troisième chapitre est donc soulevée la question de savoir si élaborer une procédure de simulation inverse qui interpréterait les données tirées d'un test Step Decay grâce au modèle hétérogène 2D serait une entreprise raisonnable ou non. Seule une étude de sensibilité peut permettre de vérifier si toutes les conditions requises pour garantir une estimation de qualité sont respectées et de répondre ainsi à la problématique posée. Sur les graphes des figures 3.18a et 3.18b apparaissent, dans deux situations distinctes, les sensibilités du signal aval aux multiples paramètres recherchés. Le seul élément différenciant le graphe de la figure 3.18a de celui de la figure 3.18b est le nombre de pulses de pression composant le signal amont, soit : $NP = 1$ dans le premier cas et $NP = 3$ dans le second,

3.3. MÉTHODES D'ESTIMATION DES CONTRASTES DE PROPRIÉTÉ

les paramètres de simulation restants étant : $h = l = 3.54 * 10^{-2} m$, $L = 6.00 * 10^{-2} m$, $k_{l,1} = 1.00 * 10^{-19} m^2$, $b_1 = 1.31 * 10^6 Pa$, $\phi_1 = 1.00 * 10^{-1}$, $k_{l,2} = 1.00 * 10^{-18} m^2$, $b_2 = 5.71 * 10^5 Pa$, $\phi_2 = 2.00 * 10^{-1}$, $V_e = V_s = 1.00 * 10^{-5} m^3$, $P_{e,in} = P_{in} = 1.00 * 10^5 Pa$, $P_{e,max} = 5.10 * 10^6 Pa$, $dP = 0$, $t_f = 2.16 * 10^4 s$, $\Delta t = 1.00 s$, $\mu = 1.80 * 10^{-5} Pa.s$, $I = J = 5.00 * 10^1$.

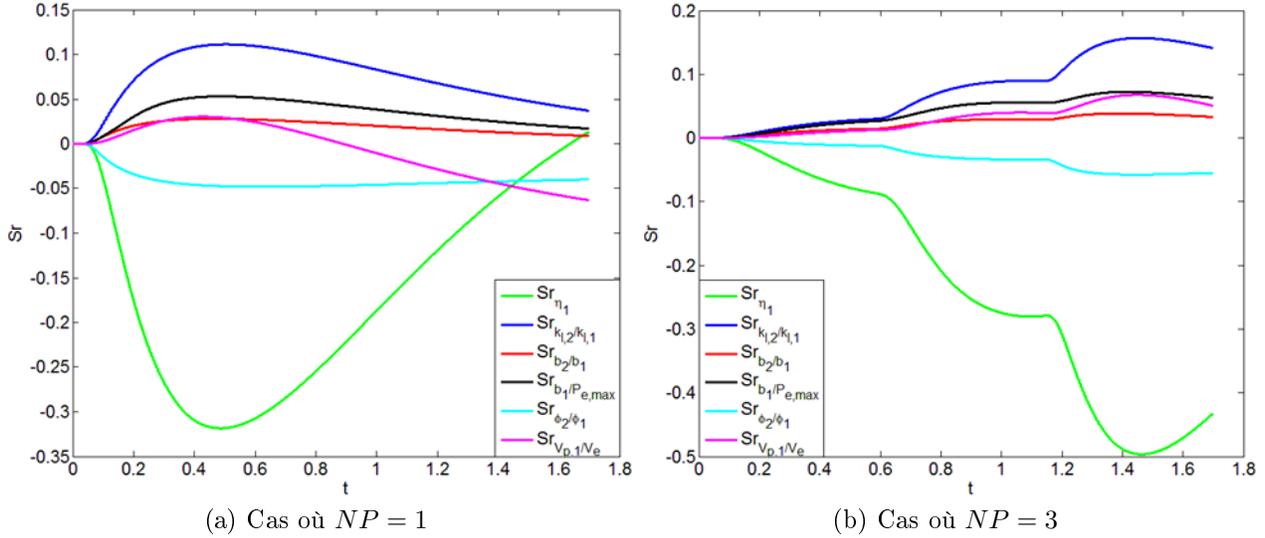


FIGURE 3.18 – Courbes de sensibilité de P_s à η_1 , $k_{l,2}/k_{l,1}$, b_2/b_1 , $b_1/P_{e,max}$, ϕ_2/ϕ_1 et $V_{p,1}/V_e$

La mise en comparaison des courbes de sensibilité enregistrées pour le pulse unique avec celles enregistrées pour les trois pulses montre que le fait de multiplier les incréments de pression amplifie le degré de sensibilité du signal aval à chaque paramètre inconnu du modèle ainsi que le taux de variation de chacune des courbes de sensibilité. Par contre, exciter le système avec plusieurs pulses de pression ne semble pas remédier grandement au problème de similitude des sensibilités aux paramètres impliquant les perméabilités intrinsèques et les porosités des deux couches ainsi que le/les coefficient(s) de Klinkenberg d'une/des deux couche(s), problème témoignant de la probable corrélation de ces paramètres. Néanmoins, l'étendue des possibilités offertes par la technique Step Decay laisse penser qu'il pourrait exister un type de modulation optimal du signal amont qui permettrait de rompre toute corrélation entre les paramètres et de garantir ainsi leur estimation simultanée. Cette voie reste à explorer. En résumé, le travail exposé tout au long du présent chapitre traitant du développement de méthodes destinées à la caractérisation des contrastes de propriété de systèmes hétérogènes met en relief toute la difficulté de déterminer proprement la totalité des paramètres inconnus figurant dans la description du problème, en raison de leur nombre qui se révèle être conséquent même dans le cas simple où le milieu est modélisé par un stratifié parallèle. Dans le but de s'affranchir des éventuels effets générés par les fissures, Luffel et Guidry [63] ont inventé, au début des années 90, une nouvelle méthode de mesure des propriétés physiques d'un matériau poreux, dont le principe consiste à conduire une expérience de type Pulse Decay non plus sur une carotte

intègre mais sur un amas de particules issues du broyage de la roche analysée ou prélevées parmi les déblais de forage. Les auteurs estiment que les particules obtenues d'une manière ou d'une autre sont dépourvues de fissures, compte tenu de leur petite taille [64]. Malgré le fait que les conditions in-situ ne peuvent être reproduites par sertissage des particules composant le système, cette idée novatrice d'opérer sur un broyat reste attrayante du point de vue économique, étant donnée la disponibilité des déblais de forage, comme du point de vue technique, étant donnée la rapidité de l'essai. Les performances de la méthode Pulse Decay sur broyat font l'objet d'une étude poussée dans le quatrième chapitre de ce manuscrit.

Chapitre 4

Méthode Pulse Decay sur broyat

4.1 Performances de la méthode

4.1.1 Principe de la méthode

Le dispositif de mesure utilisé pour conduire un test Pulse Decay sur broyat est un simple dispositif de pycnométrie tel que celui schématisé figure 1.1. Le protocole expérimental décrivant la mise en oeuvre d'un essai type se divise en quatre étapes principales :

- Dans un premier temps, le broyat est introduit dans la cellule de volume V_b .
- Dans un deuxième temps, la vanne v étant en position fermée, la vanne v_a est ouverte et le détendeur d_a réglé de sorte que la pression dans la cellule de volume V_a se stabilise à la consigne $P_{R,0}$, puis si besoin est la vanne v_b est ouverte et le détendeur d_b réglé de sorte que la pression dans la cellule de volume V_b se stabilise à la consigne P_{in} , inférieure à $P_{R,0}$.
- Dans un troisième temps, la vanne v_a est fermée, de même que la vanne v_b si cette dernière a été préalablement ouverte, de manière à isoler toutes les alimentations en gaz du reste du montage.
- Dans un quatrième temps, la vanne v est actionnée pour permettre la détente du pulse de la cellule V_a dans le volume mort VM de la cellule V_b , le capteur enregistrant la pression de pénétration du gaz dans le milieu poreux, notée P_R , étant activé simultanément à l'ouverture de v .

4.1.2 Bibliographie

Comme mentionné en introduction, la littérature concernant la caractérisation des propriétés de roches broyées recense peu de références décrivant les modèles construits pour interpréter les données expérimentales [73]. Il semblerait même, après une analyse approfondie de la littérature, que les travaux de Cui *et al* [17], datant de 2009, constituent les seuls dans lesquels les auteurs expliquent clairement leur modèle mathématique et la démarche adoptée en vue de parvenir aux propriétés du broyat. Cui *et al* procèdent à la modélisation du problème Pulse Decay sur broyat en reprenant les principales hypothèses simplificatrices employées pour traiter le problème analogue sur carotte : adsorption non négligeable du gaz, absence de glissement des molécules de gaz (en imposant une pression de pore élevée) et

compressibilité du gaz constante (cf. sous-section 2.1.2). Ils préconisent de calculer la perméabilité du matériau selon la méthodologie développée initialement par Dicker et Smits [18] puis reprise par Jones [43] (cf. sous-section 2.1.2), qui exploite la partie tardive de la décroissance de pression enregistrée à partir de la solution analytique au problème. Ils prouvent en effet que la précision des estimations fournies par une méthodologie se focalisant sur les données enregistrées aux temps courts est nettement moins bonne.

Depuis 1992, les travaux précurseurs de Luffel et Guidry [63] ont donné naissance à quelques nouvelles méthodes d'analyse des broyats, dérivant pour certaines de la méthode classique Pulse Decay. En 1997, Marsala *et al* [67] brevètent, sous la dénomination « Marcell », un dispositif de mesure de la perméabilité d'un broyat, préparé de manière particulière. Les particules sont initialement plongées dans un disque de résine imperméable, ayant un diamètre compris entre 60 et 100 *mm* et une épaisseur comprise entre 1 et 4 *mm*. Les deux sections parallèles du disque sont ensuite polies pour dégager la roche et permettre ainsi la circulation du fluide, liquide ou gaz. Le test est mené en régime permanent et répété à plusieurs niveaux de pression, quand, dans la situation où le fluide sélectionné est un gaz, le calcul du coefficient de Klinkenberg est requis. En 2003, Egermann *et al* [19] publient une étude sur une version modifiée de la méthode de Luffel et Guidry, baptisée « Darcylog », dont la mise en oeuvre se décompose en trois temps principaux. Les deux premières étapes se résument à saturer avec de l'hélium, puis avec de l'huile, les particules contenues dans la cellule de mesure. Sachant que l'hélium possède un très faible coefficient de dissolution dans l'huile, des bulles de gaz, déconnectées les unes des autres, se retrouvent piégées par le liquide dans les pores des particules. La troisième et dernière étape consiste à appliquer au broyat, une fois la phase de saturation à l'huile terminée, un pulse de 10 *bars* de ce même fluide, qui vient comprimer les résidus d'hélium en pénétrant dans les particules. Connaissant la porosité, le calcul de la perméabilité est opéré en inversant la courbe temporelle du volume d'huile injecté dans la cellule avec une procédure numérique dont le modèle assimile le système à un amas monodisperse de sphères. D'après Lenormand et Egermann [58], une expérience de type Darcylog nécessite que la porosité de la roche considérée soit au minimum de 4 %. Par ailleurs, Lenormand et Fonta [59] précisent que pour un diamètre de particule compris entre 1 et 5 *mm*, les perméabilités accessibles varient entre 10 μD et 1 – 2 *D*. Quatre ans plus tard, Carles *et al* [10] introduisent une technique analogue au Darcylog, dite « Darcygas », dont le fonctionnement repose non plus sur un liquide visqueux mais sur un gaz. Plus précisément, le pulse de pression est provoqué par une compression brutale de l'air environnant le broyat, dans la cellule de mesure. Seule la perméabilité apparente est extraite de l'interprétation de la décroissance de pression relevée. Le Darcygas vient élargir la gamme des perméabilités identifiables par le biais du Darcylog à des valeurs inférieures à 10 μD . Enfin, Fathi *et al* [21] présentent, en 2012, deux techniques de caractérisation du matériau constitutif des particules du broyat. La première se fonde sur un simple examen de la distribution de la taille de pore, les auteurs ayant tabulé, pour différentes valeurs du diamètre de pore effectif (et pour du méthane, dont la température est égale à 77 °F (soit 25 °C)), les valeurs de la perméabilité intrinsèque, du coefficient de Klinkenberg et du rapport de l'échelle de longueur caractéristique au libre parcours moyen des molécules de gaz (cf. égalité (1.3)). La deuxième nécessite une série de mesures de la perméabilité apparente à des niveaux contrastés de pression de pore. Les valeurs de la perméabilité intrinsèque et du diamètre de pore effectif sont ajustées itérativement jusqu'à trouver une correspondance entre les mesures expérimentales

et l'une des courbes numériques donnant, pour de multiples diamètres de pore effectifs, le rapport de la perméabilité apparente à la perméabilité intrinsèque en fonction de l'inverse de la pression moyenne.

4.1.3 Modèle physique

4.1.3.1 Hypothèses de validité du modèle

La liste des hypothèses posées dans le cadre de la modélisation du problème Pulse Decay sur broyat intègre celles utilisées pour traiter le problème analogue sur carotte (cf. paragraphe 2.1.3.1) ainsi que deux hypothèses supplémentaires portant sur la constitution du système :

1. échantillon homogène
2. échantillon isotrope
3. gaz parfait
4. écoulement monodimensionnel
5. absence d'effets Forchheimer
6. absence d'effets d'accélération
7. absence d'effets de compressibilité à l'échelle du pore
8. absence d'effets de la pesanteur
9. présence d'effets Klinkenberg, modélisés par la loi de Darcy-Klinkenberg sur toute la gamme du nombre de Knudsen associée aux tight gas sands et gas shales
10. dispositif isotherme
11. amas monodisperse
12. particules sphériques.

4.1.3.2 Equations continues

Il ressort de la combinaison de l'équation de conservation de la masse (2.5), de la loi de Darcy (2.6), de la loi de Klinkenberg (2.7) et de la loi des gas parfaits (2.8), valables pour un écoulement monophasique et isotherme circulant dans un amas de particules sphériques, que la variable de pression P satisfait, en tout point d'une particule quelconque du broyat, l'équation aux dérivées partielles :

$$\frac{\partial P}{\partial t} = \frac{k_l}{\phi \mu r^2} \frac{\partial}{\partial r} \left[r^2 (P + b) \frac{\partial P}{\partial r} \right] \quad (4.1)$$

En choisissant pour convention de ne manipuler que des valeurs positives de débit, il vient, par égalisation du débit masse sortant du volume $V_a + VM$:

$$\varphi_{m,R} = -\frac{dm_R}{dt} = -(V_a + VM) \frac{d\rho_R}{dt} \quad (4.2)$$

et du débit masse pénétrant dans le réseau de pores de l'échantillon de surface totale S_{br} :

$$\varphi_{m,R} = \rho_R v_R S_{br} \quad (4.3)$$

que la condition respectée en $r = R$, où R désigne le rayon de particule, est donnée par :

$$\frac{dP_R}{dt} = -\frac{k_l S_{br}}{\mu (V_a + VM)} \left[(P + b) \frac{\partial P}{\partial r} \right]_{r=R} \quad (4.4)$$

Par ailleurs, compte tenu de la symétrie de chacune des particules en $r = 0$, la condition vérifiée en ce point est explicitée par :

$$\left. \frac{\partial P}{\partial r} \right|_{r=0} = 0 \quad (4.5)$$

Quant aux conditions initiales, la première des deux traduit le fait que le pulse de pression émis à la date $t = 0$, depuis le réservoir servant à sa préparation dans le volume mort du réservoir renfermant le broyat, impose en surface des particules sa valeur $P_{R,0}$ enregistrée après détente du gaz :

$$P(r = R, t = 0) = P_{R,0} \quad (4.6)$$

tandis que la seconde spécifie que, préalablement au démarrage du test, la pression interne à chaque particule, comme dans le volume mort environnant, possède pour valeur P_{in} (égale à P_{atm} généralement) :

$$P(r \neq R, t = 0) = P_{in} \quad (4.7)$$

4.1.4 Modèle numérique

4.1.4.1 Méthode de discrétisation

La discrétisation du modèle physique formé des équations (4.1), (4.4), (4.5), (4.6) et (4.7) a été accomplie par le biais de la méthode des différences finies, dont le principe est détaillé paragraphe 2.1.4.1. Le système maillé considéré pour aboutir aux équations discrètes composant le schéma numérique explicite au premier ordre en temps et au second ordre en espace avec lequel est calculé le champ de pression dans toute particule constitutive du broyat, est schématisé figure 4.1.

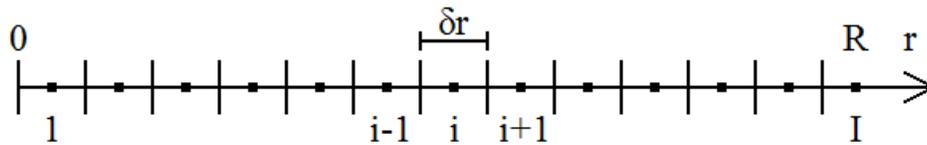


FIGURE 4.1 – Système maillé

4.1.4.2 Procédures de simulation directe et inverse

Chacune des procédures de simulation directe et inverse programmées sous Matlab® pour l'analyse de la méthode Pulse Decay sur broyat est identique, du point de vue structurel, à la procédure homologue conçue pour l'analyse de la méthode Pulse Decay sur carotte. Les tableaux 4.1 et 4.2 fournissent respectivement les paramètres d'entrée de la procédure directe et ceux de la procédure complémentaire. Par ailleurs, l'algorithme de Levenberg-Marquardt (cf. annexe A) reste l'algorithme d'optimisation sélectionné pour la caractérisation des trois propriétés recherchées : k_l , b et ϕ , par inversion de la seule décroissance de pression P_R .

Symbole	Paramètre
R	Rayon de particule
k_l	Perméabilité intrinsèque
b	Coefficient de Klinkenberg
ϕ	Porosité
V_a	Volume du réservoir pressurisé
V_{br}	Volume de broyat
VM	Volume mort
$P_{R,0}$	Pression dans $V_a + VM$ à $t = 0$
P_{in}	Pression dans V_p et VM à $t = 0^-$
dP	Erreur sur la mesure
t_f	Durée de la simulation
Δt	Pas de temps d'échantillonnage
μ	Viscosité dynamique du gaz
I	Nombre de mailles

Tableau 4.1 – Paramètres d'entrée de la procédure de simulation directe

Symbole	Paramètre
R	Rayon de particule
V_a	Volume du réservoir pressurisé
V_{br}	Volume de broyat
VM	Volume mort
$P_{R,0}$	Pression dans $V_a + VM$ à $t = 0$
P_{in}	Pression dans V_p et VM à $t = 0^-$
μ	Viscosité dynamique du gaz
I	Nombre de mailles

Tableau 4.2 – Paramètres d'entrée de la procédure de simulation inverse

Dans toutes les simulations qui suivent, le paramètre VM est précisé par une valeur cumulant les espaces vides interparticulaires et les espaces vides générés par la connectique. La part

de VM due au volume mort interparticulaire est calculée à partir de la formule (4.8) qui dérive d'une hypothèse d'empilement des particules sur un réseau cubique à faces centrées. Sachant que le réseau de particules ainsi formé possède la compacité maximale envisageable pour un amas de sphères, soit une compacité de 74 %, la valeur de VM réduite au seul volume mort interparticulaire est la valeur minimale acceptable pour une simulation (mais irréalisable dans la pratique, étant donné que la connectique introduit du volume mort dans le dispositif et que la compacité de l'amas est inférieure à la valeur théorique considérée).

$$VM = \frac{0.26V_{br}}{0.74} \quad (4.8)$$

4.1.4.3 Solution analytique dans le cas où $b = 0$ et $C_g = cte$

Compte tenu du fait que le système composé des équations (4.1), (4.4), (4.5), (4.6) et (4.7) est non linéaire, la résolution analytique de cette version complète du problème Pulse Decay sur broyat est impossible. Pour permettre ce type de résolution, une ou plusieurs hypothèses ayant pour but de linéariser le système doivent être préalablement posées. Dans un souci de validation des équations constitutives du modèle numérique, une solution analytique décrivant l'évolution de la pression en surface des particules a été établie en supposant que :

- les effets Klinkenberg sont négligeables
- la compressibilité du gaz est constante.

Tous calculs faits, il vient :

$$P(r = R, t) = \left[P_{in}^2 + \frac{P_{R,0}^2 - P_{in}^2}{1 + \frac{V_p}{V_a + VM}} + \sum_{\iota=1}^{\infty} \frac{(P_{R,0}^2 - P_{in}^2) \sin(\gamma_{\iota})}{\frac{\gamma_{\iota} \cos(\gamma_{\iota})}{2} + \left[1 + \frac{3V_p}{2(V_a + VM)} \right] \sin(\gamma_{\iota})} \exp\left(-\frac{\gamma_{\iota}^2 k_{app}}{\phi \mu R^2 C_g} t\right) \right]^{1/2} \quad (4.9)$$

où les multiples γ_{ι} (où $1 \leq \iota \leq \infty$) constituent les racines de l'équation :

$$\tan(\gamma_{\iota}) = \frac{\gamma_{\iota}}{1 + \frac{\gamma_{\iota}^2 (V_a + VM)}{3V_p}} \quad (4.10)$$

Sur le graphe de la figure 4.2 sont superposées trois courbes de réponse différentes :

- la courbe 1, de moyenne temporelle P_{moy} , est celle tracée par le biais du modèle numérique complet, dans lequel la propriété b est prise égale à 0
- la courbe 2 est celle tracée par le biais du modèle numérique, dans lequel la propriété b est prise égale à 0 et la compressibilité du gaz C_g (définie par l'inverse de $\sqrt{\Phi_i^n} = P_i^n$ (où $1 \leq i \leq I$), cette relation étant valable pour un gaz parfait uniquement) est prise constante, égale à l'inverse de la pression moyenne P_{moy}
- la courbe 3 est celle tracée par le biais du modèle analytique, dans lequel la compressibilité C_g est prise égale à l'inverse de la pression P_{moy} .

Les simulations directes dont proviennent ces signaux concernent le même système défini par : $R = 5.00 * 10^{-3} m$, $k_l = 1.00 * 10^{-18} m^2$, $b = 0$, $\phi = 1.00 * 10^{-1}$, $V_{br} = 7.54 * 10^{-5} m^3$ et

impliquent les mêmes paramètres relatifs aux conditions expérimentales : $V_a = 3.00 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3$, $VM = 3.25 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3$, $P_{R,0} = 1.00 \cdot 10^6 \text{ Pa}$, $P_{in} = 1.00 \cdot 10^5 \text{ Pa}$, $dP = 0$, $t_f = 6.00 \cdot 10^1 \text{ s}$, $\Delta t = 1.00 \cdot 10^{-1} \text{ s}$, $\mu = 1.80 \cdot 10^{-5} \text{ Pa.s}$ et au calcul numérique : $I = 5.00 \cdot 10^2$. Le nombre de racines γ_l considéré est de 500.

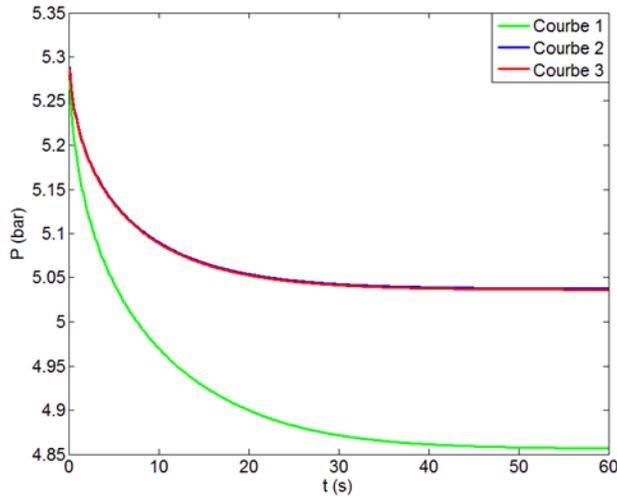


FIGURE 4.2 – Décroissances de pression dans le cas où $b = 0$ et $C_g = cte$

Le graphe de la figure 4.2 montre une concordance parfaite entre la réponse numérique à laquelle est associée la compressibilité C_g constante et la réponse analytique à laquelle est associée cette même valeur de C_g . Ceci vient valider le modèle discret développé pour l'étude de la technique Pulse Decay sur broyat. Par ailleurs, le graphe met en évidence un écart notable entre la courbe analytique et la courbe numérique à laquelle correspond la compressibilité C_g variable. Ce résultat souligne clairement le fait que supposer que la compressibilité C_g est une constante transgresse le principe fondamental de conservation de la masse. Par conséquent, recourir à une solution analytique bâtie sur une telle hypothèse pour interpréter le signal enregistré [5, 18, 72, 17, 88] semble périlleux du point de vue de la précision attendue sur les estimations des propriétés k_l , b et ϕ .

4.1.4.4 Solution analytique dans le cas où $b = 0$

Dans le présent paragraphe, une nouvelle solution analytique au problème Pulse Decay sur broyat est calculée dans une configuration simplifiée où les effets Klinkenberg sont supposés inexistants mais où la compressibilité du gaz n'est soumise à aucune contrainte. Cette recherche de solution est exécutée en calquant la démarche suivie par Haskett *et al* [30] dans leurs travaux datant de 1986, centrés sur la résolution du problème Pulse Decay sur carotte établi pour un écoulement de gaz. La linéarisation du système d'équations requiert trois changements de variable successifs :

- le premier substitue la variable de pression P par la variable de pseudopression P_{ps} [30] :

$$P_{ps} = 2 \int_{P_{in}}^P \frac{P}{\mu z} dP \quad (4.11)$$

– le second substitue la variable de temps t par la variable de pseudotemps t_{ps} [30] :

$$t_{ps} = \mu_{p,0} C_{tot,p,0} \int_0^t \frac{1}{\mu C_{tot}} dt \quad (4.12)$$

où les notations $\mu_{p,0}$ et $C_{tot,p,0}$ désignent les valeurs respectives de la viscosité dynamique du gaz et de la compressibilité totale, toutes deux relevées à pression de pore initiale

– le troisième, préconisé par Carslaw et Jaeger pour le traitement des problèmes de diffusion en coordonnées sphériques, substitue la variable P_{ps} par la variable Π_{ps} [11] :

$$\Pi_{ps}(r, t) = r P_{ps}(r, t) \quad (4.13)$$

Tous calculs faits, il ressort que la solution gouvernant l'évolution de la pression P en surface des particules du broyat, dans le domaine temporel, prend la forme suivante :

$$P(r = R, t) = \left[P_{in}^2 + \frac{P_{R,0}^2 - P_{in}^2}{1 + \frac{V_p}{V_a + VM}} + \sum_{\iota=1}^{\infty} \frac{(P_{R,0}^2 - P_{in}^2) \sin(\gamma_{\iota})}{\frac{\gamma_{\iota} \cos(\gamma_{\iota})}{2} + \left[1 + \frac{3V_p}{2(V_a + VM)} \right] \sin(\gamma_{\iota})} \exp\left(-\frac{\gamma_{\iota}^2 k_{app}}{\phi \mu R^2} \int_0^t \frac{dt}{C_g}\right) \right]^{1/2} \quad (4.14)$$

La seule différence entre les expressions (4.9) et (4.14) concerne la valeur de la compressibilité du gaz C_g , qui intervient exclusivement dans l'argument de la fonction exponentielle. Notamment, dans la solution (4.14), la quantité définie par l'inverse de la compressibilité C_g (quantité égale à P_R) est réactualisée à chaque nouvelle valeur de la variable de temps t , par sa moyenne temporelle entre $t = 0$ et t .

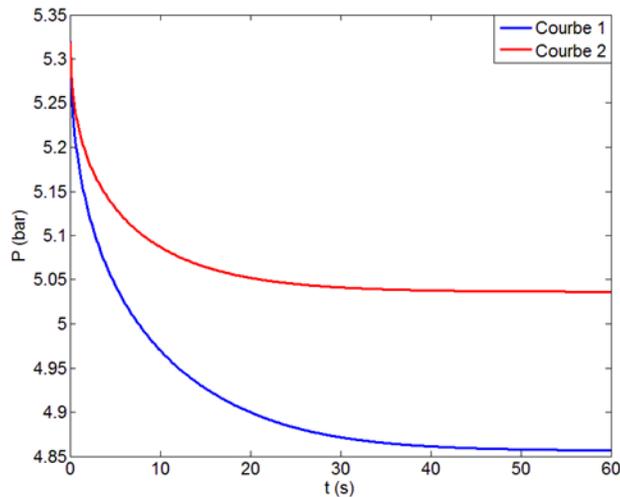


FIGURE 4.3 – Décroissances de pression dans le cas où $b = 0$

Sur le graphe de la figure 4.3 sont reportées deux courbes de réponse distinctes :

- la courbe 1 est celle fournie par le modèle numérique complet, dans lequel la propriété b est prise égale à 0
- la courbe 2 est celle fournie par le modèle analytique (4.14).

Les paramètres utilisés pour les simulations directes dont sont extraits ces signaux sont ceux énumérés paragraphe 4.1.4.3. Il se dégage du graphe que la solution analytique (4.14) ne respecte pas le bilan de masse, bien que cette dernière implique une compressibilité C_g variable. Comme mentionné dans la référence [56], ce phénomène tire son origine du fait que le changement de variable sur t suppose implicitement :

$$\begin{aligned} \frac{1}{r^2} \left[\frac{\partial}{\partial r} \left(r^2 \frac{\partial \Pi_{ps}}{\partial r} \Big|_{t_{ps}} \right) \right]_{t_{ps}} &\gg \frac{\partial^2 \Pi_{ps}}{\partial t_{ps}^2} \Big|_r \left(\frac{\partial t_{ps}}{\partial r} \Big|_t \right)^2 + 2 \frac{\partial^2 \Pi_{ps}}{\partial t_{ps} \partial r} \Big|_{t_{ps}, r} \frac{\partial t_{ps}}{\partial r} \Big|_t \\ &+ \frac{2}{r} \frac{\partial \Pi_{ps}}{\partial t_{ps}} \Big|_r \frac{\partial t_{ps}}{\partial r} \Big|_t \end{aligned} \quad (4.15)$$

L'écart observé entre les réponses numérique et analytique montre que la contrainte (4.15) n'est pas vérifiée dans le cas envisagé. Réciproquement, si cette contrainte n'est pas satisfaite, l'application du changement de variable (4.12) mène à un bilan de masse erroné. Les résultats exposés dans ce dernier paragraphe et dans le paragraphe 4.1.4.3 justifient la nécessité d'exploiter le signal de pression enregistré à partir d'une solution numérique, basée sur le modèle physique complet, autrement dit non entaché de simplifications particulières, afin de garantir un maximum de précision sur les valeurs estimées des propriétés recherchées.

4.1.5 Points forts et points faibles de la méthode

4.1.5.1 Impact de R sur la durée du test

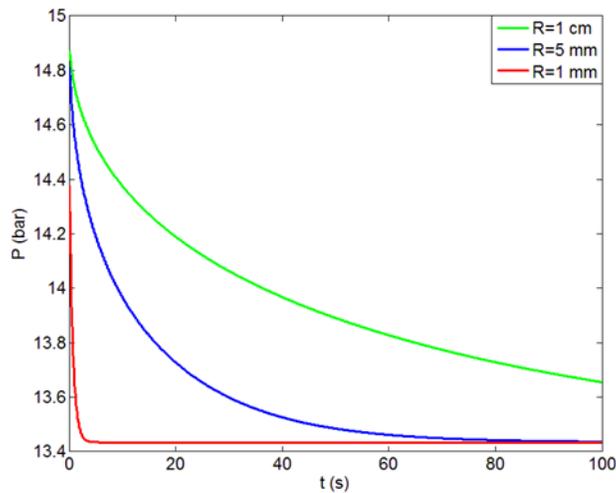


FIGURE 4.4 – Impact de R sur la durée de la décroissance de pression

Le graphe de la figure 4.4 fournit trois signaux de pression obtenus par le biais de la procédure de simulation directe, pour différents échantillons auxquels sont affectées les mêmes propriétés : $k_l = 1.00 * 10^{-19} m^2$, $b = 1.31 * 10^6 Pa$, $\phi = 1.00 * 10^{-1}$, le même volume : $V_{br} = 7.54 * 10^{-5} m^3$ mais des rayons de particule éloignés : $R = 1.00 * 10^{-3} m$, $R = 5.00 * 10^{-3} m$ et $R = 1.00 * 10^{-2} m$. Dans chacune des trois configurations envisagées : $V_a = 3.00 * 10^{-5} m^3$, $VM = 3.25 * 10^{-5} m^3$, $P_{R,0} = 3.00 * 10^6 Pa$, $P_{in} = 1.00 * 10^5 Pa$, $dP = 0$, $t_f = 1.00 * 10^2 s$, $\Delta t = 1.00 * 10^{-1} s$, $\mu = 1.80 * 10^{-5} Pa.s$ et $I = 2.00 * 10^2$.

Il ressort du graphe obtenu que la période durant laquelle le signal de pression P_R fluctue et contient donc de la sensibilité aux diverses propriétés k_l , b et ϕ est fortement dépendante du rayon de particule R . Le fait que l'intervalle de temps requis pour que s'instaure l'équilibre final, noté t_E , soit divisé par 10 environ quand le rayon R passe de 10 mm à 1 mm appuie davantage encore la conclusion selon laquelle la taille de particule moyenne conditionne la durée du test. Cette accélération de la décroissance de pression provoquée par la réduction de la dimension caractéristique des particules du broyat, à volume V_{br} constant, résulte de la combinaison d'une augmentation de la surface de pénétration du gaz S_{br} et d'une diminution de la distance à parcourir par le fluide en vue de remplir totalement les réseaux de pores des multiples particules. Cependant, un signal expérimental de quelques secondes à peine, tel que celui associé au rayon R égal à 1 mm, est insuffisant pour garantir une estimation précise des propriétés k_l , b et ϕ , en raison des fluctuations de pression qui surviennent aux temps courts et dont le modèle interprétatif ne tient pas compte. A titre de rappel, ces fluctuations du signal P_R , montrées sur le graphe de la figure 2.4, sont produites immédiatement après l'ouverture de la vanne v , par l'application du pulse et par les effets thermiques dus à la détente rapide du gaz du réservoir V_a dans le volume mort VM environnant le broyat. En résumé, pour une roche donnée et des conditions expérimentales prédéfinies, le rayon de particule moyen doit être sélectionné avec soin, de manière à assurer l'enregistrement d'un signal P_R qui soit exploitable par inversion numérique. En présence de particules réelles, c'est-à-dire de formes aléatoires, le choix de cette dimension caractéristique est d'autant plus délicat que l'hypothèse de particules sphériques génère une surestimation du temps t_E requis pour parvenir à l'équilibre. Cette géométrie implique en effet le rapport surface sur volume minimal et donc, pour une dimension moyenne donnée, la durée t_E maximale observable.

4.1.5.2 Sensibilités à k_l , b et ϕ

Sur le graphe de la figure 4.5a sont reportées les courbes de sensibilité aux propriétés k_l , b et ϕ de la décroissance de pression P_R générée grâce à la procédure de calcul directe, pour un amas de particules de rayon : $R = 5.00 * 10^{-3} m$ et de propriétés : $k_l = 1.00 * 10^{-21} m^2$, $b = 6.86 * 10^6 Pa$, $\phi = 1.00 * 10^{-2}$, analysé dans les conditions expérimentales précisées par les paramètres : $V_a = 3.00 * 10^{-5} m^3$, $V_{br} = 7.54 * 10^{-5} m^3$, $VM = 3.25 * 10^{-5} m^3$, $P_{R,0} = 5.00 * 10^6 Pa$, $P_{in} = 1.00 * 10^5 Pa$, $dP = 0$, $t_f = 3.00 * 10^2 s$, $\Delta t = 1.00 * 10^{-1} s$, $\mu = 1.80 * 10^{-5} Pa.s$. La discrétisation spatiale repose sur un nombre de mailles : $I = 2.00 * 10^2$. Quant au graphe de la figure 4.5b, celui-ci montre plusieurs courbes de corrélation des propriétés k_l et b , dont chacune d'elles provient d'une simulation lancée pour une valeur donnée de $P_{R,0}$: $P_{R,0} = 2.00 * 10^6 Pa$, $P_{R,0} = 5.00 * 10^6 Pa$ et $P_{R,0} = 1.00 * 10^7 Pa$, les paramètres restants étant ceux sélectionnés pour construire le graphe de la figure 4.5a.

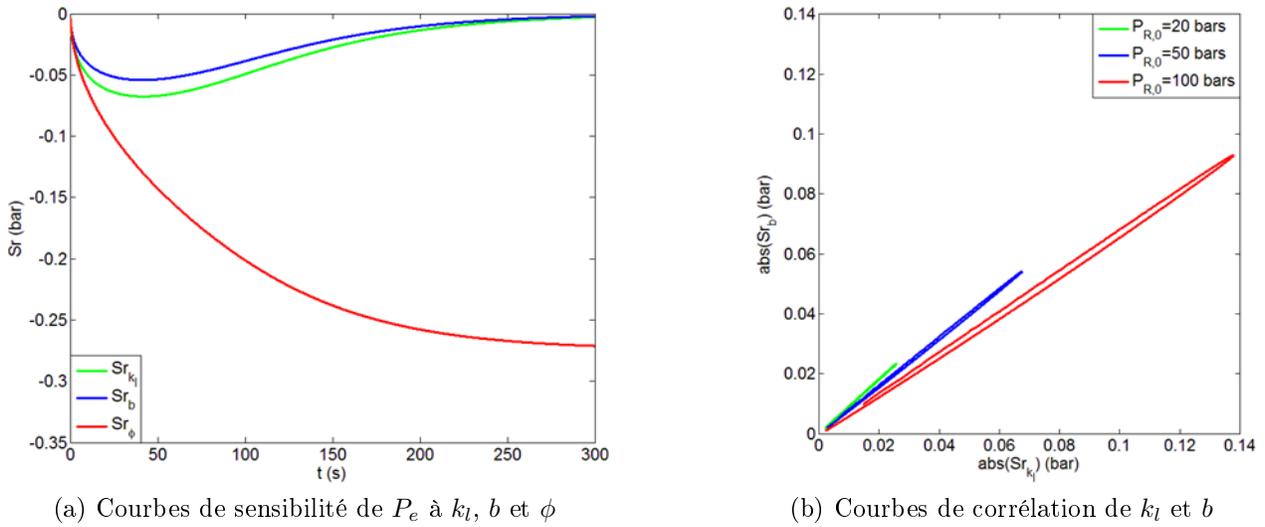


FIGURE 4.5 – Résultats de l'étude de sensibilité

Le graphe de la figure 4.5a met en avant le fait que la sensibilité de la réponse P_R à la propriété ϕ excède très nettement les sensibilités de ce même signal aux propriétés k_l et b , la sensibilité à b étant la plus faible des trois. Néanmoins, quelle que soit la propriété considérée parmi le triplet (k_l, b, ϕ) , la sensibilité associée est suffisamment grande face à la précision d'un capteur de pression standard. Par ailleurs, la forte sensibilité à la propriété ϕ était prévisible dans la mesure où un essai de type Pulse Decay sur broyat est comparable à un essai de pycnométrie. Pour en terminer avec ce graphe, il est intéressant de remarquer que les courbes de sensibilité aux propriétés k_l et b sont similaires, tant du point de vue de l'amplitude que du point de vue de l'allure. Ce dernier point est à l'origine du tracé des courbes de corrélation des propriétés k_l et b apparaissant sur le graphe de la figure 4.5b. Il découle de l'analyse des courbes de corrélation fournies pour les valeurs sélectionnées de la consigne initiale que les propriétés k_l et b sont totalement corrélées dans les situations où le pulse de pression se caractérise par une valeur initiale très inférieure à 50 bars, autrement dit par une très faible intensité. La linéarité de la courbe représentant la sensibilité à la propriété k_l en fonction de la sensibilité à la propriété b se rompt visiblement quand le pulse appliqué possède une valeur initiale véritablement élevée (voisine de 100 bars). Le phénomène de corrélation observé peut être expliqué par le biais de la seule loi de Klinkenberg (2.7). En effet, le terme b/P_R de cette égalité fluctue si peu, en raison des faibles variations subies par la pression P_R (cf. figure 4.4), que la perméabilité apparente k_{app} reste quasi constante sur toute la durée du test, rendant difficile la séparation des rôles tenus par les propriétés k_l et b dans l'évolution du signal P_R enregistré. Cette justification est en accord avec le résultat selon lequel une augmentation de la valeur initiale du pulse de pression provoque une diminution de la corrélation des propriétés k_l et b , étant donné que l'amplitude de la décroissance relevée croît avec la hausse de la consigne imposée.

4.1.5.3 Impact de la corrélation de k_l et b sur leurs estimations

Soient les décroissances de pression provenant de simulations directes réalisées pour deux systèmes se voyant associer le même jeu de propriétés : $k_l = 1.00 \cdot 10^{-21} \text{ m}^2$, $b = 6.86 \cdot 10^6 \text{ Pa}$, $\phi = 1.00 \cdot 10^{-2}$, le même volume : $V_{br} = 7.54 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3$ mais des rayons de particule distincts :

- Système 1 : $R = 5.00 \cdot 10^{-3} \text{ m}$
- Système 2 : $R = 1.00 \cdot 10^{-3} \text{ m}$.

Parmi les paramètres restants, certains sont identiques pour les deux simulations : $V_a = 3.00 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3$, $VM = 3.25 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3$, $P_{in} = 1.00 \cdot 10^5 \text{ Pa}$, $dP = 5.50 \cdot 10^{-2} \%$, $\Delta t = 1.00 \cdot 10^{-1} \text{ s}$, $\mu = 1.80 \cdot 10^{-5} \text{ Pa.s}$, et $I = 2.00 \cdot 10^2$ tandis que d'autres sont différents selon le système :

- Système 1 : $P_{R,0} = 5.00 \cdot 10^6 \text{ Pa}$, $t_f = 3.00 \cdot 10^2 \text{ s}$
- Système 2 : $P_{R,0} = 1.00 \cdot 10^6 \text{ Pa}$, $t_f = 2.00 \cdot 10^1 \text{ s}$.

Valeurs initiales	$k_{l,PD} \text{ (m}^2\text{)}$	$b_{PD} \text{ (Pa)}$	ϕ_{PD}	$\sigma_{k_l} \text{ (\%)}$	$\sigma_b \text{ (\%)}$	$\sigma_\phi \text{ (\%)}$
Série 1	$1.36 \cdot 10^{-21}$	$4.58 \cdot 10^6$	$9.99 \cdot 10^{-3}$	$2.21 \cdot 10^1$	$3.12 \cdot 10^1$	$3.27 \cdot 10^{-1}$
Série 2	$1.20 \cdot 10^{-21}$	$5.42 \cdot 10^6$	$9.99 \cdot 10^{-3}$	$2.21 \cdot 10^1$	$2.90 \cdot 10^1$	$8.43 \cdot 10^{-2}$
Série 3	$1.20 \cdot 10^{-21}$	$5.42 \cdot 10^6$	$9.99 \cdot 10^{-3}$	$2.21 \cdot 10^1$	$2.90 \cdot 10^1$	$8.43 \cdot 10^{-2}$

(a) Estimations de k_l , b et ϕ

Valeurs initiales	$Ec_{k_l} \text{ (\%)}$	$Ec_b \text{ (\%)}$	$Ec_\phi \text{ (\%)}$
Série 1	36.5	33.2	0.1
Série 2	20.5	21.0	0.1
Série 3	20.5	21.0	0.1

(b) Erreurs sur les estimations

Tableau 4.3 – Résultats des inversions pour le système 1

Valeurs initiales	$k_{l,PD} \text{ (m}^2\text{)}$	$b_{PD} \text{ (Pa)}$	ϕ_{PD}	$\sigma_{k_l} \text{ (\%)}$	$\sigma_b \text{ (\%)}$	$\sigma_\phi \text{ (\%)}$
Série 1	$3.83 \cdot 10^{-21}$	$1.49 \cdot 10^6$	$9.99 \cdot 10^{-3}$	$1.36 \cdot 10^2$	$1.73 \cdot 10^2$	$2.02 \cdot 10^{-1}$
Série 2	$3.05 \cdot 10^{-21}$	$1.97 \cdot 10^6$	$1.00 \cdot 10^{-2}$	$1.68 \cdot 10^2$	$2.02 \cdot 10^2$	$1.99 \cdot 10^{-1}$
Série 3	$3.61 \cdot 10^{-21}$	$1.60 \cdot 10^6$	$9.99 \cdot 10^{-3}$	$1.60 \cdot 10^2$	$2.00 \cdot 10^2$	$3.31 \cdot 10^{-1}$

(a) Estimations de k_l , b et ϕ

Valeurs initiales	$Ec_{k_l} \text{ (\%)}$	$Ec_b \text{ (\%)}$	$Ec_\phi \text{ (\%)}$
Série 1	283.5	78.4	0.1
Série 2	205.1	71.3	0
Série 3	261.3	76.7	0.1

(b) Erreurs sur les estimations

Tableau 4.4 – Résultats des inversions pour le système 2

Dans les tableaux 4.3a et 4.4a sont listées, pour les systèmes 1 et 2 respectivement, les estimations trouvées pour plusieurs séries de valeurs initiales $(k_{l,init}, b_{init}, \phi_{init})$:

- Série 1 : $k_{l,init} = 1.00 * 10^{-20} m^2$, $b_{init} = 3.00 * 10^6 Pa$, $\phi_{init} = 5.00 * 10^{-2}$
- Série 2 : $k_{l,init} = 1.00 * 10^{-21} m^2$, $b_{init} = 6.86 * 10^6 Pa$, $\phi_{init} = 5.00 * 10^{-2}$
- Série 3 : $k_{l,init} = 1.00 * 10^{-23} m^2$, $b_{init} = 3.60 * 10^7 Pa$, $\phi_{init} = 5.00 * 10^{-2}$

tandis que dans les tableaux 4.3b et 4.4b sont indiqués les écarts aux valeurs nominales.

Concernant la propriété ϕ , les tableaux 4.3a, 4.3b, 4.4a et 4.4b mettent en lumière, par les faibles écarts-types σ_ϕ et erreurs Ec_ϕ propres aux estimations ϕ_{PD} obtenues pour les divers triplets $(k_{l,init}, b_{init}, \phi_{init})$, la robustesse et la précision de la méthode, ceci que le broyat contienne des particules de petite ou de grande taille. Ce résultat est une conséquence directe du fait que la sensibilité du signal P_R à la propriété ϕ soit forte et du fait que ϕ soit décorrélé de k_l et b , dans tous les cas. Concernant les propriétés k_l et b , les tableaux 4.3a et 4.3b dévoilent, étant donné que les estimations $k_{l,PD}$ et b_{PD} sont comparables quel que soit le triplet $(k_{l,init}, b_{init}, \phi_{init})$, que les effets de la corrélation des propriétés k_l et b sont moindres pour un broyat comprenant de grosses particules bien que ces effets transparassent au travers des écarts-types σ_{k_l} et σ_b dont les valeurs sont assez élevées. Ceci est expliqué par le fait que, sur un tel système, il est possible de produire un pulse de pression de forte intensité sans risquer de relever un signal inexploitable, dans le but de réduire la corrélation des propriétés k_l et b . De plus, les erreurs Ec_{k_l} et Ec_b entachant les valeurs $k_{l,PD}$ et b_{PD} respectivement sont acceptables. Néanmoins, dans l'industrie, les expériences sur broyat sont généralement conduites sur de petites particules, beaucoup plus accessibles que de grosses particules, et, pour cette raison, en appliquant des pulses de faible intensité. Dans de telles conditions, les estimations $k_{l,PD}$ et b_{PD} étant fonction du triplet $(k_{l,init}, b_{init}, \phi_{init})$, comme montré par les tableaux 4.4a et 4.4b, la corrélation des propriétés k_l et b se répercute sur les résultats tirés de la procédure de calcul inverse. Ce point est appuyé davantage encore par les valeurs extrêmement élevées des écarts-types σ_{k_l} et σ_b . Il est intéressant de remarquer que, dans la situation où la mesure porte sur un broyat, une méthode de pré-estimation (cf. annexe B) visant à déterminer des valeurs $k_{l,init}$ et b_{init} proches des valeurs réelles des propriétés k_l et b et à limiter ainsi les biais sur les estimations quand k_l et b sont très corrélés, ne peut être construite sur un principe similaire à celui suivi pour bâtir la méthode de pré-estimation en régime quasi-stationnaire valable pour une carotte, sachant que le test se déroule en régime transitoire sur toute sa durée. Par ailleurs, malgré le fait que, globalement, les estimations $k_{l,PD}$ et b_{PD} soient modérément dispersées, les erreurs Ec_{k_l} et Ec_b qui leur sont associées sont considérables. Ainsi, lorsque le système à étudier par Pulse Decay est un broyat et non une carotte, il est nécessaire de recourir à une méthodologie autre que celle consistant à identifier les propriétés k_l , b et ϕ par inversion de la seule décroissance de pression enregistrée.

4.2 Méthode novatrice et précision des résultats

4.2.1 Méthode novatrice

4.2.1.1 Principe de la méthode

La nouvelle technique développée demande de mener, sur l'amas de particules étudié, non plus une seule mais de multiples expériences Pulse Decay, à des niveaux de pression moyenne

P_{moy} qui soient contrastés : comme en régime permanent, les propriétés k_l et b sont tirées de l'équation de la droite de régression représentant la perméabilité apparente k_{app} en fonction de l'inverse de la pression P_{moy} . Il est parfaitement concevable de revenir à une technique de type stationnaire bien que le test sur broyat se fasse en régime instationnaire, étant donné que les fluctuations du signal P_R sont si faibles que la pression P_{moy} en surface des particules peut être assimilée à une constante, de même que la perméabilité k_{app} en conséquence. Dans la pratique, le calcul simultané des propriétés k_{app} et ϕ de valeurs respectives $k_{app,PD}$ et ϕ_{PD} , par interprétation de la décroissance P_R à laquelle correspond une certaine pression P_{moy} , est conduite avec la procédure de simulation inverse décrite paragraphe 4.1.4.2, dans laquelle :

- la propriété b est bloquée à 0
- la propriété k_l estimée est, en fait, la propriété k_{app} recherchée.

Une fois la valeur de la propriété k_{app} trouvée, il reste à déterminer la valeur de la pression P_{moy} associée, dont la définition n'est pas immédiate. Intuitivement, comme suggéré dans la référence [21], la valeur de la pression P_{moy} peut être assimilée à la moyenne temporelle de la décroissance de pression P_R observée. Cependant, le fait que la durée du tronçon de signal moyenné dépend exclusivement du choix de l'expérimentateur rend cette moyenne arbitraire entre les valeurs initiale et finale de P_R , chose physiquement inacceptable. L'hypothèse envisagée ici consiste à octroyer pour valeur à la pression P_{moy} l'inverse de la compressibilité du gaz C_g . Notamment, l'estimation de la compressibilité C_g repose sur une nouvelle procédure de simulation inverse, qui fournit une estimation du paramètre recherché en identifiant le signal Φ_R , carré du signal P_R observé, à la solution analytique (4.9) élevée au carré. Le coefficient C_g est la seule inconnue de cette solution approchée, dans laquelle :

- la propriété ϕ est fixée à la valeur ϕ_{PD} tandis que le volume de pore V_p est fixé à la valeur du produit de ϕ_{PD} par V_{br}
- la propriété k_{app} est fixée à la valeur $k_{app,PD}$.

L'algorithme d'optimisation sélectionné reste l'algorithme de Levenberg-Marquardt. Le tableau 4.5 spécifie les paramètres nécessaires au lancement du calcul.

Symbole	Paramètre
R	Rayon de particule
k_{app}	Perméabilité apparente
ϕ	Porosité
V_a	Volume du réservoir pressurisé
V_{br}	Volume de broyat
VM	Volume mort
$P_{R,0}$	Pression dans $V_a + VM$ à $t = 0$
P_{in}	Pression dans V_p et VM à $t = 0^-$
μ	Viscosité dynamique du gaz

Tableau 4.5 – Paramètres d'entrée de la procédure de simulation inverse

Par ailleurs, la procédure construite pour l'estimation de la compressibilité C_g présente la particularité de démarrer chaque itération par une correction du signal Φ_R , dérivé de la

solution (4.9), qui vise à remédier au problème du non respect du bilan de masse aux temps longs, engendré par l'hypothèse faisant de C_g une constante. La correction apportée est une simple transformation affine, définie de telle manière que la courbe expérimentale et la courbe numérique, notées $\Phi_{R,mes}$ et $\Phi_{R,sim}$ respectivement, concordent à la date initiale $t = 0$ comme à la date finale $t = t_f$. Soit la fonction affine sur laquelle s'appuie la correction du signal $\Phi_{R,sim}$:

$$\Phi_{R,mes} = \omega * \Phi_{R,sim} + \varpi \quad (4.16)$$

Les coefficients ω et ϖ sont extraits de la résolution des équations :

$$\Phi_{R,mes}(t = 0) = \omega * \Phi_{R,sim}(t = 0) + \varpi \quad (4.17)$$

$$\Phi_{R,mes}(t = t_f) = \omega * \Phi_{R,sim}(t = t_f) + \varpi \quad (4.18)$$

Tous calculs faits, il vient :

$$\varpi = \frac{\Phi_{R,mes}(t = t_f) \Phi_{R,sim}(t = 0) - \Phi_{R,mes}(t = 0) \Phi_{R,sim}(t = t_f)}{\Phi_{R,sim}(t = 0) - \Phi_{R,sim}(t = t_f)} \quad (4.19)$$

4.2.1.2 Validation numérique de la méthode

Sur le graphe de la figure 4.6 sont regroupées quatre droites de régression :

- les courbes bleues résultent de la mise en oeuvre de la première méthode (*MS1*), qui attribue pour valeur à la pression P_{moy} la moyenne temporelle du signal P_R
- les courbes rouges résultent de la mise en oeuvre de la seconde méthode (*MS2*), qui attribue pour valeur à la pression P_{moy} l'inverse de la compressibilité C_g .

Une droite de régression donnée comprend cinq points (k_{app}, P_{moy}) , provenant du traitement de signaux synthétiques, générés pour les pressions initiales : $P_{R,0} = 1.00 * 10^6 Pa$, $P_{R,0} = 2.00 * 10^6 Pa$, $P_{R,0} = 3.00 * 10^6 Pa$, $P_{R,0} = 4.00 * 10^6 Pa$ et $P_{R,0} = 5.00 * 10^6 Pa$, grâce à la procédure directe. Les paramètres relatifs aux cinq simulations sont, du point de vue du système : $R = 1.00 * 10^{-3} m$, $k_l = 1.00 * 10^{-19} m^2$, $b = 1.31 * 10^6 Pa$, $V_{br} = 7.54 * 10^{-5} m^3$, du point de vue des conditions expérimentales : $V_a = 3.00 * 10^{-5} m^3$, $VM = 3.25 * 10^{-5} m^3$, $P_{in} = 1.00 * 10^5 Pa$, $dP = 0$, $t_f = 1.00 * 10^1 s$, $\Delta t = 1.00 * 10^{-1} s$, $\mu = 1.80 * 10^{-5} Pa.s$ et du point de vue du calcul numérique : $I = 2.00 * 10^2$. Concernant la porosité, sa valeur a été conservée pour les cinq simulations dont sont issus les points (k_{app}, P_{moy}) composant une même droite de régression. Parmi deux droites de même couleur, une première courbe implique pour porosité : $\phi = 1.00 * 10^{-2}$ et la seconde pour porosité : $\phi = 1.00 * 10^{-1}$.

Les estimations des propriétés k_l et b déduites des coefficients de la régression linéaire exécutée sur les points fournis par la première méthode, dans le cas 1 : $k_l = 1.00 * 10^{-19} m^2$, $b = 1.31 * 10^6 Pa$, $\phi = 1.00 * 10^{-2}$, puis dans le cas 2 : $k_l = 1.00 * 10^{-19} m^2$, $b = 1.31 * 10^6 Pa$, $\phi = 1.00 * 10^{-1}$, sont compilées dans le tableau 4.6 tandis que celles déduites des coefficients de la régression linéaire exécutée sur les points fournis par la seconde méthode, dans ces mêmes cas 1 et 2, sont compilées dans le tableau 4.7. Ces tableaux présentent également dans deux cas supplémentaires, le cas 3 : $k_l = 1.00 * 10^{-21} m^2$, $b = 6.86 * 10^6 Pa$,

4.2. MÉTHODE NOVATRICE ET PRÉCISION DES RÉSULTATS

$\phi = 1.00 * 10^{-2}$ et le cas 4 : $k_l = 1.00 * 10^{-21} m^2$, $b = 6.86 * 10^6 Pa$, $\phi = 1.00 * 10^{-1}$, les estimations des propriétés k_l et b trouvées en répétant le travail précédemment réalisé. Parmi les paramètres de simulation autres que les propriétés du matériau et retenus pour traiter les cas 1 et 2, seuls d'entre eux changent pour les cas 3 et 4 : $t_f = 1.50 * 10^2 s$ et $dP = 5.50 * 10^{-2} \%$ (qui sont donc des cas où les signaux exploités sont bruités).

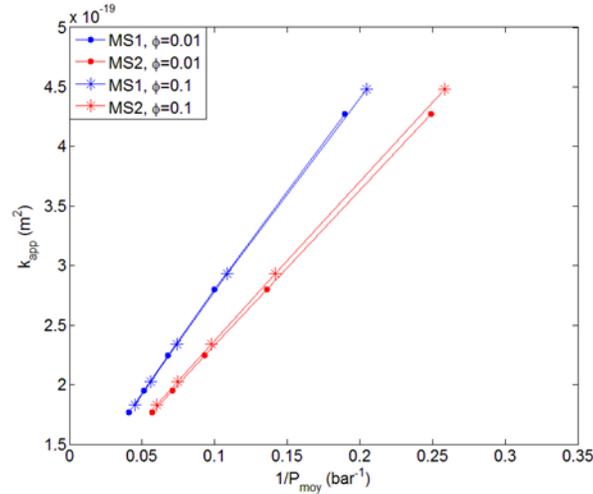


FIGURE 4.6 – Droites de régression issues de l'application des méthodes *MS1* et *MS2*

	$k_{l,MS1} (m^2)$	$b_{MS1} (Pa)$	$Ec_{k_l} (\%)$	$Ec_b (\%)$
Cas 1	$1.09 * 10^{-19}$	$1.54 * 10^6$	9.3	17.5
Cas 2	$1.10 * 10^{-19}$	$1.51 * 10^6$	9.9	15.3
Cas 3	$1.72 * 10^{-21}$	$4.89 * 10^6$	71.6	28.7
Cas 4	$1.46 * 10^{-21}$	$6.02 * 10^6$	46.1	12.3

Tableau 4.6 – Estimations de k_l et b tirées de la méthode *MS1* et erreurs sur les estimations

	$k_{l,MS2} (m^2)$	$b_{MS2} (Pa)$	$Ec_{k_l} (\%)$	$Ec_b (\%)$
Cas 1	$1.03 * 10^{-19}$	$1.27 * 10^6$	2.6	3.1
Cas 2	$1.03 * 10^{-19}$	$1.31 * 10^6$	2.6	0.3
Cas 3	$1.15 * 10^{-21}$	$5.75 * 10^6$	15.0	16.1
Cas 4	$1.02 * 10^{-21}$	$6.94 * 10^6$	2.1	1.2

Tableau 4.7 – Estimations de k_l et b tirées de la méthode *MS2* et erreurs sur les estimations

Il résulte de la comparaison des résultats délivrés par les deux méthodes de type stationnaire que, dans toutes les situations définies, les valeurs estimées de k_l et b sont bien moins précises quand chacun des points (k_{app}, P_{moy}) par lesquels passe la droite de régression intègre pour valeur de la pression P_{moy} la moyenne temporelle du signal P_R correspondant. En effet, le dépouillement des deux séries de mesures non bruitées dévoile que les estimations $k_{l,MS1}$ et b_{MS1} données par la première méthode assimilant la pression P_{moy} à une moyenne temporelle sont biaisées respectivement de 10 et 15–18 % environ alors que les estimations $k_{l,MS2}$ et b_{MS2} données par la seconde méthode assimilant la pression P_{moy} à l'inverse d'une compressibilité sont biaisées de 3 % au plus, ceci quelle que soit la valeur de la propriété ϕ . En présence de séries de mesures bruitées, les erreurs commises sur les valeurs estimées des propriétés k_l et b croissent pour chacune des techniques, d'autant plus que la porosité des particules est basse. Notamment, les incertitudes sur les estimations $k_{l,MS1}$ et b_{MS1} atteignent respectivement près de 46 et 12 % pour la porosité ϕ de 10 % et près de 72 et 29 % pour la porosité ϕ de 1 % tandis que les incertitudes sur les estimations $k_{l,MS2}$ et b_{MS2} , modérées par rapport à celles sur $k_{l,MS1}$ et b_{MS1} , sont inférieures à 2 % pour la porosité ϕ de 10 % et proches de 15 – 16% pour la porosité ϕ de 1 %. En conclusion, une excellente précision sur les estimations des propriétés k_l et b est garantie par la méthode stationnaire MS2 qui identifie toute pression P_{moy} à l'inverse d'une compressibilité C_g , sous réserve que les propriétés k_l , b et ϕ du matériau composant les particules du broyat permette, dans les conditions expérimentales choisies, l'enregistrement d'un signal P_R suffisamment long pour chacune des consignes $P_{R,0}$ imposées. En annexe E est analysé, à partir de la méthode de type stationnaire proposée, l'impact de biais entachant le rayon de particule R , le volume du réservoir pressurisé V_a et le volume de broyat V_{br} , sur les valeurs estimées des propriétés k_l , b et ϕ . D'après l'étude conduite :

- La valeur de k_l est la plus fortement touchée par un biais sur la valeur de R , V_a ou V_{br} . La valeur de ϕ est affectée par un biais sur la valeur de V_a ou V_{br} uniquement et, dans les deux situations, le biais sur la valeur de ϕ est égal à la moitié du biais sur la valeur de k_l . Par comparaison à k_l et ϕ , b est peu sensible à un biais sur la valeur de R , V_a ou V_{br} .
- Le biais sur la valeur de k_l est proportionnel au biais sur la valeur de R d'un facteur 2, au biais sur la valeur de V_a d'un facteur $1/\phi$ et au biais sur la valeur de V_{br} d'un facteur $2/\phi$.
- Lorsque le biais porte sur la valeur de V_a ou V_{br} , les biais sur les valeurs de k_l et ϕ sont d'autant plus forts que le système est faiblement poreux. De plus, le biais sur la valeur de V_{br} est celui ayant l'impact le plus significatif sur les valeurs de k_l et ϕ . Ceci tire son origine du fait qu'introduire un biais sur la valeur de V_{br} revient à introduire en parallèle un biais sur la valeur de VM . En effet, VM se déduit de V_{br} par : $VM = V_b - V_{br}$.

4.2.2 Impact des caractéristiques de systèmes plus réalistes sur les estimations de k_l et b

Les erreurs portant sur les mesures du rayon de particule moyen, du volume du réservoir pressurisé et du volume de broyat ne sont pas les seuls facteurs susceptibles de détériorer la précision des estimations délivrées par la méthode Pulse Decay. Dans une étude récente, Tinni [80] passe en revue bon nombre de paramètres jouant spécifiquement sur la valeur de perméabilité effective identifiée. Toutes ses conclusions se fondent sur des résultats de

tests expérimentaux exécutés au gaz. Le volume de broyat (ou plus exactement, la valeur de ce paramètre et non pas le biais sur la mesure de ce dernier) constitue le premier facteur étudié. Tinni préconise de remplir la cellule renfermant le broyat à 75 % de sa capacité au minimum car, en-deçà de cette proportion, la valeur de perméabilité estimée varie en fonction du volume de broyat considéré, pour une pression d'équilibre prédéfinie. La taille de particule constitue le deuxième facteur analysé. Tinni met en évidence, sur plusieurs exemples, que la valeur de perméabilité trouvée est fortement dépendante du diamètre de particule moyen sélectionné lors du tamisage du broyat. Dans les situations où le diamètre est faiblement distribué autour de la valeur moyenne, il établit par ailleurs que seules les particules ayant cette dimension centrale conditionnent la perméabilité. La nature du gaz constitue le troisième facteur investigué. Tinni observe que la valeur de perméabilité obtenue change en fonction du gaz retenu, entre l'azote et l'hélium, pour accomplir l'essai. Il confirme ainsi les propos tenus par de précédents auteurs [8, 17]. La saturation initiale en eau de l'échantillon et la composition initiale en gaz de l'installation constituent les derniers facteurs examinés. Tinni reporte, pour divers matériaux, que la valeur de perméabilité déterminée bouge peu que le milieu soit séché ou non avant le lancement de l'expérience. Inversement, il constate que la perméabilité évolue à basse pression notamment, lorsque les réservoirs, comme les particules, sont préalablement purgés avec le gaz utilisé. Les résultats au centre de cette ultime sous-section viennent compléter ceux de Tinni. Les deux paragraphes qui suivent apportent en effet de premiers éléments de réponse concernant les conséquences, sur les valeurs estimées des propriétés, de la distribution de taille des particules, de la forme aléatoire de ces dernières ou encore de l'anisotropie du matériau.

4.2.2.1 Impact de la distribution du rayon de particule

Dans ce premier paragraphe, le modèle Pulse Decay établi pour un amas monodisperse de sphères est entièrement repris pour un amas polydisperse de sphères, qui se caractérisent par un même jeu de propriétés (k_l, b, ϕ) , dans le but de permettre une étude numérique des effets de la distribution du rayon de particule R sur les valeurs de k_l et b identifiées par le biais de la méthode stationnaire développée dans le cadre de cette thèse. En désignant les valeurs minimale et maximale bornant le rayon R par R_{min} et R_{max} respectivement et la fonction de distribution du rayon R par $f(R)$, le nombre de particules N de rayon compris entre R et $R + dR$ est donné par $f(R) dR$ et le volume de broyat V_{br} par :

$$V_{br} = \frac{4}{3} \pi \int_{R_{min}}^{R_{max}} R^3 f(R) dR \quad (4.20)$$

Parmi les équations composant le modèle physique, seule la condition en surface des particules est modifiée par rapport au cas monodisperse, sous réserve que les hypothèses (à l'exception de l'hypothèse 11) sur lesquelles est fondé le modèle valable pour un amas monodisperse restent applicables (cf. paragraphe 4.1.3.1). Soit le débit pénétrant dans les particules de rayon encadré par R et $R + dR$:

$$d\varphi_{m,R} = \frac{4\pi M k_l}{\Re T \mu} \left[(P + b) \frac{\partial P}{\partial r} \right]_{r=R} R^2 f(R) dR \quad (4.21)$$

De la précédente équation, il découle que le débit total entrant dans le milieu se formule :

$$\varphi_{m,R} = \frac{4\pi M k_l}{\Re T \mu} \int_{R_{min}}^{R_{max}} \left[(P + b) \frac{\partial P}{\partial r} \right]_{r=R} R^2 f(R) dR \quad (4.22)$$

Par ailleurs, en choisissant de ne travailler qu'avec des quantités positives, le débit sortant du volume $V_a + VM$ vérifie :

$$\varphi_{m,R} = -\frac{M(V_a + VM)}{\Re T} \frac{dP_R}{dt} \quad (4.23)$$

Par égalisation des débits explicités par les relations (4.22) et (4.23), il vient que la condition satisfaite en surface des particules s'écrit :

$$\frac{dP_R}{dt} = -\frac{4\pi k_l}{\mu(V_a + VM)} \int_{R_{min}}^{R_{max}} \left[(P + b) \frac{\partial P}{\partial r} \right]_{r=R} R^2 f(R) dR \quad (4.24)$$

La résolution numérique du problème traité exige, au préalable, que soit discrétisée la distribution de rayon en un nombre NC de classes successives $[R_{min}^\iota - R_{max}^\iota]$ (où $1 \leq \iota \leq NC$). Chaque classe se voit attribuer une valeur R_{moy}^ι , égale à la moyenne des valeurs comprises dans l'intervalle $[R_{min}^\iota - R_{max}^\iota]$. Soit une classe $[R_{min}^\iota - R_{max}^\iota]$ donnée. Le rayon R_{moy}^ι correspondant est divisé en un nombre I de mailles (conservé pour toutes les classes) puis le problème, réexprimé en fonction de la variable Φ , est à son tour discrétisé par différences finies, le schéma numérique construit restant explicite, au premier ordre en temps et au second ordre en espace.

Symbole	Paramètre
R_{min}	Rayon de particule minimal
R_{max}	Rayon de particule maximal
NC	Nombre de classes de rayon
k_l	Perméabilité intrinsèque
b	Coefficient de Klinkenberg
ϕ	Porosité
V_a	Volume du réservoir pressurisé
VM	Volume mort
$P_{R,0}$	Pression dans $V_a + VM$ à $t = 0$
P_{in}	Pression dans V_p et VM à $t = 0^-$
dP	Erreur sur la mesure
t_f	Durée de la simulation
Δt	Pas de temps d'échantillonnage
μ	Viscosité dynamique du gaz
I	Nombre de mailles

Tableau 4.8 – Paramètres d'entrée de la procédure de simulation directe

Sur le modèle numérique complet repose une procédure de simulation directe dont les paramètres d'entrée sont précisés dans le tableau 4.8. Sur le graphe de la figure 4.7 sont reportées deux droites de régression, qui proviennent de la mise en oeuvre de la technique stationnaire proposée pour la caractérisation des propriétés de broyats modélisés par un amas monodisperse de sphères (cf. paragraphe 4.2.1.1) :

- pour un amas monodisperse de sphères, tel que le rayon de particule R associé soit : $R = 7.50 * 10^{-3} m$
- pour un amas polydisperse de sphères, tel que le rayon de particule R associé varie entre : $R_{min} = 5.00 * 10^{-3} m$ et $R_{max} = 1.00 * 10^{-2} m$ et soit distribué de manière uniforme sur $[R_{min}-R_{max}]$.

Dans le cas polydisperse, la gamme $[R_{min}-R_{max}]$ est divisée en 5. Chaque classe délimitée contient : $N^\nu = 8$ particules (où $1 \leq \nu \leq 5$), pour un volume de broyat total : $V_{br} = 7.82 * 10^{-5} m^3$. De plus, cinq points (k_{app}, P_{moy}) composent une même droite de régression. A chacun de ces points est associé un signal obtenu par simulation directe pour l'une des cinq pressions initiales : $P_{R,0} = 1.00 * 10^6 Pa$, $P_{R,0} = 2.00 * 10^6 Pa$, $P_{R,0} = 3.00 * 10^6 Pa$, $P_{R,0} = 4.00 * 10^6 Pa$ et $P_{R,0} = 5.00 * 10^6 Pa$. Au sujet des paramètres restants : $k_l = 1.00 * 10^{-19} m^2$, $b = 1.31 * 10^6 Pa$, $\phi = 1.00 * 10^{-1}$, $V_a = 3.00 * 10^{-5} m^3$, $VM = 3.25 * 10^{-5} m^3$, $P_{in} = 1.00 * 10^5 Pa$, $dP = 0$, $t_f = 5.00 * 10^2 s$, $\Delta t = 1.00 * 10^{-1} s$, $\mu = 1.80 * 10^{-5} Pa.s$ et $I = 2.00 * 10^2$. La valeur du paramètre V_{br} employée pour lancer les simulations dans le cas monodisperse est celle résultant du calcul de ce volume dans le cas polydisperse. Par ailleurs, la valeur de rayon : $R = 7.50 * 10^{-3} m$ (valeur moyenne de la distribution polydisperse) est celle utilisée pour interpréter les signaux générés dans le cas polydisperse.

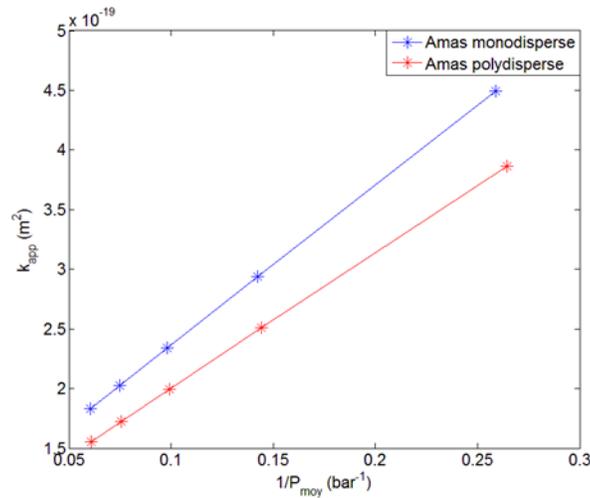


FIGURE 4.7 – Droites de régression issues de l'application de la méthode *MS2*

Le tableau 4.9 regroupe les valeurs des propriétés k_l et b identifiées pour chacun des deux échantillons, monodisperse et polydisperse, par régression linéaire sur les points du graphe représentant k_{app} en fonction de P_{moy} .

	$k_{l,MS2} (m^2)$	$b_{MS2} (Pa)$	$Ec_{k_l} (\%)$	$Ec_b (\%)$
Cas monodisperse	$1.03 * 10^{-19}$	$1.30 * 10^6$	2.7	0.4
Cas polydisperse	$8.65 * 10^{-20}$	$1.31 * 10^6$	13.5	0.2

 Tableau 4.9 – Estimations de k_l et b et erreurs sur les estimations

Contre toute attente, il résulte de la mise en comparaison des données répertoriées que les valeurs de k_l et b trouvées en utilisant la méthode stationnaire ne sont que très faiblement influencées par le fait que le rayon de particule soit distribué ou non. En effet, dans le cas traité, la valeur estimée de b est insensible à la distribution de rayon tandis que le biais lié au caractère polydisperse de l'amas sur la valeur estimée de k_l est à peine plus grand que 10 %. Cette observation est encourageante, dans la mesure où la distribution de taille des particules est une spécificité du broyat difficilement maîtrisable. Une analyse plus extensive est néanmoins requise pour généraliser ce résultat.

4.2.2.2 Modèle physique intégrant l'écart à la sphéricité des particules et l'anisotropie des propriétés

Dans ce second paragraphe, le modèle Pulse Decay formulé pour un amas monodisperse de sphères est entièrement retravaillé pour un amas monodisperse de sphéroïdes anisotropes ayant tous des propriétés identiques. La nouvelle géométrie de particule considérée reste idéale, sachant que cette spécificité du broyat est indéfinissable dans la pratique car parfaitement aléatoire à l'échelle même de la particule, mais la forme sphéroïdale est néanmoins plus adaptée que la forme sphérique pour rendre compte de la forme couramment allongée des particules.

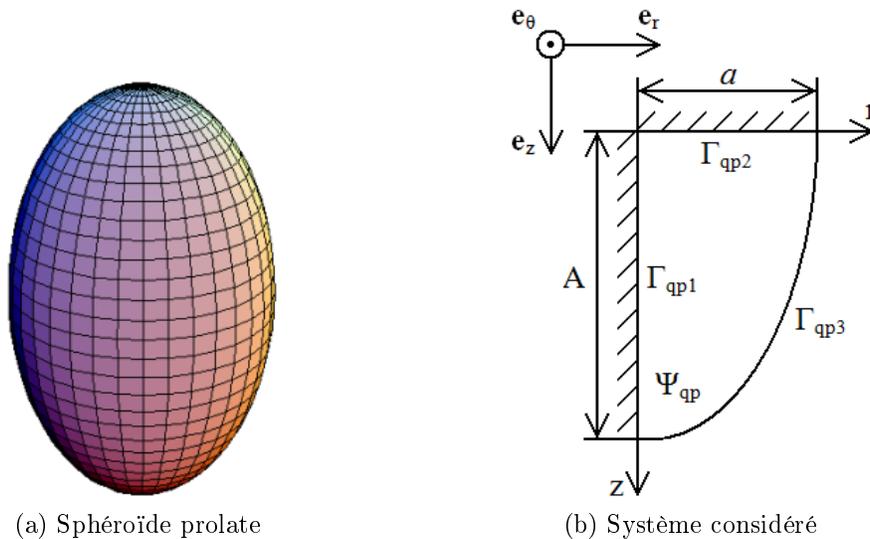


FIGURE 4.8 – Modèle de la particule

Sur la figure 4.8a est illustré le type de sphéroïde retenu pour représenter une particule quelconque du broyat tandis que sur la figure 4.8b est schématisé le système considéré pour la mise en équation du problème. Il est à noter que dans la publication de Luffel *et al* [64], les particules sont modélisées par des cylindres dont le diamètre est égal à leur taille moyenne et dont la hauteur est égale à la moitié du diamètre fixé.

Compte tenu des multiples symétries du sphéroïde de domaine Ψ et de frontière Γ : symétrie de révolution autour de l'axe \mathbf{e}_z et, dans le plan, symétries axiales selon les axes \mathbf{e}_r et \mathbf{e}_z , seul un quart du sphéroïde de domaine Ψ_{qp} et de frontière Γ_{qp} est conservé pour la modélisation du problème, exécutée en deux dimensions, dans le système de coordonnées cylindriques (r, z) . De plus, dans les calculs, le tenseur de perméabilité apparente $\overline{\overline{k_{app}}}$ se substitue au scalaire k_{app} , le matériau étant anisotrope. Sous réserve que les axes principaux du tenseur $\overline{\overline{k_{app}}}$ puissent être assimilés aux axes géométriques de la particule, celui-ci s'exprime par :

$$\overline{\overline{k_{app}}} = \begin{pmatrix} k_{l,rr} \left(1 + \frac{b_{rr}}{P}\right) & 0 \\ 0 & k_{l,zz} \left(1 + \frac{b_{zz}}{P}\right) \end{pmatrix} \quad (4.25)$$

En reprenant les hypothèses (exceptées les hypothèses 2, 4, 11 et 12) posées pour la mise en place du modèle physique valable pour un amas monodisperse de sphères (cf. paragraphe 4.1.3.1), il peut être établi que le modèle décrivant le comportement du gaz en écoulement dans un amas monodisperse de sphéroïdes anisotropes englobe les équations :

– Equation de bilan sur P :

$$\frac{\partial P}{\partial t} = \frac{1}{\phi\mu} \left\{ \frac{k_{l,rr}}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left[r (P + b_{rr}) \frac{\partial P}{\partial r} \right] + k_{l,zz} \frac{\partial}{\partial z} \left[(P + b_{zz}) \frac{\partial P}{\partial z} \right] \right\} \quad (4.26)$$

– Condition sur la frontière Γ_{qp1} :

$$\left. \frac{\partial P}{\partial r} \right|_{r=0, z \in [0-A]} = 0 \quad (4.27)$$

– Condition sur la frontière Γ_{qp2} :

$$\left. \frac{\partial P}{\partial z} \right|_{z=0, r \in [0-a]} = 0 \quad (4.28)$$

– Condition sur la frontière Γ_{qp3} :

$$\begin{aligned} \frac{dP_{\Gamma}}{dt} = \frac{4N\pi a}{\mu(V_a + VM)} & \left\{ -A^2 k_{l,rr} \int_0^A \frac{\left(1 - \frac{z^2}{A^2}\right)^{3/2}}{z \sqrt{a^2 + z^2 \left[\frac{a^4}{A^4} - \frac{a^2}{A^2}\right]}} (P_{\Gamma} + b_{rr}) \frac{\partial P}{\partial z} dz \right. \\ & \left. + k_{l,zz} \int_0^A \frac{z \sqrt{1 - \frac{z^2}{A^2}}}{\sqrt{\frac{A^4}{a^2} + z^2 \left[1 - \frac{A^2}{a^2}\right]}} (P_{\Gamma} + b_{zz}) \frac{\partial P}{\partial z} dz \right\} \end{aligned} \quad (4.29)$$

où A désigne le demi grand axe du sphéroïde et a le demi petit axe de ce dernier

– Condition initiale sur la frontière Γ_{qp3} :

$$P(r, z, t = 0) = P_{\Gamma,0} \quad \text{avec } r \text{ et } z \text{ tels que } \frac{z^2}{A^2} + \frac{r^2}{a^2} = 1 \quad (4.30)$$

– Condition initiale sur le domaine Ψ_{qp} et sur les frontières Γ_{qp1} et Γ_{qp2} :

$$P(r, z, t = 0) = P_{in} \quad \text{avec } r \text{ et } z \text{ tels que } \frac{z^2}{A^2} + \frac{r^2}{a^2} < 1 \quad (4.31)$$

Comme le laisse présager la complexité des expressions (4.26) à (4.31), la résolution de modèles physiques basés sur une représentation réaliste du broyat est une entreprise extrêmement délicate, d'autant plus délicate que ces modèles ne sauraient être complets sans intégrer simultanément toutes les spécificités du broyat : distribution de la taille des particules, forme arbitraire des particules, anisotropie du matériau et même, présence de fissures. La fissuration des particules est un résultat récent, formulé par Tinni [80], qui remet donc en question l'un des principaux arguments avancés par Luffel *et al* [63, 64] pour défendre leur méthode sur broyat, à savoir la suppression totale des fissures engendrées par le forage lors de la destruction de la carotte. Ses images scanner de deux particules de roche, de 0.7 et 3.5 mm de diamètre, révèlent effectivement que des fissures de 10 – 20 μm de large persistent dans ces particules, malgré leur petite dimension. Un important travail de modélisation du problème Pulse Decay sur broyat reste à accomplir.

Chapitre 5

Conclusion

5.1 Limites de la méthode Step Decay

5.1.1 Effets de la saturation

Des essais récents menés sur des gas shales puis répétés sur un échantillon composé exclusivement de pyrophyllite [80], ce matériau modèle artificiel ayant été choisi pour sa teneur en argile considérable et pour sa structure parfaitement homogène, ont permis de mieux cerner les limites du modèle sur lequel repose la procédure de simulation inverse Step Decay. Préalablement à toute expérience, la carotte de pyrophyllite a subi une opération de séchage à $80\text{ }^{\circ}\text{C}$, pendant 71 heures environ, soit presque 3 jours, en étant placée dans une étuve thermorégulée. Sur le graphe de la figure 5.1 apparaît la courbe décrivant le comportement, en fonction du temps, de la masse du système analysé. Les différents points de cette courbe proviennent de pesées régulières, accomplies sur toute la période de séchage, avec une balance digitale précise au centième de milligramme.

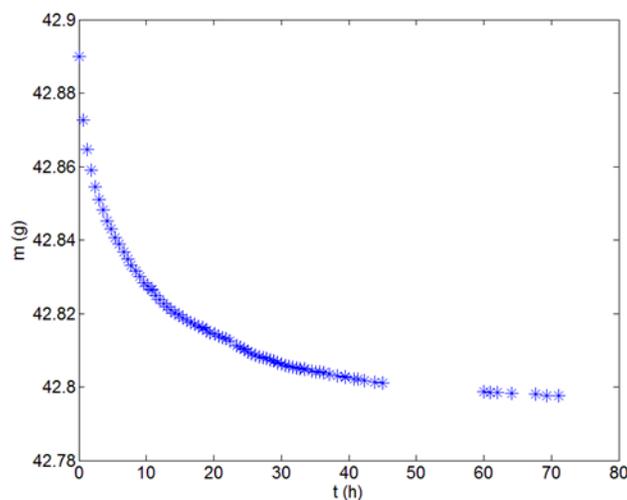


FIGURE 5.1 – Courbe de séchage de l'échantillon de pyrophyllite

Au regard des mesures de masse collectées, il peut être établi que la durée minimale requise pour que le milieu de pyrophyllite parvienne à saturation résiduelle, sa température étant stabilisée à 80 °C, tourne autour de 3 *jours*. En 71 *heures* de séchage, la masse de la carotte considérée est passée de 42890.00 *mg* à 42797.59 *mg*. La transition entre les états de saturation initiale et résiduelle se traduit donc, dans ce cas spécifique, par une perte en eau de 92.41 *mg*. A partir de la valeur de porosité maximale trouvée pour la pyrophyllite, indiquée dans le tableau 5.1a et justifiée dans ce qui suit, ainsi que du précédent résultat, il est possible de déterminer un ordre de grandeur minimal de la saturation initiale Sat_0 de l'échantillon :

$$Sat_0 = \frac{\Delta m_{eau} / \rho_{eau}}{\phi \pi D^2 L / 4} * 100 \quad (5.1)$$

où la notation Δm_{eau} désigne la masse d'eau évaporée et la notation ρ_{eau} la masse volumique de l'eau. Tous calculs faits (les quantités D et L étant définies dans la liste de paramètres propres à la figure 5.2a), il vient : $Sat_0 \approx 13$ %. Par des expériences Pulse Decay opérées sur des gas shales broyés avant et après séchage, Tinni [80] a mis en évidence que la valeur estimée de la perméabilité effective reste quasi constante que la mesure soit menée à saturation nulle ou à saturation Sat_0 . Cette conclusion est tout à fait surprenante. La logique voudrait que dans ces milieux, peu perméables et peu poreux, le seuil de percolation soit pratiquement atteint et de ce fait, que la moindre variation en eau engendre une variation considérable des propriétés k_l , b et ϕ . Rien que pour des sandstones tight, Thomas et Ward [79] ont enregistré, après passage de la saturation partielle de 0 à 20 %, des décroissances de la perméabilité relative au gaz, k_{rel} , comprises entre 20 et 30 %. Ainsi, les matériaux argileux étant fortement hydrophiles [73], l'humidité de l'air ambiant doit être soigneusement contrôlée, de même que l'humidité du gaz de mesure, et les propriétés k_l , b et ϕ étant, selon toute vraisemblance, dépendantes du degré de saturation, ce dernier doit être déterminé avec précision. Ces divers éléments traitant des effets de la saturation constituent des points critiques dans le processus de caractérisation des propriétés k_l , b et ϕ des roches non conventionnelles, ceci quelle que soit la méthode choisie. Les lignes qui viennent ne se focalisent plus que sur la technique Step Decay et plus spécifiquement, sur ses limites.

5.1.2 Effets de la pression effective

Sur le graphe de la figure 5.2a sont représentés les signaux de pression provenant d'une expérience Step Decay menée sur la carotte de pyrophyllite. Concernant les paramètres expérimentaux associés, les valeurs de t_f , NP et des multiples $P_{e,0}^\nu$ (où $1 \leq \nu \leq NP$) et t_{enr}^ν sont données directement par les enregistrements tandis que les divers paramètres restants sont les suivants : $D = 2.29 * 10^{-2} m$, $L = 3.80 * 10^{-2} m$, $V_s = 8.43 * 10^{-6} m^3$, $P_c = 7.00 * 10^6 Pa$, $T = 3.03 * 10^2 K$, $P_{in} = P_{atm}$, $\Delta t = 1 s$ et $\mu = 1.80 * 10^{-5} Pa.s$. Les signaux de pression reportés sur le graphe de la figure 5.2b proviennent d'une seconde expérience Step Decay conduite sur la même carotte de pyrophyllite. Seule la pression de confinement change pour ce nouvel essai : $P_c = 1.30 * 10^7 Pa$.

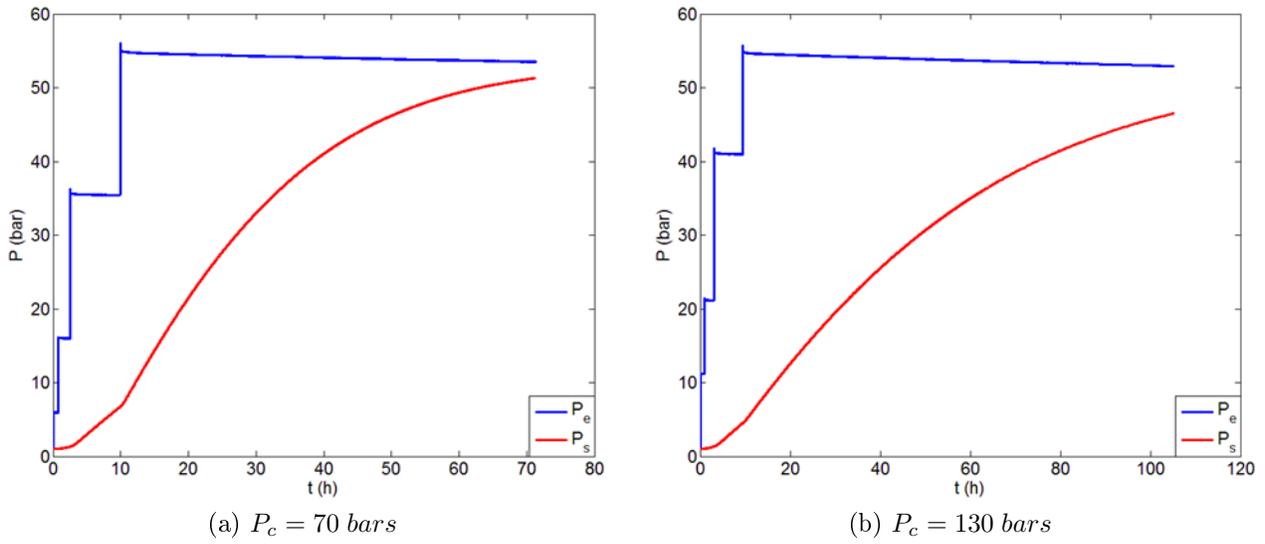


FIGURE 5.2 – Signaux expérimentaux

	$k_{lSD} (m^2)$	$b_{SD} (Pa)$	ϕ_{SD}	$Ec_{k_l} (\%)$	$Ec_b (\%)$	$Ec_\phi (\%)$
Signaux complets	$3.72 * 10^{-20}$	$4.74 * 10^5$	$1.83 * 10^{-2}$	28.2	104.4	83.6
Signaux tronqués	$2.80 * 10^{-20}$	$1.51 * 10^6$	$4.46 * 10^{-2}$			

(a) Estimations de k_l , b et ϕ

(b) Ecart entre les estimations

Tableau 5.1 – Résultats des inversions des signaux obtenus à $P_c = 70 \text{ bars}$

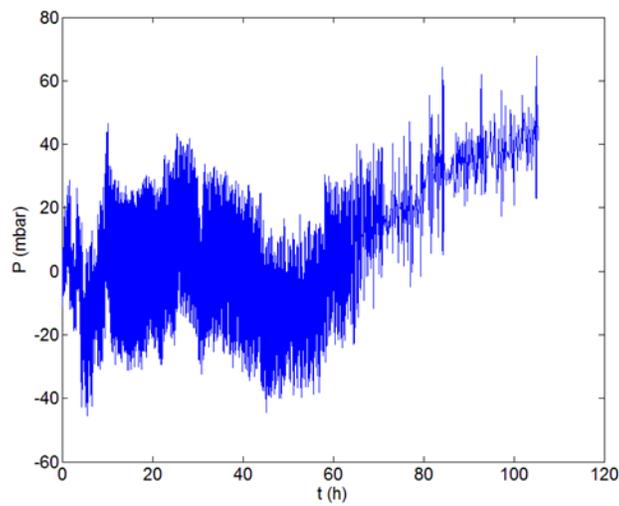


FIGURE 5.3 – Résidus obtenus pour $P_c = 70 \text{ bars}$

Le tableau 5.1a regroupe les valeurs des propriétés estimées par inversion des signaux du graphe de la figure 5.2a et par inversion de ces mêmes signaux, tronqués à la date $t = 10 h$, tandis que le tableau 5.1b procure pour chaque propriété l'écart entre les deux valeurs ainsi trouvées. Le graphe de la figure 5.3, établi après interprétation des signaux complets du graphe de la figure 5.2b, fournit, quant à lui, les résidus tirés de la différence des réponses expérimentale et numérique.

Il découle de la comparaison des deux triplets (k_l, b, ϕ) du tableau 5.1a que la décroissance de la pression effective qui s'exerce sur le système possède un impact significatif sur les estimations des propriétés b et ϕ mais un impact moindre sur la valeur estimée de la propriété k_l . De plus, contre toute attente, la valeur de la propriété ϕ déterminée par la procédure de calcul inverse diminue avec la baisse de la pression effective. Ces résultats, vérifiés pour la pyrophyllite comme pour les gas shales, viennent ouvrir de nouvelles pistes de réflexion, concernant :

- le fait que la structure des matériaux riches en argile est apparemment sensible aux effets mécaniques induits, sur toute la durée du test, par les variations du gradient de pression effective établi le long du système
- le fait que le modèle de Klinkenberg est probablement inadapté pour rendre compte de la physique des écoulements de gaz traversant les shales ou la pyrophyllite.

La technique Step Decay produit nécessairement, sur toute la longueur du milieu poreux étudié, un gradient de pression effective, qui, de par le caractère transitoire de la méthode, varie au cours du temps. Dans le domaine des faibles perméabilités, ce gradient est fortement prononcé, en raison du fait que les pulses de pression émis sont extrêmement intenses de sorte à accélérer la propagation du gaz et à assurer un maximum de sensibilité aux propriétés inconnues (cf. annexe C). Bien que primordial pour garantir le bon déroulement de la mesure, un gradient de pression effective élevé peut être préjudiciable en présence de structures déformables telles que les structures argileuses (cf. annexe D) car, dans ce type de configuration expérimentale, des gradients de propriété sont susceptibles de se développer entre les deux extrémités de la carotte [9] et, en un point donné de cette dernière, les propriétés du matériau sont susceptibles de changer au cours du temps, compte tenu de la variation du gradient de pression effective. Le fait que la structure de la pyrophyllite semble se transformer durant un même essai est appuyé non seulement par le fait que les valeurs estimées des propriétés sont dépendantes de la longueur des signaux inversés, qui conditionne, en sortie du milieu, le niveau de pression effective auquel est opérée la caractérisation des propriétés mais également, comme montré sur le graphe de la figure 5.3, par le fait que la réponse numérique diverge de la réponse expérimentale aux temps proches de l'équilibre, malgré la parfaite correspondance de ces deux courbes sur toute la partie antérieure du test. Par ailleurs, indépendamment de la capacité du matériau considéré à se déformer, un gradient de pression effective à la fois intense et variable en temps peut causer un second phénomène, tout aussi néfaste pour la mesure que le premier évoqué. Il peut être responsable en effet, pour une roche dont le réseau de pores est partiellement saturé en eau, de modifications aussi bien spatiales que temporelles de la distribution en eau et donc, de la distribution des propriétés [79].

5.1.3 Validité du modèle de Klinkenberg

La validité du modèle de Klinkenberg est sérieusement remise en question, pour les gas shales et la pyrophyllite, par le résultat singulier concernant la hausse de la porosité estimée avec la hausse de la pression effective. En appliquant la formule [14] :

$$R_p = \sqrt{\frac{8k_l}{\phi}} \quad (5.2)$$

établie pour un système idéal dont le réseau de pores est modélisé par un faisceau de capillaires rectilignes (de tortuosité égale à 1), une valeur approximative du rayon R_p des pores rencontrés dans la pyrophyllite peut être obtenue : $R_p \approx 4 \text{ nm}$. Les valeurs assignées aux propriétés k_l et ϕ sont celles dérivant de l'interprétation des signaux de pression complets relevés à $P_c = 70 \text{ bars}$. Un ordre de grandeur du nombre de Knudsen, rapport du libre parcours moyen des molécules de gaz, défini par la relation (2.4), par le rayon de pore, est alors calculable :

- en entrée de la carotte de pyrophyllite, où $P_e \approx 56 \text{ bars}$ suite au déclenchement du quatrième et dernier pulse de pression (de durée prépondérante) : $Kn_e \approx 0.424$, sachant que $\lambda \approx 2 \text{ nm}$
- en sortie de la carotte de pyrophyllite, où $P_s \approx 5 \text{ bars}$ au moment du déclenchement du quatrième et dernier pulse de pression : $Kn_s \approx 4.75$, sachant que $\lambda \approx 19 \text{ nm}$.

Comme prévisible (cf. paragraphe 2.1.3.1), il découle des estimations du nombre de Knudsen en entrée et sortie du milieu, notées Kn_e et Kn_s respectivement, que l'écoulement d'azote traversant la pyrophyllite se classe parmi les écoulements de transition. La valeur du nombre Kn_e restant petite devant 1, la loi de Klinkenberg est potentiellement vérifiée au voisinage de la section de pénétration du gaz. Par contre, au voisinage de la section opposée, cette loi est certainement mise en défaut, la valeur du nombre Kn_s étant très supérieure à 1. La zone se caractérisant par la possible validité du modèle de Klinkenberg croît sur toute la durée du test et tend même à couvrir la totalité de l'échantillon. En effet, sachant que la pression P_s vise à converger, aux temps longs, vers la valeur de la pression P_e choisie pour consigne (le volume du réservoir amont prédominant nettement sur le volume du réservoir aval et le volume de pore), le nombre Kn_s est censé baisser, dès les premières variations de P_s , de sorte à atteindre, une fois P_s égal à P_e , la valeur du nombre Kn_e associé à P_e . Compte tenu du résultat inexplicé sur la porosité, il paraît probable que la validité absolue de la loi de Klinkenberg, sur le plan spatial comme temporel, ne puisse être raisonnablement admise dans le cadre de la modélisation du problème Step Decay pour des gas shales ou de la pyrophyllite.

5.2 Conclusions et perspectives

Un examen approfondi de la technique Pulse Decay sur carotte, qui constitue, depuis son arrivée dans le secteur industriel, la méthode de référence en matière de méthodes de mesure transitoires, met en évidence que cette technique ne peut être raisonnablement utilisée en vue de déterminer simultanément les trois propriétés physiques indispensables à la caractérisation d'une formation géologique peu perméable : perméabilité intrinsèque, coefficient de Klinkenberg et porosité. L'emploi de la méthode Pulse Decay en mode Draw Down permet

l'enregistrement, en entrée du système, d'un signal de pression dont les sensibilités à la perméabilité et au coefficient de Klinkenberg sont optimales (dans la configuration expérimentale fixée) et dont l'interprétation, grâce à une procédure inverse basée sur un modèle numérique complet (non simplifié), assure l'obtention de valeurs estimées précises de ces propriétés. La porosité ne peut faire partie du lot des propriétés estimées car la sensibilité de la décroissance observée à cette troisième inconnue est faible et restreinte aux temps courts de l'expérience, où le signal est le plus fortement touché par des fluctuations de pression produites par le déclenchement du pulse et par les effets thermiques résultant de la détente du gaz. Cette contrainte complète une longue liste de difficultés inhérentes à la mise en oeuvre de la technique Pulse Decay. En effet, un biais sur la porosité du matériau (mesurée séparément), sur la valeur initiale du pulse de pression ou sur le volume du réservoir servant à sa préparation, ou encore la présence d'un volume mort en entrée de la carotte (négligé dans le modèle), voire d'une fuite de gaz au niveau de la zone amont du dispositif sont autant de facteurs susceptibles d'altérer la précision des estimations fournies.

La méthode brevetée Step Decay, dont le montage expérimental associé ne comprend que des réservoirs de capacité finie, exige que les deux signaux de pression visualisés aux extrémités de l'échantillon étudié soient enregistrés simultanément. Seul le signal aval est interprété grâce à un modèle complet novateur dans lequel la pression mesurée sur la section de pénétration du gaz est assimilée à une condition de Dirichlet et considérée ainsi comme une donnée d'entrée de la procédure de calcul inverse. Autrement dit, interpréter, selon la méthodologie Step Decay, revient à identifier les grandeurs inconnues de la fonction de transfert permettant de prédire la réponse associée à une excitation connue. Par la simple modification du rôle joué par le signal amont, la méthode Step Decay se libère de la totalité des inconvénients propres à la méthode Pulse Decay et octroie la possibilité de moduler librement l'excitation, de sorte à optimiser les sensibilités de la réponse aux trois propriétés recherchées et à garantir ainsi leur détermination simultanée. Les performances de la méthode Step Decay ont été démontrées pour des échantillons homogènes, sur le plan numérique comme sur le plan expérimental et, dans chacun des cas, sur de larges gammes de perméabilité et de porosité.

Deux indices portant sur les résultats de la procédure de simulation inverse suffisent à indiquer que le système auquel correspondent les signaux de pression analysés est hétérogène : la discordance, aux temps courts, des réponses mesurée et simulée ainsi que la différence entre la valeur de porosité estimée et la valeur de porosité obtenue par pycnométrie. Ces éléments de diagnostic ont été validés numériquement et expérimentalement. Par ailleurs, de premiers résultats de simulation laissent croire, compte tenu de la diversité des formes de modulation envisageables pour le signal amont, qu'il pourrait exister une excitation capable de supprimer toute corrélation entre les paramètres impliqués dans la description d'une carotte fissurée (modélisée par un stratifié parallèle) et de favoriser ainsi la caractérisation séparée des propriétés de la zone matrice et des propriétés de la zone fissure, par méthode inverse. Cette étude reste à effectuer.

Concernant la technique Pulse Decay sur broyat, il ressort du travail accompli que la période sur laquelle le signal de pression fluctue et renferme donc de la sensibilité aux propriétés inconnues est fortement dépendante du rayon de particule. Pour un matériau donné, caractérisé dans des conditions connues, un rayon de particule trop faible implique notamment un temps de relaxation du pulse de pression trop court pour autoriser une quelconque interprétation de la décroissance enregistrée. Ceci suggère que procéder à une estimation grossière des

ordres de grandeur des propriétés de la roche analysée (sur une carotte entière par exemple) pourrait grandement faciliter le choix du rayon de particule à prendre en considération pour la mesure sur broyat. De plus, une étude de sensibilité dévoile que la caractérisation simultanée des trois propriétés d'intérêt, par inversion de la courbe de réponse fournie par une expérience conduite avec le dispositif standard, est vivement compromise. En effet, bien que la porosité soit toujours déterminée avec une excellente précision, la perméabilité intrinsèque et le coefficient de Klinkenberg sont inaccessibles dans de nombreuses situations, en raison de leur corrélation. Ce phénomène tire son origine des faibles variations de la perméabilité apparente sur toute la durée du test. Une méthode de type pseudo-stationnaire, reposant sur la réalisation de plusieurs essais à des niveaux de pression contrastés, a été développée dans le but de permettre une estimation précise de la perméabilité intrinsèque et du coefficient de Klinkenberg. La technique proposée est utilisable sur la gamme des faibles perméabilités, inférieures au centième de microdarcy, qui constitue le seuil de perméabilité au-delà duquel il est difficile de relever des signaux de durée acceptable même en présence de grosses particules (de rayon proche du centimètre). Les quelques modèles fondés sur des représentations plus réalistes du broyat offrent de nouvelles pistes de réflexion pour une future étude sur le sujet et mettent en lumière toute la difficulté de formuler correctement le problème Pulse Decay sur broyat.

Ce travail de thèse sur les méthodes de mesure Step Decay et Pulse Decay sur broyat se termine sur le présent paragraphe, dans lequel est finalisée la liste des perspectives de recherche. Parmi celles énoncées dans les lignes qui suivent, une première moitié découle des conclusions de la précédente sous-section traitant des limites de la technique Step Decay tandis que la moitié restante dérive de résultats de la littérature. Au regard des derniers éléments issus des expériences menées sur la carotte de pyrophyllite, il apparaît clairement que le modèle physique sur lequel repose la procédure de simulation inverse Step Decay requiert un certain nombre de corrections, en vue de permettre une description plus juste des écoulements se propageant dans les gas shales. Les caractéristiques particulières de ces structures très argileuses divergent radicalement des caractéristiques des systèmes tight, sur lesquels la technique Step Decay est indéniablement performante, et donnent naissance à des écoulements dont le comportement remet en question deux hypothèses centrales du modèle Step Decay : la validité de la loi de Klinkenberg et la rigidité de la matrice solide. Une reformulation du problème Step Decay, consistant à privilégier un modèle de glissement des molécules de gaz aux parois des pores du second ordre au détriment du modèle de Klinkenberg et à combiner aux équations de la mécanique des fluides un modèle de déformation de la matrice solide, est donc à prévoir. Il pourrait être profitable également de tenir compte, dans la description, des effets d'adsorption des molécules de gaz aux parois des pores, à l'exemple de Cui *et al* [17], Civan [16] ou encore Akkutlu et Fathi [1]. Ces auteurs partagent tous le même avis qu'omettre les effets d'adsorption peut conduire à des estimations biaisées des propriétés. Ce gros travail de modélisation du problème Step Decay est à compléter par un travail expérimental tout aussi capital, ayant pour objectif de mieux cerner les conséquences, sur les estimations fournies par la méthode, du confinement et de la saturation en eau. Parmi les divers axes de recherche consignés pour la technique Step Decay, tous sont à reprendre pour la technique Pulse Decay sur broyat, exception faite de ceux portant sur la modélisation du processus de déformation de la matrice solide sous la contrainte effective et sur les expérimentations ciblées sur ce même phénomène. Par ailleurs, un point supplémentaire, propre

à la deuxième méthode, reste à éclaircir. Au cours de ses essais sur des broyats de gas shales, Tinni [80] a remarqué que la distribution de la taille des gorges de pore est fonction du diamètre des particules. Ceci contredit l'argument de Luffel *et al* [64] selon lequel les propriétés de stockage et de transport de la roche restent identiques suite au broyage de la carotte et soulève de nouvelles interrogations quant à la représentativité de la mesure sur broyat [80].

Nomenclature

Lettres latines

A	Demi grand axe du sphéroïde (m)
a	Demi petit axe du sphéroïde (m)
Br	Bruit de mesure (Pa)
b	Coefficient de Klinkenberg (Pa)
C	Compressibilité (Pa^{-1})
Co	Correction
Cov	Matrice de covariance
c	Coefficient de glissement général
D	Diamètre (m)
d	Détendeur
dP	Erreur sur la mesure de pression (%)
Ec	Ecart / Erreur (%)
e	Vecteur unitaire du repère d'espace
f	Fonction / Signal
h	Hauteur (m)
I	Nombre de mailles selon l'axe ($0\mathbf{e}_x$)
i	Numéro de la colonne
J	Nombre de mailles selon l'axe ($0\mathbf{e}_y$)
j	Numéro de la ligne / Variable complexe
k	Perméabilité (m^2)
\mathcal{L}	Dimension caractéristique des gorges de pore (m)
L	Longueur (m)
l	Largeur (m)
M	Masse molaire ($kg.mol^{-1}$)
m	Masse (kg)
N	Nombre de molécules / Nombre de particules

NC	Nombre de classes de rayon
ND	Nombre de domaines homogènes
NG	Nombre de gorges de pore
NM	Nombre de points de mesure
NP	Nombre de pulses
Np	Nombre de paramètres inconnus
Nz	Nombre de singularités
\mathbf{n}	Vecteur unitaire normal sortant
P	Pression (Pa)
\Re	Constante des gaz parfaits ($J.mol^{-1}.K^{-1}$)
R	Rayon (m)
Res	Résidu
r	Coordonnée selon l'axe ($0\mathbf{e}_r$) (m)
rp	Régulateur de pression
S	Section droite/Surface (m^2)
Sat	Saturation (%)
Sr	Sensibilité réduite (Pa)
s	Nombre aléatoire d'écart-type unitaire
T	Température (K)
t	Temps / Instant / Durée (s)
V	Volume (m^3)
VM	Volume mort (m^3)
\mathbf{v}	Vecteur vitesse de Darcy ($m.s^{-1}$)
v	Vanne
v	Composante de vitesse ($m.s^{-1}$)
x	Coordonnée selon l'axe ($0\mathbf{e}_x$) (m)
y	Coordonnée selon l'axe ($0\mathbf{e}_y$) (m)
z	Coordonnée selon l'axe ($0\mathbf{e}_z$) (m) / Singularité / Facteur de compressibilité du gaz

Lettres grecques

α	Pente de la droite selon laquelle évolue P_s ($Pa.s^{-1}$) / Coefficient d'accommodation du moment tangentiel
β	Coefficient de résistance inertiel (m)
Γ	Frontière de Ψ

γ	Racine de l'équation transcendante
Δm	Variation de masse (kg)
ΔP	Différentielle de pression (Pa)
Δt	Pas de temps d'échantillonnage (s)
δ	Paramètre d'espace proche de 0 (m)
δt	Pas de temps de calcul (s)
δx	Pas d'espace selon l'axe ($0\mathbf{e}_x$) (m)
δy	Pas d'espace selon l'axe ($0\mathbf{e}_y$) (m)
ε	Rapport des longueurs caractéristiques microscopique et macroscopique
η	Fraction volumique
λ	Libre parcours moyen des molécules (m)
μ	Viscosité dynamique ($Pa.s$)
ρ	Masse volumique ($kg.m^{-3}$)
σ	Ecart-type relatif (%)
τ	Tortuosité
Υ	Frontière de Ω
Φ	Carré de la somme de P et b (Pa^2)
ϕ	Porosité
φ	Débit ($kg.s^{-1}$ ou $m^3.s^{-1}$)
Ψ	Domaine homogène
ψ	Paramètre quelconque
Ω	Maille homogène / Volume de contrôle

Indices

a	Relatif au réservoir pressurisé
adv	Advectif
app	Apparent
atm	Atmosphérique
b	Relatif au réservoir contenant le broyat
br	Broyat
c	Confinement
$diff$	Diffusif
E	Equilibre
e	Entrée
eau	Eau

<i>enr</i>	Enregistrement
<i>f</i>	Final
<i>g</i>	Gaz
<i>gr</i>	Grain
<i>I2M</i>	I2M
<i>i</i>	Numéro de la colonne
<i>in</i>	A l'instant $t = 0^-$
<i>init</i>	Initial
<i>j</i>	Numéro de la ligne
<i>KE</i>	Caractéristique
<i>l</i>	Intrinsèque
<i>MS</i>	Méthode stationnaire
<i>m</i>	Massique
<i>mat</i>	Matrice
<i>max</i>	Maximal
<i>mes</i>	Mesuré
<i>min</i>	Minimal
<i>moy</i>	Moyen
<i>n</i>	Nominal
<i>PD</i>	Pulse Decay
<i>p</i>	Pore
<i>ps</i>	Pseudo
<i>pyc</i>	Pycnométrie
<i>qp</i>	Quart de particule
<i>R</i>	En surface de la particule
<i>r</i>	Selon l'axe ($0\mathbf{e}_r$)
<i>rel</i>	Relatif
<i>SD</i>	Step Decay
<i>s</i>	Sortie
<i>sim</i>	Simulé
<i>TOT</i>	TOTAL
<i>t</i>	Tampon
<i>tot</i>	Total
<i>v</i>	Volumique
<i>x</i>	Selon l'axe ($0\mathbf{e}_x$)
<i>y</i>	Selon l'axe ($0\mathbf{e}_y$)

z	Selon l'axe ($0\mathbf{e}_z$)
Γ	Sur la frontière Γ
ι, κ	$\iota^{\text{ème}}$ composante, $\kappa^{\text{ème}}$ composante
θ	Selon l'axe ($0\mathbf{e}_\theta$)
ψ	Au paramètre ψ
0	A l'instant $t = 0$
1	Relatif à la couche 1
2	Relatif à la couche 2

Exposants

n	Valeur à l'instant t
ι, κ	$\iota^{\text{ème}}$ composante, $\kappa^{\text{ème}}$ composante
1	Premier
2	Deuxième
*	Equivalent

Symboles mathématiques

$[\zeta]$	Saut de ζ à l'interface
-----------	-------------------------------

Nombres adimensionnels

Kn	Nombre de Knudsen
Re	Nombre de Reynolds

Bibliographie

- [1] I. Y. Akkutlu and E. Fathi. Multi-scale gas transport in shales with local kerogen heterogeneities. Paper 146422 presented at the SPE Annual Technical Conference Exhibition, Denver, Colorado, USA, 30 October-2 November 2012.
- [2] J. O. Amaefule, K. Wolfe, J. D. Walls, A. O. Ajufu, and E. Peterson. Laboratory determination of effective liquid permeability in low-quality reservoir rocks by the pulse decay technique. Paper 15149 presented at the SPE California Regional Meeting, Oakland, California, USA, 2-4 April 1986.
- [3] R. J. Ambrose, R. C. Hartman, M. D. Campos, I. Y. Akkutlu, and C. H. Sondergeld. New pore-scale considerations for shale gas in place calculations. Paper 131772 presented at the SPE Unconventional Gas Conference, Pittsburgh, Pennsylvania, USA, 23-25 February 2010.
- [4] J. Billiotte, D. Yang, and K. Su. Experimental study on gas permeability of mudstones. *Physics and Chemistry of the Earth*, 33 :S231–S236, 2008.
- [5] T. Bourbie and J. Walls. Pulse decay permeability : analytical solution and experimental test. *SPE Journal*, 22(5) :719–721, 1982.
- [6] W. F. Brace, J. B. Walsh, and W. T. Frangos. Permeability of granite under high pressure. *Journal of Geophysical Research*, 73(6) :2225–2236, 1968.
- [7] G. P. Brown, A. Dinardo, G. K. Cheng, and T. K. Sherwood. The flow of gases in pipes at low pressures. *Journal of Applied Physics*, 17 :802–813, 1946.
- [8] R. M. Bustin, A. M. M. Bustin, X. Cui, D. J. K. Ross, and V. S. M. Pathi. Impact of shale properties on pore structure and storage characteristics. Paper 119892 presented at the SPE Shale Gas Production Conference, Fort Worth, Texas, USA, 16-18 November 2008.
- [9] A. P. Byrnes, K. Sampath, and P. L. Randolph. Effect of pressure and water saturation on permeability of western tight sandstones. Paper presented at the DOE Fifth Annual Symposium on Enhanced Oil and Gas Recovery and Improved Drilling Technology, Tulsa, Oklahoma, USA, 1979.
- [10] P. Carles, P. Egermann, R. Lenormand, and J. M. Lombard. Low-permeability measurements using steady-state and transient methods. Paper 2007-07 presented at the International Symposium of the SCA, Calgary, Alberta, Canada, 10-12 September 2007.
- [11] H. S. Carslaw and J. C. Jaeger. *Conduction of heat in solids*. Oxford University Press, 1959.

- [12] J. Chastanet, P. Royer, and J.-L. Auriault. Does klinkenberg's law survive upscaling? *Transport in Porous Media*, 56(2) :171–198, 2004.
- [13] T. Chen and P. W. Stagg. Semilog analysis of the pulse decay technique of permeability measurement. *SPE Journal*, 24(6) :639–642, 1984.
- [14] F. Civan. Effective correlation of apparent gas permeability in tight porous media. *Transport in Porous Media*, 82(2) :375–384, 2009.
- [15] F. Civan, C. S. Rai, and C. H. Sondergeld. Shale gas permeability and diffusivity inferred by improved formulation of relevant retention and transport mechanisms. *Transport in Porous Media*, 86(3) :925–944, 2011.
- [16] F. Civan, C. S. Rai, and C. H. Sondergeld. Shale permeability determined by simultaneous analysis of multiple pressure pulse measurements obtained under different conditions. Paper 144253 presented at the SPE North American Unconventional Gas Conference and Exhibition, The Woodlands, Texas, USA, 14-16 June 2011.
- [17] X. Cui, M. M. Bustin, and R. M. Bustin. Measurements of gas permeability and diffusivity of tight reservoir rocks : different approaches and their applications. *Geofluids*, 9(3) :208–223, 2009.
- [18] A. I. Dicker and R. M. Smits. A practical approach for determining permeability from laboratory pressure pulse decay measurements. Paper 17578 presented at the SPE International Meeting on Petroleum Engineering, Tianjin, China, 1-4 November 1988.
- [19] P. Egermann, R. Lenormand, D. Longeron, and C. Zarcone. A fast and direct method of permeability measurements on drill cuttings. *Petrophysics*, 44(4) :243–252, 2003.
- [20] J. Fan. Property measurement and correlation for homogeneous and naturally fractured low-permeability cores. Master's thesis, Texas A&M University, 1993.
- [21] E. Fathi, A. Tinni, and Y. Akkutlu. Shale gas correction to klinkenberg slip theory. Paper 154977 presented at the America's Unconventional Resources Conference, Pittsburgh, Pennsylvania, USA, 5-7 June 2012.
- [22] S. Finsterle and P. Persoff. Determining permeability of tight rock samples using inverse modeling. *Water Resources Research*, 8(33) :1803–1811, 1997.
- [23] G. J. Fischer and M. S. Paterson. Measurement of permeability and storage capacity in rocks during deformation at high temperature and pressure. *International Geophysics*, 51 :213–252, 1992.
- [24] F. A. Florence, J. A. Rushing, K. E. Newsham, and T. A. Blasingame. Improved permeability prediction relations for low-permeability sands. Paper 107954 presented at the SPE Rocky Mountain Oil and Gas Technology Symposium, Denver, Colorado, USA, 16-18 April 2007.
- [25] P. Forchheimer. Wasserbewegung durch boden. *Zeitschrift des Vereines Deutscher Ingenieure*, 45 :1736–1741 et 1781–1788, 1901.
- [26] C. M. Freeman, G. J. Moridis, and T. A. Blasingame. A numerical study of microscale flow behavior in tight gas and shale gas reservoir systems. *Transport in Porous Media*, 90(1) :253–268, 2011.
- [27] A. Gilicz. Application of the pulse decay technique. Paper 22688 presented at the SPE Annual Technical Conference and Exhibition, Dallas, Texas, USA, 6-9 October 1991.

- [28] B. D. Gobran, W. E. Brigham, and H. J. Ramey. Absolute permeability as a function of confining pressure, pore pressure and temperature. *SPE Formation Evaluation*, 2(1) :77–84, 1981.
- [29] D. A. Handwerger, R. Suarez-Rivera, K. I. Vaughn, and J. F. Keller. Improved petrophysical core measurements on tight shale reservoirs using retort and crushed samples. Paper 147456 presented at the SPE Annual Technical Conference and Exhibition, Denver, Colorado, USA, 30 October - 2 November 2011.
- [30] S. E. Haskett, G. M. Narahara, and S. A. Holditch. A method for the simultaneous determination of permeability and porosity in low-permeability cores. Paper 15379 presented at the SPE Annual Technical Conference and Exhibition, Los Angeles, New Orleans, USA, 5-8 October 1986.
- [31] J. G. Heid, J. J. McMahon, R. F. Nielsen, and S. T. Yuster. Study of the permeability of rocks to homogeneous fluids. *API Drilling and Production Practice*, 1950.
- [32] C. W. Hopkins, X. Ning, and D. E. Lancaster. Reservoir engineering and treatment design technology : a numerical investigation of laboratory transient pulse testing for evaluating low-permeability, naturally fractured core samples. Technical report, GRI, 1991.
- [33] J. J. Howard. Porosimetry measurement of shale fabric and its relationship to illite/smectite diagenesis. *Clays and Clay Minerals*, 39(4) :355–361, 1991.
- [34] P. A. Hsieh, J. V. Tracy, C. E. Neuzil, J. D. Bredehoeft, and S. E. Silliman. A transient laboratory method for determining the hydraulic properties of tight rocks - 1. theory. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences and Geomechanics abstracts*, 18(3) :245–252, 1981.
- [35] American Petroleum Institute. *API recommended practices for core-analysis procedure, Volume 40*. 1998.
- [36] Y. Jannot and D. Lasseux. A new quasi-steady method to measure gas permeability of weakly permeable porous media. *Review of Scientific Instruments*, 83(015113) :1–13, 2012.
- [37] Y. Jannot, D. Lasseux, L. Delottier, and G. Hamon. A simultaneous determination of permeability and klinkenberg coefficient from an unsteady-state pulse decay experiment. Paper 2008-09 presented at the SCA International Symposium, Abu Dhabi, United Arab Emirates, 29 October - 2 November 2008.
- [38] Y. Jannot, D. Lasseux, G. Vizé, and G. Hamon. A detailed analysis of permeability and klinkenberg coefficient estimation from unsteady-state pulse decay or draw down experiment. Paper 2007-08 presented at the SCA International Symposium, Calgary, Canada, 10-14 September 2007.
- [39] F. Javadpour. Nanopores and apparent permeability of gas flow in mudrocks (shales and siltstones). *Journal of Canadian Petroleum Technology Distinguished Author Series*, 48(8) :16–21, 2009.
- [40] F. Javadpour, D. Fiser, and M. Unsworth. Nanoscale gas flow in shale gas sediments. *Journal of Canadian Petroleum Technology*, 46(10) :55–61, 2007.

- [41] F. O. Jones and W. W. Owens. A laboratory study of low-permeability gas sands. Paper 7551 presented at the SPE Symposium on Low-Permeability Gas Reservoirs, Denver, Colorado, USA, 20-22 May 1979.
- [42] S. C. Jones. A rapid accurate unsteady-state klinkenberg permeameter. *SPE Journal*, 12(5) :383–397, 1972.
- [43] S. C. Jones. A technique for faster pulse decay permeability measurements in tight rocks. *SPE Formation Evaluation*, 12(1) :19–25, 1997.
- [44] M. Kaczmarek. Approximate solutions for non-stationary gas permeability tests. *Transport in Porous Media*, 75(2) :151–165, 2008.
- [45] S. V. Kale, C. S. Rai, and C. H. Sondergeld. Petrophysical characterization of barnett shale. Paper 131770 presented at the SPE Unconventional Gas Conference, Pittsburgh, Pennsylvania, USA, 23-25 February 2010.
- [46] J. Kamath, R. E. Boyer, and F. M. Nakagawa. Characterization of core-scale heterogeneities using laboratory pressure transients. Paper 20575 presented at the SPE Annual Technical Conference and Exhibition, Los Angeles, New Orleans, USA, 23-26 September 1990.
- [47] A. Karastathis. Petrophysical measurements on tight gas shale. Master's thesis, University of Oklahoma, 2007.
- [48] G. E. Karniadakis and A. Beskok. *Micro-flows, fundamentals and simulation*. Springer, 2002.
- [49] T. J. Katsube. Shale permeability and pore-structure evolution characteristics. Technical report, Geological Survey of Canada, Current Research, 2000.
- [50] L. J. Klinkenberg. The permeability of porous media to liquids and gases. *API Drilling and Production Practice*, pages 200–213, 1941.
- [51] M. Knudsen. Die gesetze der molukular stromung und dieinneren reibungstromung der gase durch rohren. *Annalen der Physik*, 333(1) :75–130, 1909.
- [52] A. Kundt and E. Warburg. Ueber reibung und wärmeleitung verdünnter gase. *Poggen-dorfs Annalen der Physik und Chemie*, 232(10) :177–211, 1875.
- [53] O. Kwon, A. K. Kroneberg, A. F. Gangi, B. Johnson, and B. Herbert. Permeability of illite-bearing shale : anisotropy and effects of clay content and loading. *Journal of Geophysical Research*, 109(B10) :1–19, 2004.
- [54] D. Lasseux and Y. Jannot. Etude théorique des méthodes de mesure transitoires de type "pulse decay" ou "draw down" de la perméabilité au gaz de milieux poreux peu perméables. Technical report, CNRS, 2007.
- [55] D. Lasseux and Y. Jannot. Détermination des propriétés d'un matériau poreux par méthode d'écoulement instationnaire. Technical report, CNRS, 2009.
- [56] W. J. Lee and S. A. Holditch. Application of pseudotime to buildup test analysis of low-permeability gas wells with long-duration wellbore storage distortion. *Journal of Petroleum Technology*, 34(12) :2877–2887, 1982.
- [57] R. Lenormand, F. Bauguet, G. Ringot, Cydarex, and ECEM. Permeability measurement on small rock samples. Paper 2010-A073 presented at the SCA International Symposium, Halifax, Nova Scotia, Canada, 4-7 October 2010.

- [58] R. Lenormand and P. Egermann. Measuring porosity and permeability on drill cuttings. In *Aquifer Systems Management : Darcy's Legacy in a World of Impending Water Shortage*. Taylor and Francis, 2007.
- [59] R. Lenormand and O. Fonta. Advances in measuring porosity and permeability from drill cuttings. Paper 111286 presented at the SPE/EAGE Reservoir Characterization and Simulation Conference, Abu Dhabi, United Arab Emirates, 28-31 October 2007.
- [60] Y. Liang, J. D. Price, D. A. Wark, and E. B. Watson. Nonlinear pressure diffusion in a porous medium : approximate solutions with applications to permeability measurements using transient pulse decay method. *Journal of Geophysical Research*, 106(B1) :529–535, 2001.
- [61] W. Lin. Parametric analysis of the transient method of measuring permeability. *Journal of Geophysical Research*, 87(B2) :1055–1060, 1982.
- [62] D. L. Luffel and F. K. Guidry. Reservoir rock properties of devonian shale from core and log analysis. Paper 8910 presented at the SCA International Symposium, 1989.
- [63] D. L. Luffel and F. K. Guidry. New core analysis methods for measuring reservoir rock properties of devonian shale. *Journal of Petroleum Technology*, 44(11) :1184–1190, 1992.
- [64] D. L. Luffel, C. W. Hopkins, and P. D. Shettler. Matrix permeability measurement of gas productive shales. Paper 26633 presented at the SPE Annual Technical Conference and Exhibition, Houston, Texas, USA, 3-6 October 1993.
- [65] H. Ma and D. Ruth. The microscopic analysis of high forchheimer number flow in porous media. *Transport in Porous Media*, 13(2) :139–160, 1993.
- [66] D. W. Marquardt. An algorithm for least-squares estimation of nonlinear parameters. *Journal of the Society for Industrial and Applied Mathematics*, 11(2) :431–441, 1963.
- [67] A. F. Marsala, O. Meazza, and E. Rossi. Petrophysical characterization of reservoir rocks by measurements on cuttings. Paper presented at the Offshore Mediterranean Conference and Exhibition, Ravenna, Italy, 19-21 March 1997.
- [68] A. S. McLatchie, R. A. Hemstock, and J. W. Young. The effective compressibility of reservoir rock and its effect on permeability. *Journal of Petroleum Technology*, 10(6) :49–51, 1958.
- [69] Y. M. Metwally and C. H. Sondergeld. Measuring low permeabilities of gas sands and shales using a pressure transmission technique. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences and Geomechanics Abstracts*, 48(7) :1135–1144, 2011.
- [70] C. E. Neuzil, C. Cooley, S. E. Silliman, J. D. Bredehoeft, and P. A. Hsieh. A transient laboratory method for determining the hydraulic properties of tight rocks - 2. application. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences and Geomechanics abstracts*, 18(3) :253–258, 1981.
- [71] M. A. Newberg and H. Arastoopour. Analysis of the flow of gas through low-permeability porous media. *SPE Reservoir Evaluation & Engineering*, 1(6) :647–653, 1986.
- [72] X. Ning. *The measurement of matrix and fracture properties in naturally fractured cores*. PhD thesis, Texas A&M University, 1993.

- [73] Q. R. Passey, K. M. Bohacs, W. L. Esch, R. Klimentidis, and S. Sinah. From oil prone source rock to gas-producing shale reservoir - geologic and petrophysical characterization of unconventional shale gas reservoirs. Paper 131350 presented at the CPS/SPE International Oil and Gas Conference and Exhibition, Beijing, China, 8-10 June 2010.
- [74] J. A. Rushing, K. E. Newsham, P. M. Lasswell, J. C. Cox, and T. A. Blasingame. Klinkenberg-corrected permeability measurements in tight gas sands : steady-state versus unsteady-state techniques. Paper 89867 presented at the SPE Annual Technical Conference and Exhibition, Houston, Texas, USA, 26-29 September 2004.
- [75] K. Sampath and C. W. Keighin. Factors affecting gas slippage in tight sandstones of cretaceous age in the uinta basin. *Journal of Petroleum Technology*, 34(11) :2715–2720, 1982.
- [76] J. E. Smith, M. J. L. Robin, and D. E. Elrick. A source of systematic error in transient flow air permeameter measurements. *Soil Science Society of America Journal*, 61(6) :1563–1568, 1997.
- [77] C. H. Sondergeld, R. J. Ambrose, C. S. Rai, and J. Moncrieff. Micro-structural studies of gas shales. Paper 131771 presented at the SPE Unconventional Gas Conference, Pittsburgh, Pennsylvania, USA, 23-25 February 2010.
- [78] C. H. Sondergeld, K. E. Newsham, J. T. Comisky, M. C. Rice, and C. S. Rai. Petrophysical considerations in evaluating and producing shale gas resources. Paper 131768 presented at the SPE Unconventional Gas Conference, Pittsburgh, Pennsylvania, USA, 23-25 February 2010.
- [79] R. D. Thomas and D. C. Ward. Effect of overburden pressure and water saturation on gas permeability of tight sandstone cores. *Journal of Petroleum Technology*, 24(2) :120–124, 1972.
- [80] A. O. Tinni. Permeability measurements of nanoporous rocks. Master’s thesis, University of Oklahoma, 2012.
- [81] D. Trimmer. Laboratory measurements of ultralow permeability of geologic materials. *Review of Scientific Instruments*, 53(8) :1246–1254, 1982.
- [82] D. Trimmer, B. Bonner, H. C. Heard, and A. Duba. Effect of pressure and stress on water transport in intact and fractured gabbro and granite. *Journal of Geophysical Research*, 8(9) :7059–7071, 1980.
- [83] D. A. Trimmer. Design criteria for laboratory measurements of low permeability rocks. *Geophysical Research Letters*, 8(9) :973–975, 1981.
- [84] J. Vairogs, C. L. Hearn, D. W. Dareing, and V. W. Rhoades. Effect of rock stress on gas production from low-permeability reservoirs. *Journal of Petroleum Technology*, 23(9) :1161–1167, 1971.
- [85] J. D. Walls, A. M. Nur, and T. Bourbie. Effects of pressure and partial water saturation on gas permeability in tight sands : experimental results. *Journal of Petroleum Technology*, 34(4) :930–936, 1982.
- [86] J. B. Walsh. Effect of pore pressure and confining pressure on fracture permeability. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences and Geomechanics Abstracts*, 18(5) :429–435, 1981.

- [87] H. F. Wang and D. J. Hart. Experimental error for permeability and specific storage from pulse decay measurements. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences and Geomechanics abstracts*, 30(7) :1173–1176, 1993.
- [88] Y. Wang and R. J. Knabe. Permeability characterization on tight gas samples using pore pressure oscillation method. Paper 2010-30 presented at the SCA International Symposium, Halifax, Nova Scotia, Canada, 4-7 October 2010.
- [89] Y. S. Wu, K. Pruess, and P. Persoff. Gas flow in porous media with klinkenberg effects. *Transport in Porous Media*, 32(1) :117–137, 1998.
- [90] A. S. Ziarani and R. Aguilera. Knudsen’s permeability correction for tight porous media. *Transport in Porous Media*, 91(1) :239–260, 2012.
- [91] M. D. Zoback and J. D. Byerlee. The effect of microcrack dilatancy on the permeability of westerly granite. *Journal of Geophysical Research*, 80(5) :752–755, 1975.

Annexes

Annexe A

Algorithme de Levenberg-Marquardt

L'algorithme mis en place par Levenberg en 1944, puis développé par Marquardt [66] en 1963, permet d'établir une solution numérique au problème de minimisation d'une fonction souvent non linéaire et dépendante de plusieurs variables. Très répandu dans le domaine des méthodes inverses, cet algorithme d'optimisation de type moindres carrés est essentiellement réputé pour sa robustesse. En se focalisant spécifiquement sur la procédure de calcul inverse Pulse Decay, qui procède à la caractérisation simultanée des propriétés k_l et b , une itération de l'algorithme de Levenberg-Marquardt se résume aux quatre étapes principales décrites ci-dessous :

- Etape 1 : Soit le couple (k_l, b) formé des valeurs courantes des propriétés k_l et b . Calculer pour le couple (k_l, b) la valeur de la fonction χ définie par :

$$\chi(k_l, b) = \sum_{\iota=1}^{NM} \left[\frac{f_{mes}(t_\iota) - f_{sim}(t_\iota, k_l, b)}{\sigma_\iota} \right]^2 \quad (\text{A.1})$$

- Etape 2 : Sélectionner une valeur arbitraire pour le paramètre ν ($\nu = 10^{-3}$ par exemple) et déterminer les quantités δk_l et δb en résolvant le système linéaire :

$$\begin{pmatrix} \alpha_{k_l k_l} (1 + \nu) & \alpha_{k_l b} \\ \alpha_{b k_l} & \alpha_{b b} (1 + \nu) \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \delta k_l \\ \delta b \end{pmatrix} = -\frac{1}{2} \begin{pmatrix} \frac{\partial \chi}{\partial k_l} \\ \frac{\partial \chi}{\partial b} \end{pmatrix} \quad (\text{A.2})$$

où :

$$\alpha_{\psi_a, \psi_b} = \sum_{\iota=1}^{NM} \frac{1}{\sigma_\iota^2} \left[\frac{\partial f_{sim}(t_\iota, k_l, b)}{\partial \psi_a} \frac{\partial f_{sim}(t_\iota, k_l, b)}{\partial \psi_b} \right]^2 \quad \psi_a = k_l, b \text{ et } \psi_b = k_l, b \quad (\text{A.3})$$

- Etape 3 : Calculer la valeur de la fonction χ pour le couple $(k_l + \delta k_l, b + \delta b)$.
- Etape 4 : Retourner à l'étape 2.
 - Si $\chi(k_l + \delta k_l, b + \delta b) \geq \chi(k_l, b)$: Répéter les opérations en imposant pour nouvelle valeur de ν une valeur supérieure à celle précédemment fixée (d'un facteur 10 par exemple).
 - Si $\chi(k_l + \delta k_l, b + \delta b) < \chi(k_l, b)$: Répéter les opérations en imposant pour nouvelle valeur de ν une valeur inférieure à celle précédemment fixée (d'un facteur 10 par exemple) et en substituant le couple (k_l, b) par le couple $(k_l + \delta k_l, b + \delta b)$.

L'algorithme s'interrompt dès que le critère de convergence précisé par l'utilisateur est vérifié. Ce critère porte ordinairement sur la valeur de la fonction χ en fin d'itération. Dans toutes

les procédures de calcul inverse évoquées dans ce manuscrit, la convergence de l'algorithme repose sur le respect de la contrainte :

$$\chi(k_l, b) < 10^{-7} \quad (\text{A.4})$$

Une fois les valeurs optimales des propriétés k_l et b identifiées, la détermination de l'intervalle de confiance propre à chaque valeur estimée se fait à partir de la matrice de covariance :

$$Cov = \begin{pmatrix} \alpha_{k_l k_l} & \alpha_{k_l b} \\ \alpha_{b k_l} & \alpha_{bb} \end{pmatrix}^{-1} \quad (\text{A.5})$$

En effet, les écarts-types sur les estimations des propriétés k_l et b , notées respectivement σ_{k_l} et σ_b , sont définis par :

$$\sigma_{k_l} = \sqrt{\alpha_{k_l k_l}} \quad (\text{A.6})$$

$$\sigma_b = \sqrt{\alpha_{bb}} \quad (\text{A.7})$$

Les écarts-types obtenus par le biais des égalités (A.6) et (A.7) doivent être considérés avec prudence car ces valeurs ne sont fiables que si la matrice de covariance est diagonale, autrement dit si les propriétés sont parfaitement décorrélées les unes des autres. Il est à noter que, dans le cas particulier de la procédure inverse Step Decay, l'algorithme de Levenberg-Marquardt se formule de manière similaire, à la seule différence que le jeu de propriétés impliqué dans les étapes successives composant l'itération est (k_l, b, ϕ) .

Annexe B

Modèle de pré-estimation de k_l et b en régime quasi-stationnaire

Afin d'accélérer la convergence de l'algorithme de Levenberg-Marquardt, une étape d'estimation de valeurs approchées des propriétés k_l et b , notées respectivement $k_{l,init}$ et b_{init} , vient précéder le lancement du calcul des valeurs optimales. Une fois cette étape préliminaire terminée, l'algorithme se déroule en partant du couple initial $(k_{l,init}, b_{init})$, selon la procédure détaillée en annexe A. La technique de pré-estimation mise en oeuvre repose sur un modèle formulé par Jannot et Lasseux [36], qui dérive du modèle Pulse Decay énoncé paragraphe 2.1.3.2. Les spécificités du modèle proposé tiennent à deux hypothèses essentielles :

- La première consiste à supposer que la pression P_e relevée en entrée du système analysé est constante. Cette hypothèse peut être satisfaite de deux manières différentes : en ajustant en continu la pression P_e par injection de gaz dans le réservoir amont ou, plus simplement, en travaillant avec un réservoir amont de volume V_e suffisamment grand pour que les fluctuations de P_e , enregistrées sur toute la durée de l'expérience, restent faibles devant la valeur initiale du pulse produit.
- La seconde consiste à supposer que le terme d'accumulation du gaz présent dans l'équation aux dérivées partielles (2.9) est négligeable. Cette hypothèse est vérifiée à des temps supérieurs au temps seuil t_{seuil} , défini par la relation (B.1), qui marque le début du régime d'écoulement « quasi-stationnaire ». Cette valeur seuil t_{seuil} représente le temps nécessaire pour que s'installe dans l'échantillon le régime stationnaire quand celui-ci se voit appliquer en entrée une pression constante $P_{e,0}$. Le caractère instationnaire de l'écoulement persiste uniquement au travers de la variation temporelle de la pression de sortie P_s .

$$t_{seuil} = \frac{\phi\mu L^2}{k_{app}P_e} \quad (\text{B.1})$$

Parmi les cinq équations constitutives du problème physique décrivant l'expérience Pulse Decay : (2.9), (2.12), (2.13), (2.14) et (2.15), le modèle simplifié valable en régime quasi-stationnaire intègre, sous leur forme d'origine, la condition (2.13), respectée en $x = L$, et les conditions initiales (2.14) et (2.15). Compte tenu des hypothèses précédemment citées, l'équation aux dérivées partielles (2.9) et la condition (2.12), satisfaite en $x = 0$, se réécrivent, en régime d'écoulement quasi-stationnaire :

$$\frac{\partial^2}{\partial x^2} [(P + b)^2] = 0 \quad (\text{B.2})$$

$$P(x = 0, t) = P_{e,0} \quad (\text{B.3})$$

Tous calculs faits, il apparaît que la solution analytique au problème posé est donnée par :

$$(P + b)^2 = -\frac{2\mu V_s}{k_l S} \frac{dP_s}{dt} x + (P_{e,0} + b)^2 \quad (\text{B.4})$$

De la précédente égalité, il résulte que le taux de variation de la pression de sortie s'exprime par :

$$\frac{dP_s}{dt} = \frac{k_l S}{2\mu V_s L} [(P_{e,0} + b)^2 - (P_s + b)^2] \quad (\text{B.5})$$

En se positionnant sur un intervalle de temps $[t_{seuil}-t_{max}]$ où les variations de la pression P_s restent modérées devant la valeur de la consigne P_{in} imposée dans le système et le réservoir aval préalablement à la libération du pulse, la dérivée temporelle formant le membre de gauche de l'égalité (B.5) est assimilable à une constante. Dans ces conditions, une valeur approchée de k_l peut être estimée en employant la relation :

$$k_l = \frac{2\mu V_s L \alpha}{S} \frac{1}{(P_{e,moy} + b)^2 - (P_{s,moy} + b)^2} \quad (\text{B.6})$$

où la constante α , identifiée par régression linéaire, est la pente de la droite selon laquelle évolue la pression P_s sur l'intervalle de temps $[t_v-t_w]$, compris dans l'intervalle $[t_{seuil}-t_{max}]$, et où les notations $P_{e,moy}$ et $P_{s,moy}$ désignent les valeurs moyennes prises, sur $[t_v-t_w]$, par les pressions P_e et P_s respectivement. Par combinaison de la loi de Klinkenberg (2.7) et de l'expression (B.6), il vient :

$$k_{app} = \frac{2\mu V_s L \alpha}{S} \frac{1}{P_{e,moy}^2 - P_{s,moy}^2} \quad (\text{B.7})$$

Annexe C

Protocoles Step Decay des laboratoires I2M et TOTAL

Une expérience Step Decay type conduite avec le dispositif automatisé du laboratoire TOTAL (cf. figure 2.7b) implique différentes opérations qui se répartissent en six étapes principales :

- Après la phase préliminaire de sertissage des échantillons et de raccordement des cellules Hassler® aux bancs de mesure qui leur sont respectivement associés, le test est initialisé par la saisie, dans le logiciel Labview® (par le biais duquel est piloté le dispositif), de multiples paramètres expérimentaux dont certains sont susceptibles de varier selon la carotte analysée ou le banc considéré :
 - longueur L , diamètre D et masse m de la carotte
 - volume du réservoir aval V_standis que d'autres prennent des valeurs uniques :
 - pas de temps d'échantillonnage Δt
 - nombre de pulses de pression NP , intensités $P_{e,0}^\nu$ (où $1 \leq \nu \leq NP$) et durées t_{enr}^ν des pulses successifs.
- Suite aux opérations précédemment décrites, le régulateur de pression rp prend le relai, en laissant circuler l'azote de la bouteille d'alimentation vers le réservoir tampon V_t et les réservoirs amonts V_e^κ (où $1 \leq \kappa \leq 4$).
- Une fois la pression dans les réservoirs V_e^κ stabilisée à la première consigne $P_{e,0}^1$, les vannes v_t^κ en entrée des réservoirs V_e^κ sont fermées pour déconnecter le réservoir V_t des quatre branches du dispositif, puis les vannes v_e^κ en sortie des réservoirs V_e^κ sont ouvertes. Cette dernière opération est parfaitement synchrone avec le déclenchement des capteurs de pression P_e^κ et P_s^κ , positionnés de part et d'autre des cellules Hassler®.
- Peu de temps avant la fin de la durée d'enregistrement t_{enr}^1 correspondant à la consigne $P_{e,0}^1$, le deuxième pulse est préparé dans le réservoir V_t dont la pression est incrémentée, sous contrôle du régulateur rp , de la quantité $P_t - P_{e,0}^1$, la valeur de P_t étant calculée de telle manière que la pression dans la totalité de la zone amont du dispositif, comprenant les réservoirs V_e^κ et le volume mort VM , atteigne effectivement, après détente du gaz de V_t dans cette zone spécifique, la valeur souhaitée pour $P_{e,0}^2$:

$$P_{e,0}^2 = \frac{P_t V_t + P_e (V_e^1 + V_e^2 + V_e^3 + V_e^4 + VM)}{V_t + V_e^1 + V_e^2 + V_e^3 + V_e^4 + VM} \quad (\text{C.1})$$

-
- Au terme de la période t_{enr}^1 , le gaz comprimé dans le réservoir V_t est libéré dans les réservoirs V_e^κ par une brève ouverture des vannes v_t^κ . Les quatrième et cinquième étapes de ce protocole sont entièrement répétées pour chacune des consignes $P_{e,0}^3, \dots, P_{e,0}^{NP}$, compte tenu des durées d’enregistrement $t_{enr}^2, \dots, t_{enr}^{NP-1}$.
 - Dès que la période t_{enr}^{NP} est terminée, les capteurs P_e^κ et P_s^κ sont stoppés, puis les quatre paires de signaux enregistrées sont sauvegardées, le traitement des données étant accompli postérieurement via Matlab®. Par ailleurs, les vannes de fuite v_s^κ sont ouvertes tandis que la consigne du régulateur rp est bloquée à 0 pour permettre la dépressurisation complète du dispositif par éjection du gaz vers l’extérieur.

Le dispositif Step Decay du laboratoire I2M (cf. figure 2.7a) fonctionne sur un principe similaire, à l’exception du fait que tous ses composants sont actionnés manuellement :

- L’essai démarre par l’injection d’azote dans les réservoirs V_t et V_e , par l’intermédiaire du détendeur d_a , réglé de sorte que la pression dans les deux chambres parvienne à la valeur choisie pour la première consigne $P_{e,0}^1$.
- Dès que le pulse de pression est prêt, excitation du système et acquisition des données peuvent être provoquées à n’importe quel moment, en exécutant successivement les trois opérations suivantes : fermeture des vannes v_a et v_t , activation des capteurs P_e et P_s et ouverture de la vanne v_e . Dans la mesure où les deux dernières opérations sont difficilement synchronisables à la main (en raison de la distance entre le système d’acquisition et la vanne v_e), le déclenchement anticipé des enregistrements de pression garantit la capture des premières fluctuations relevées dans le réservoir V_e , à l’ouverture de la vanne v_e .
- La production des incréments suivants dans le réservoir V_e se fait depuis le réservoir V_t , en agissant sur le détendeur d_a et sur les deux vannes v_a et v_t selon la démarche expliquée dans le précédent protocole, le couple de composants $\{d_a, v_a\}$ se substituant dans le cas présent au régulateur rp .
- A l’issue de l’expérience, les capteurs P_e et P_s sont arrêtés et les signaux sauvegardés, puis le dispositif est dépressurisé au moyen des vannes de fuite v_s et v_{fuite} .

Pour une sélection optimale du volume du réservoir amont V_e , du volume du réservoir aval V_s et des valeurs initiales des consignes $P_{e,0}^\nu$ (où $1 \leq \nu \leq NP$), il est indispensable d’étudier les sensibilités de la pression de sortie P_s aux propriétés k_l , b et ϕ , en fonction des valeurs prises par ces divers paramètres. Les multiples configurations expérimentales considérées pour conduire cette étude ont toutes impliqué un unique incrément de pression d’intensité $P_{e,0}$ et différé les unes des autres par la modification d’un paramètre parmi V_e , V_s et $P_{e,0}$. Un certain nombre de points, valables sous réserve que la durée du test t_f soit constante, sont ressortis de la mise en confrontation des résultats des simulations numériques réalisées :

- En présence de valeurs croissantes de V_e , les niveaux de sensibilité à k_l et b subissent une nette augmentation tandis que le niveau de sensibilité à ϕ subit une très légère diminution. Au-delà d’une valeur de V_e suffisamment élevée, les trois courbes de sensibilité ne bougent quasiment plus.
- En présence de valeurs croissantes de V_s , les fluctuations des courbes de sensibilité couvrent une période de plus en plus longue, en raison du fait que la pression P_s augmente de plus en plus lentement. Cependant, pour cette même tendance des valeurs de V_s , l’amplitude des variations de la courbe de sensibilité à ϕ diminue de manière significative.

-
- En présence de valeurs croissantes de $P_{e,0}$, les fluctuations des courbes de sensibilité couvrent une période de plus en plus courte, en raison du fait que la pression P_s augmente de plus en plus vite mais gagnent en intensité.

En conséquence, il est fortement recommandé d’opérer avec :

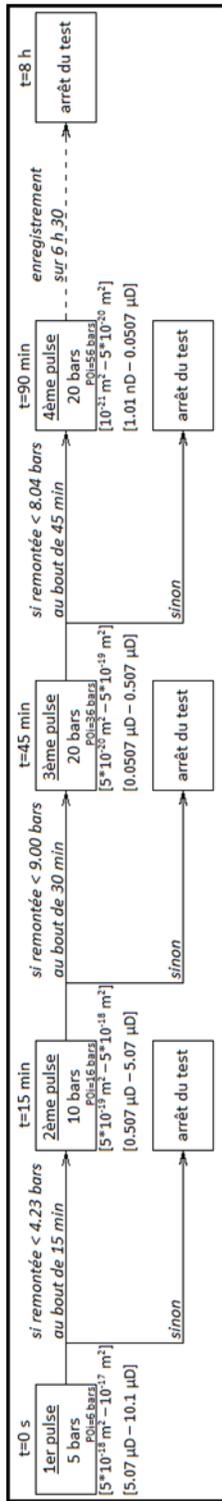
- un réservoir amont de grand volume V_e , d’autant plus que la mise en oeuvre de la méthode de pré-estimation en régime quasi-stationnaire nécessite le maintien d’une pression constante en entrée de la carotte
- un réservoir aval de volume V_s qui soit le plus petit possible
- des pulses de pression de valeurs initiales $P_{e,0}^i$ plutôt élevées mais ajustées pour que les signaux de pression évoluent à vitesse raisonnable.

Une part du travail accompli durant cette thèse a été consacré à la recherche de procédures qui permettent de guider la réalisation d’un essai Step Decay, tout en assurant, dans les limites de la configuration expérimentale choisie et des gammes délimitées : $10^{-21} \text{ m}^2 \leq k_l \leq 10^{-17} \text{ m}^2$ et $1 \% \leq \phi \leq 10 \%$, la mesure précise des trois propriétés k_l , b et ϕ . Compte tenu des contraintes imposées par les résultats de la précédente étude de sensibilité ainsi que par TOTAL :

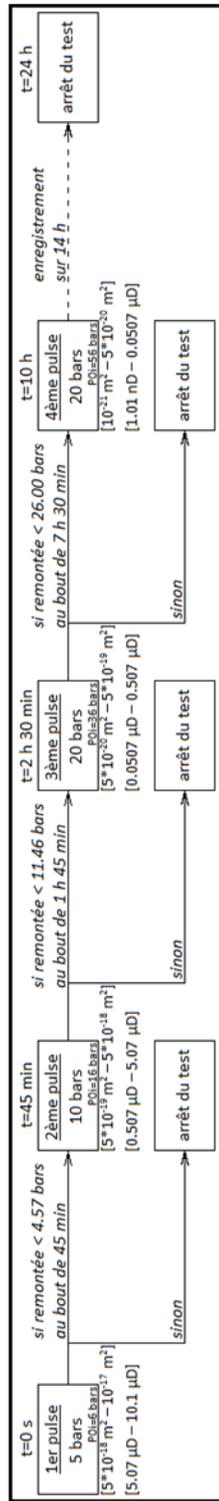
- une longueur de carotte égale à 2 cm , 4 cm ou 6 cm
- un diamètre de carotte nécessairement égal à 4 cm
- des volumes de réservoir supérieurs ou égaux à 5 ml
- une durée d’expérience qui soit adaptée aux horaires d’un technicien de laboratoire
- une pression dans le dispositif qui n’excède pas $50 - 60 \text{ bars}$

trois procédures distinctes, expliquées par les diagrammes des figures C.1a, C.1b et C.1c, ont été construites de sorte à traiter séparément chacune des longueurs de carotte : $L = 2 \text{ cm}$, $L = 4 \text{ cm}$ et $L = 6 \text{ cm}$. Concernant les paramètres D , V_e et V_s , ceux-ci se conservent d’une procédure à une autre : $D = 4 \text{ cm}$, $V_e = 1 \text{ l}$ et $V_s = 5 \text{ ml}$.

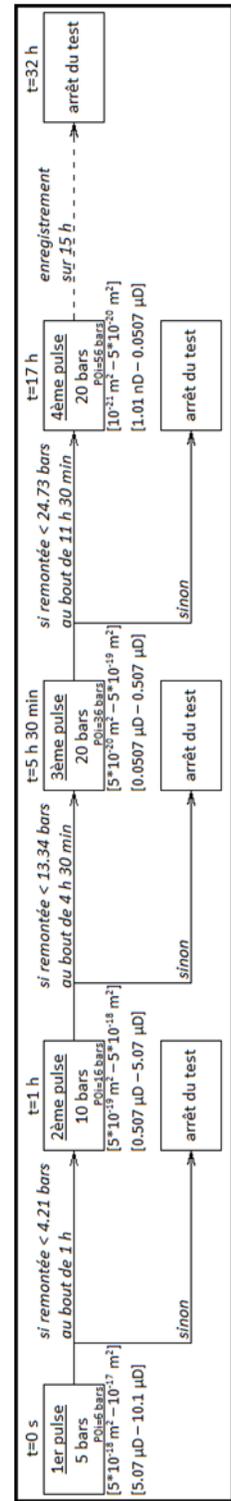
En résumé, ces trois procédures reposent toutes sur la production de quatre pulses de pression successifs, chacun de ces pulses ayant des caractéristiques sélectionnées de manière à respecter la totalité des contraintes requises pour une estimation de qualité sur des domaines de perméabilité intrinsèque et de porosité qui lui sont spécifiques. Notamment, la valeur initiale et la période d’enregistrement propres à chaque incrément sont fixées de sorte à garantir, dans les limites des gammes de perméabilité et de porosité correspondantes, de bonnes sensibilités aux propriétés recherchées ainsi que des remontées de pression significatives en sortie, au terme de la durée d’enregistrement. Le passage d’un pulse au pulse suivant est dicté par une condition portant sur la valeur prise par la pression de sortie une fois la durée relative au pulse en cours écoulée : si cette valeur reste inférieure à la valeur seuil prédéfinie, le pulse suivant est émis. Le fait que la condition ne soit pas satisfaite signifie que la perméabilité du système considéré est plus faible que la borne inférieure de la gamme attribuée au pulse en cours et donc, que pour s’assurer de la précision des résultats tirés de l’interprétation, la carotte doit être excitée à un niveau de pression plus fort (en accord avec les conclusions de la précédente étude de sensibilité). Par contre, si la condition posée est vérifiée, le test est immédiatement stoppé. La validité de cette démarche reste à démontrer car aucune des procédures n’a pu être éprouvée expérimentalement. Le laboratoire I2M s’est néanmoins basé sur celle de la figure C.1c pour accomplir ses essais présentés paragraphe 2.2.4.2, les échantillons analysés ayant des dimensions proches de celles standards : $D = 4 \text{ cm}$ et $L = 6 \text{ cm}$.



(a) $L = 2\text{ cm}$



(b) $L = 4\text{ cm}$



(c) $L = 6\text{ cm}$

FIGURE C.1 – Protocoles expérimentaux Step Decay

Annexe D

Impact du confinement sur les propriétés de la carotte

D.1 Bibliographie

C'est au milieu des années 50 qu'émergent les premiers travaux traitant de l'influence, sur les mesures de perméabilité et de porosité, de la contrainte effective responsable de la compaction de la roche du réservoir, dans les conditions in-situ. En 1958, Mc Latchie *et al* [68] présentent les résultats de tests expérimentaux accomplis sur des limestones et sandstones, en provenance de différentes formations géologiques. Ils établissent principalement que les systèmes de teneurs en argile prédominantes se caractérisent par les plus grands taux de réduction de la perméabilité intrinsèque pour des valeurs croissantes de la pression effective. En 1971, Vairogs [84] confirme les observations de Mc Latchie *et al* dans une étude analogue à celle menée par ses prédécesseurs, où les échantillons considérés sont des sandstones et carbonates. Il montre en effet que les systèmes tight, réputés riches en argile, sont bien plus sensibles à l'intensité de la contrainte effective que les systèmes plus perméables. Par ailleurs, il constate que les hétérogénéités de type fissure accentuent davantage encore la baisse de la perméabilité causée par la hausse de la contrainte effective. Vairogs incorpore cette action de la contrainte sur la perméabilité dans un modèle décrivant l'écoulement de gaz en direction du puits de forage. Les résultats issus des quelques simulations numériques effectuées mettent en lumière la nécessité de tenir compte des variations de la perméabilité de la formation sur toute la durée de son exploitation pour éviter toute surestimation du débit de production réel. Cui *et al* [17] ajoutent à ce sujet que les résultats d'essais ayant porté sur des carottes non confinées sont tout au plus instructifs.

Dix ans plus tard, Gobran *et al* [28] se focalisent sur la dépendance de la perméabilité intrinsèque de systèmes consolidés et non consolidés que forment respectivement les Berea sandstones et Ottawa sands analysés, vis-à-vis de la pression de confinement et de la pression de pore. Concernant l'impact de la pression de confinement à pression de pore donnée, l'échantillon a un comportement hystérétique qui prend place durant le premier cycle de montée/descente du confinement, indépendamment de son niveau de perméabilité initial [84]. Notamment, les deux valeurs de perméabilité collectées à pression effective minimale, au démarrage de la phase de montée puis au terme de la phase de descente, sont d'autant plus écartées l'une de l'autre que le confinement maximal exercé est élevé [84]. Seules les

mesures réalisées lors de la phase de descente sont reproductibles, dès la phase de montée du cycle suivant. Il semblerait ainsi que, tout au long de la phase de montée du premier cycle de confinement, les grains subissent un réarrangement qui conduit à la création d'un milieu plus tight, capable de se déformer ensuite de manière élastique. Les valeurs de perméabilité identifiées au cours de la phase de montée du cycle initial peuvent être trouvées à nouveau si le système est préalablement autorisé à relaxer à pression atmosphérique, sur une période suffisamment longue : 1 an d'après Mc Latchie *et al* [68], 3 à 6 semaines d'après Thomas et Ward [79] ou encore Byrnes *et al* [9]... En présence de valeurs croissantes de la pression de pore, à pression de confinement donnée, la perméabilité du matériau augmente en continu. Gobran *et al* remarquent, suite au premier cycle de montée/descente de la pression de pore, que seuls les échantillons consolidés sont touchés par un effet d'hystérésis. Walls *et al* [85] précisent, par ailleurs, que certaines de leurs carottes subissent des variations de perméabilité bien plus fortes dans la situation où la pression de pore est amplifiée à pression de confinement constante que dans la situation inverse.

Bien que la perméabilité soit extrêmement sensible à la contrainte effective produite sur la roche, la porosité est généralement peu dépendante de ce paramètre. Pour des sandstones tight non fissurés, prélevés dans les formations Pictured Cliffs et Fort Union, les valeurs de perméabilité intrinsèque mesurées par Thomas et Ward [79] à 3000 *psi* (soit 207 *bars* environ) de pression effective représentent entre 14 et 37 % des valeurs initialement relevées à 500 *psi* (soit 34 *bars* environ). Quant aux valeurs de porosité associées, celles-ci chutent de 5 % au plus sur le même intervalle de pression effective. Selon Thomas et Ward, le seul facteur gouvernant la diminution de la perméabilité du système en fonction de la pression effective est la structure du réseau de pores. Leurs propos sont confirmés par Sampath et Keighin [75] qui expliquent ce même phénomène par la réduction, en taille et nombre, des voies d'écoulement accessibles au gaz, en raison de la fermeture partielle voire complète de certaines gorges de pore.

Walsh [86] partage le point de vue de Sampath et Keighin et développe, en 1981, un modèle simplifié du réseau de pores dont les modifications sous la contrainte justifieraient les variations de perméabilité enregistrées. La classification des pores sur laquelle il appuie son modèle ne comporte que les deux catégories suivantes :

- tubes capillaires
- pores similaires à des fissures.

Un système renfermant majoritairement des pores assimilables à des tubes capillaires exhibe une faible dépendance de la perméabilité vis-à-vis de la contrainte effective générée. Cette tendance est inversée si le matériau comprend un

caractérisé par un nombre prépondérant de pores similaires à des fissures.

Près de vingt ans plus tard, Katsube [49] propose à son tour une théorie décrivant la manière dont la contrainte effective transforme la structure du réseau de pores, modélisé par un ensemble de « pores de stockage » intergranulaires ou vacuolaires, qui communiquent les uns avec les autres par des « pores de raccordement » assimilables à des plans tortueux. Ces derniers forment des voies de passage pour les fluides, espèces chimiques et courants électriques. Quant aux pores de stockage, ceux-ci sont chargés d'accumuler de la matière et non d'en transporter. En raisonnant sur son modèle du réseau de pores, Katsube parvient à calculer des expressions littérales des porosités de stockage et de raccordement, qu'il exploite ensuite pour étudier la structure du réseau de pores de sept shales et mudstones, tirés du bas-

sin Sable et du bassin Beaufort-Mackenzie, en fonction de la contrainte effective. Il constate, dans tous les cas, que les porosités de stockage obtenues sous de multiples contraintes effectives changent peu, contrairement aux porosités de raccordement. Il en déduit que les pores de raccordement sont plus aptes à se déformer, donc plus flexibles, et seraient ainsi responsables de la variation de la perméabilité avec la contrainte.

Tous les auteurs cités dans cette brève revue bibliographique ont mené leurs expériences en appliquant un confinement parfaitement uniforme sur la surface complète de chacune de leurs carottes. Cependant, ce mode opératoire ne reproduit pas avec exactitude les conditions de chargement réelles auxquelles est soumise la roche en sous-sol. En effet, la composante verticale de la contrainte résultante qui comprime la formation est généralement plus forte que sa composante horizontale. Étant donné que, durant cette thèse, nous n'avons jamais été amenés à accomplir un test en présence d'un chargement axial qui soit différent du chargement radial, nous ne détaillerons pas les connaissances actuelles concernant les effets de ce déséquilibre des contraintes axiale et radiale sur les propriétés du milieu poreux. De plus amples renseignements sur ce sujet sont disponibles dans les travaux de Zoback et Byerlee [91], Trimmer *et al* [82] ou encore Billiote *et al* [4].

D.2 Résultats expérimentaux

A titre illustratif, les graphes des figures D.1, D.2 et D.3 fournissent, pour les propriétés k_l , b et ϕ respectivement, un tracé des valeurs caractérisées par Step Decay en fonction des valeurs affectées à la pression P_c , pour chacun des échantillons 1 et 2. Les divers paramètres sur lesquels repose la totalité des expériences dont proviennent les deux séries de triplets (k_l, b, ϕ) ayant permis la construction des graphes sont partiellement énumérés paragraphe 2.2.4.1 (paramètres fixés par le laboratoire TREFLE), les paramètres restants, relatifs à l'excitation, étant lisibles sur le premier graphe de la figure ??.

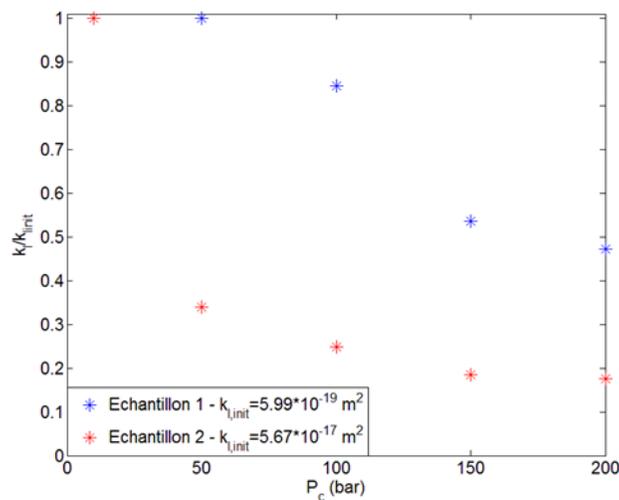


FIGURE D.1 – Impact de P_c sur l'estimation de k_l

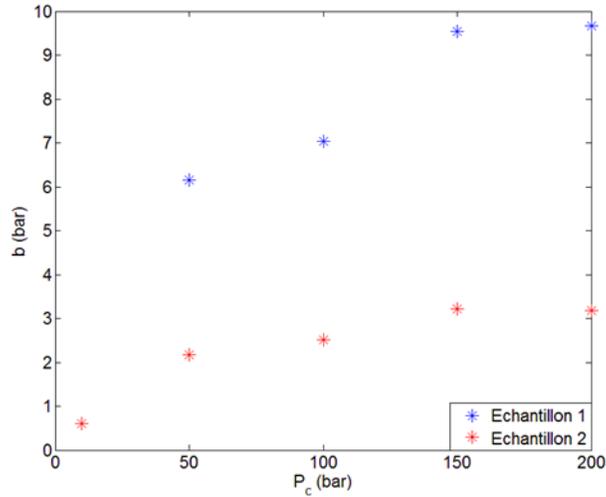


FIGURE D.2 – Impact de P_c sur l'estimation de b

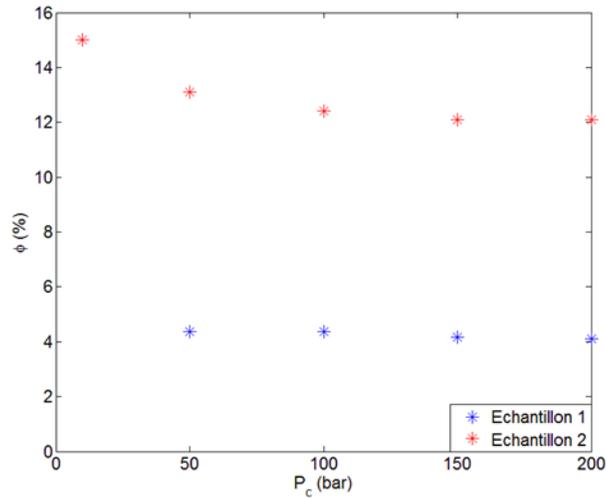


FIGURE D.3 – Impact de P_c sur l'estimation de ϕ

Les graphes D.1 et D.3 mettent en avant la baisse des valeurs des propriétés k_l et ϕ avec la hausse de la pression P_c . Ceux-ci confirment par ailleurs le fait que la propriété k_l est plus fortement influencée que la propriété ϕ par toute fluctuation de la pression P_c : pour des valeurs de P_c croissant entre 50 et 200 bars, la valeur de ϕ en fin de chargement est de 94 % de sa valeur initiale pour le premier échantillon et de 92 % de cette dernière pour le second tandis que la valeur de k_l en fin de chargement est de 47 % de sa valeur initiale pour le premier échantillon et de 52 % de cette dernière pour le second. Quant au troisième graphe, celui-ci met en évidence une baisse de la valeur de la propriété b avec la hausse de la pression P_c . Qualitativement, ceci est en accord avec le principe selon lequel les effets Klinkenberg augmentent d'autant plus que la perméabilité diminue.

Annexe E

Impact sur les estimations de k_l , b et ϕ d'un biais sur R , V_a ou V_{br}

Dans cette annexe sont présentés les résultats de simulations numériques visant à mettre en lumière de quelle manière se répercute, sur les estimations des propriétés k_l , b et ϕ déterminées par application de la méthode stationnaire sur broyat (cf. paragraphe 4.2.1.1), une erreur sur la mesure du rayon de particule R ou la mesure du volume du réservoir pressurisé V_a ou encore la mesure du volume de broyat V_{br} . Cette étude de biais a été opérée en deux temps principaux :

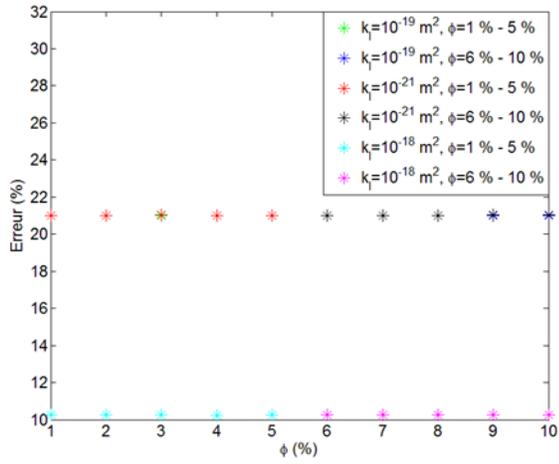
- Dans un premier temps, 5 courbes de décroissance de pression ont été générées dans 30 cas distincts, avec la procédure directe, en imposant successivement pour valeur de la consigne initiale $P_{R,0}$: $P_{R,0} = 1.00 * 10^6 Pa$, $P_{R,0} = 2.00 * 10^6 Pa$, $P_{R,0} = 3.00 * 10^6 Pa$, $P_{R,0} = 4.00 * 10^6 Pa$ et $P_{R,0} = 5.00 * 10^6 Pa$. Quelle que soit la consigne considérée, la simulation de la réponse a été exécutée en utilisant pour valeurs des paramètres restants : $V_{br} = 7.54 * 10^{-5} m^3$, $V_a = 4.00 * 10^{-5} m^3$, $VM = 4.00 * 10^{-5} m^3$, $P_{in} = 1.00 * 10^5 Pa$, $dP = 0$, $\Delta t = 1.00 * 10^{-2} s$, $\mu = 1.80 * 10^{-5} Pa.s$ et $I = 2.00 * 10^2$. Parmi les 30 cas examinés :
 - les 10 premiers ont impliqué la même valeur de R : $R = 1.00 * 10^{-3} m$, la même valeur de k_l : $k_l = 1.00 * 10^{-19} m^2$, la même valeur de b : $b = 1.31 * 10^6 Pa$ et des valeurs différentes de ϕ , croissant par pas de 1 % entre 1 et 10 %
 - les 10 suivants ont impliqué la même valeur de R : $R = 1.00 * 10^{-3} m$, la même valeur de k_l : $k_l = 1.00 * 10^{-21} m^2$, la même valeur de b : $b = 6.86 * 10^6 Pa$ et des valeurs différentes de ϕ , croissant par pas de 1 % entre 1 et 10 %
 - les 10 derniers ont impliqué la même valeur de R : $R = 1.00 * 10^{-2} m$, la même valeur de k_l : $k_l = 1.00 * 10^{-18} m^2$, la même valeur de b : $b = 5.71 * 10^5 Pa$ et des valeurs différentes de ϕ , croissant par pas de 1 % entre 1 et 10 %.
- Concernant le paramètre t_f , sa valeur a été conservée pour simuler les 5 signaux nécessaires pour traiter le cas envisagé mais modifiée d'un cas au cas suivant. La grande variabilité de ce paramètre explique que celui-ci ait été précédemment omis de la liste des paramètres de simulation. Néanmoins, pour un cas donné, la valeur de t_f a été sélectionnée de telle manière que les enregistrements associés soient tous stoppés à l'équilibre des pressions.
- Dans un second temps, la méthode stationnaire a été mise en oeuvre dans les 30 cas

distincts, en biaisant successivement, dans la procédure inverse permettant la caractérisation de k_{app} et ϕ , comme dans celle permettant la caractérisation de P_{moy} , les valeurs de R , V_a et V_{br} , tout en assignant aux paramètres restants leurs valeurs nominales respectives. Les erreurs introduites sur R , V_a et V_{br} sont précisées, en fonction des cas définis, dans le tableau E.1. Il est à noter que biaiser V_{br} revient en parallèle à biaiser VM , étant donné que VM dépend de V_{br} , selon la relation : $VM = V_b - V_{br}$, dans laquelle V_b reste constant entre deux simulations.

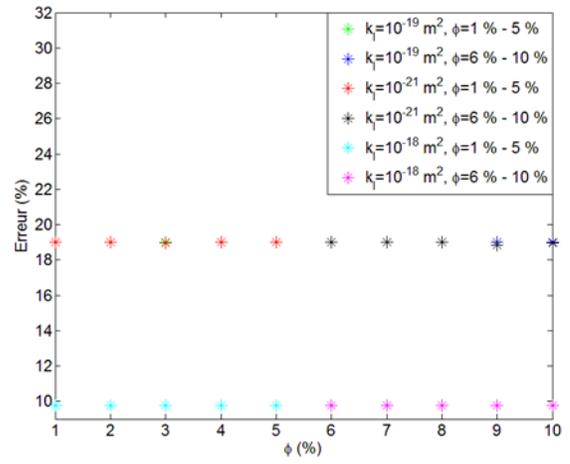
Cas	Biais sur R	Biais sur V_a	Biais sur V_{br} et VM
$k_l = 1.00 * 10^{-19} \text{ m}^2, 1 \% \leq \phi \leq 5 \%$	$\pm 10 \%$	$\pm 0.5 \%$	$\pm 0.3 \%$ sur $V_{br}, \pm 0.57 \%$ sur VM
$k_l = 1.00 * 10^{-19} \text{ m}^2, 5 \% \leq \phi \leq 10 \%$	$\pm 10 \%$	$\pm 1 \%$	$\pm 1 \%$ sur $V_{br}, \pm 1.89 \%$ sur VM
$k_l = 1.00 * 10^{-21} \text{ m}^2, 1 \% \leq \phi \leq 5 \%$	$\pm 10 \%$	$\pm 0.5 \%$	$\pm 0.3 \%$ sur $V_{br}, \pm 0.57 \%$ sur VM
$k_l = 1.00 * 10^{-21} \text{ m}^2, 5 \% \leq \phi \leq 10 \%$	$\pm 10 \%$	$\pm 1 \%$	$\pm 1 \%$ sur $V_{br}, \pm 1.89 \%$ sur VM
$k_l = 1.00 * 10^{-18} \text{ m}^2, 1 \% \leq \phi \leq 5 \%$	$\pm 5 \%$	$\pm 0.25 \%$	$\pm 0.15 \%$ sur $V_{br}, \pm 0.28 \%$ sur VM
$k_l = 1.00 * 10^{-18} \text{ m}^2, 5 \% \leq \phi \leq 10 \%$	$\pm 5 \%$	$\pm 0.5 \%$	$\pm 0.5 \%$ sur $V_{br}, \pm 0.94 \%$ sur VM

Tableau E.1 – Biais introduits sur R , V_a , V_{br} et VM

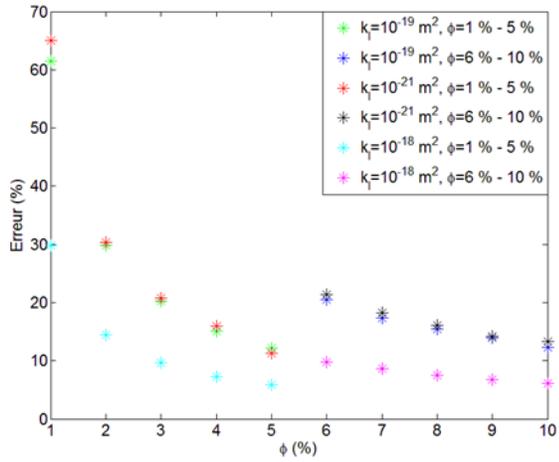
Les graphes des figures E.1a à E.1f fournissent les résultats portant sur la propriété k_l , les graphes des figures E.2a à E.2f les résultats portant sur la propriété b et les graphes des figures E.3a à E.3f les résultats portant sur la propriété ϕ .



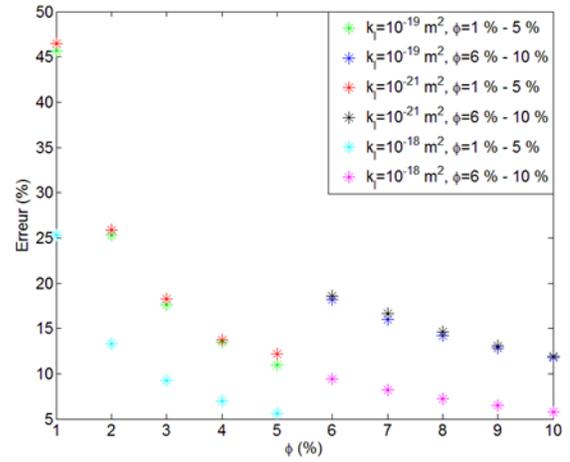
(a) Biais positif sur R



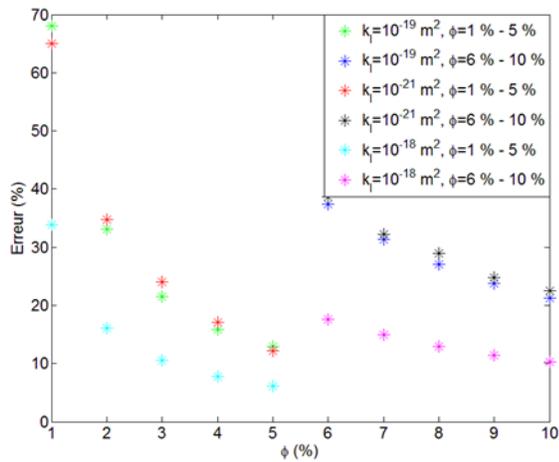
(b) Biais négatif sur R



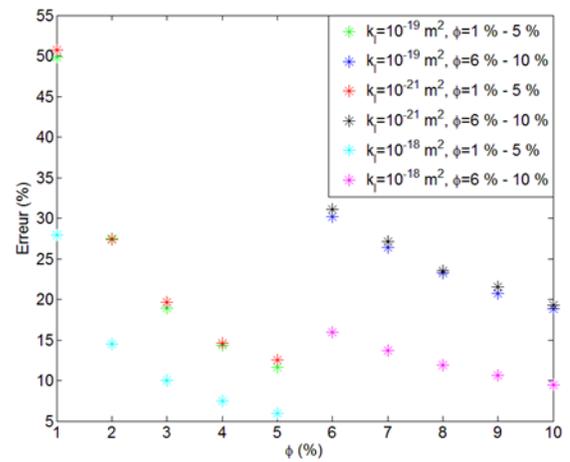
(c) Biais positif sur V_a



(d) Biais négatif sur V_a

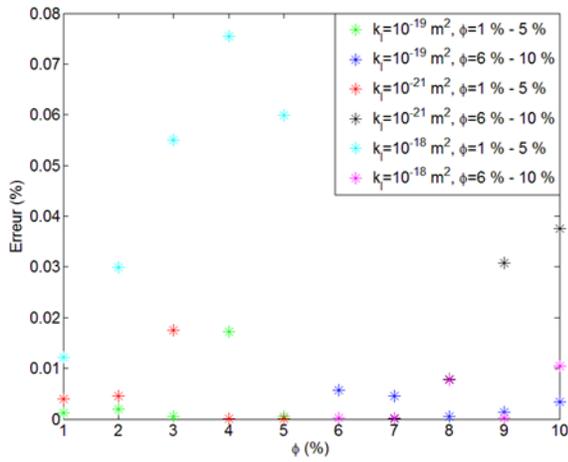


(e) Biais positif sur V_{br}

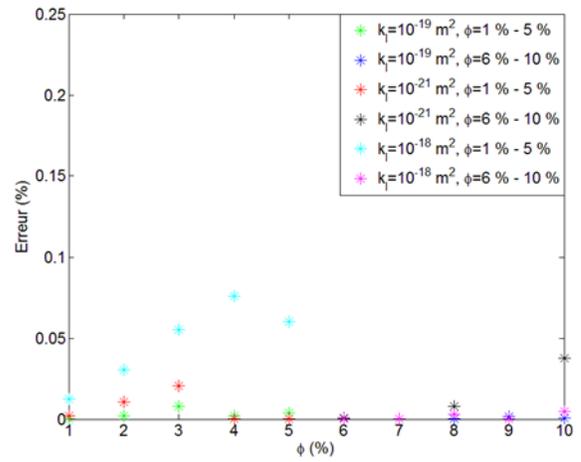


(f) Biais négatif sur V_{br}

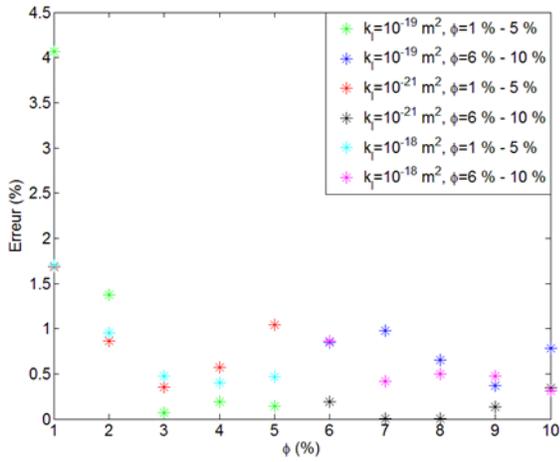
FIGURE E.1 – Impact sur k_l d'un biais sur R , V_a ou V_{br}



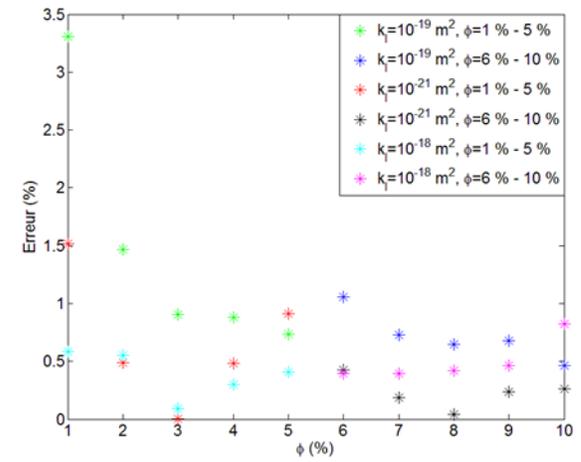
(a) Biais positif sur R



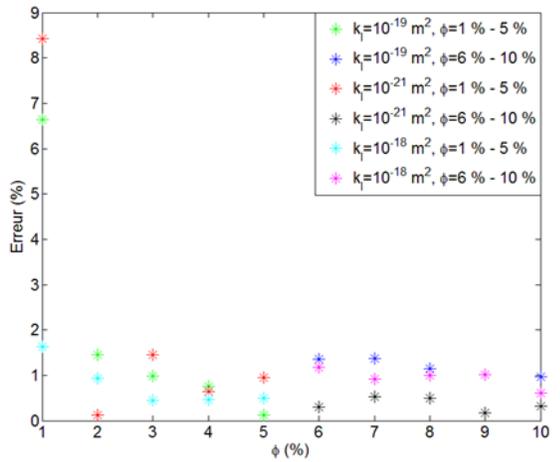
(b) Biais négatif sur R



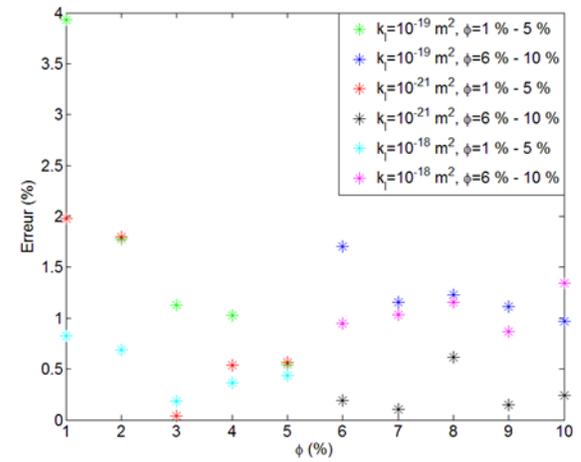
(c) Biais positif sur V_a



(d) Biais négatif sur V_a

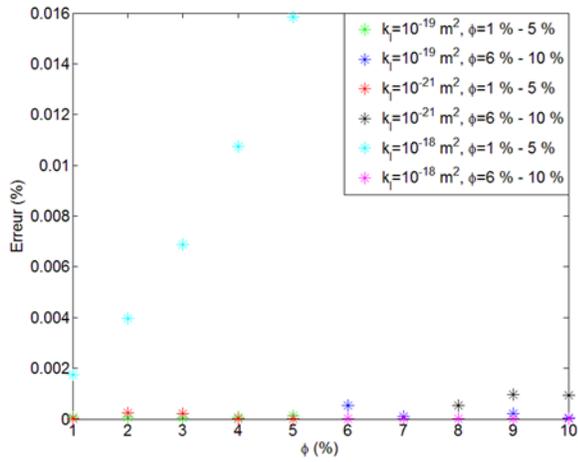


(e) Biais positif sur V_{br}

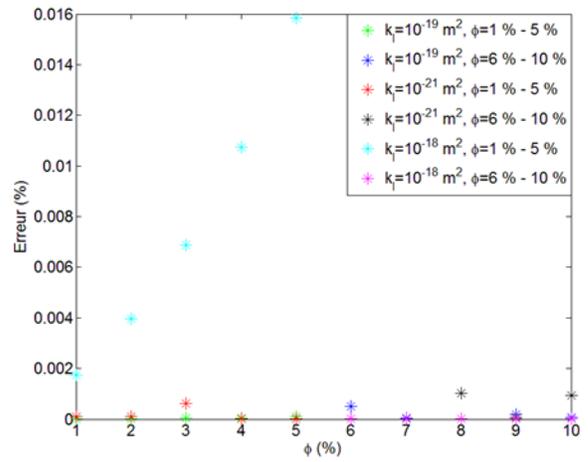


(f) Biais négatif sur V_{br}

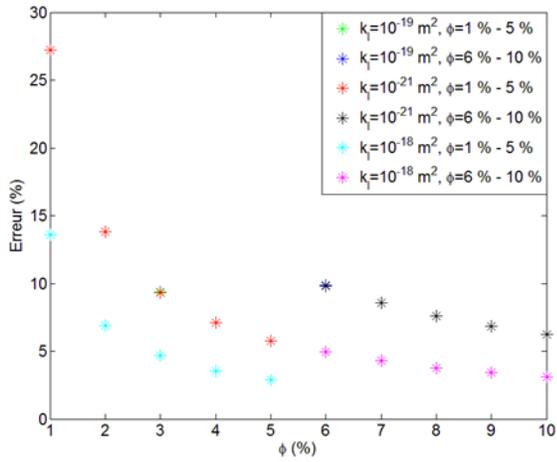
FIGURE E.2 – Impact sur b d'un biais sur R , V_a ou V_{br}



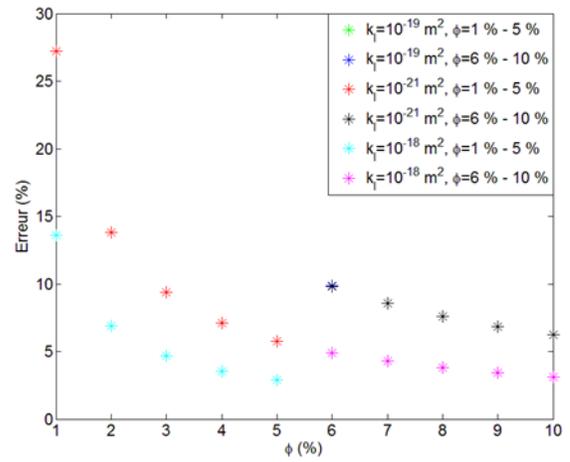
(a) Biais positif sur R



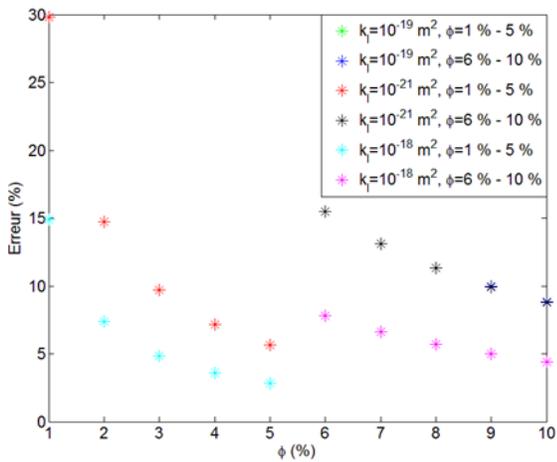
(b) Biais négatif sur R



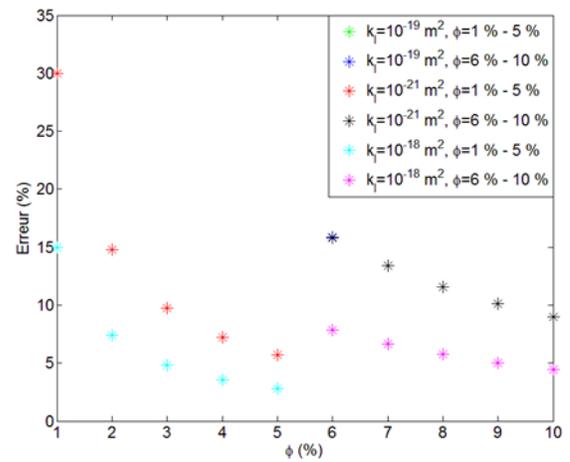
(c) Biais positif sur V_a



(d) Biais négatif sur V_a



(e) Biais positif sur V_{br}



(f) Biais négatif sur V_{br}

FIGURE E.3 – Impact sur ϕ d'un biais sur R , V_a ou V_{br}