

## Coupure Hydraulique et Potentiel de Production en Gaz de Réservoirs de Grès "Tight": Etude Expérimentale Xiaojian Fu

#### ▶ To cite this version:

Xiaojian Fu. Coupure Hydraulique et Potentiel de Production en Gaz de Réservoirs de Grès "Tight ": Etude Expérimentale. Génie civil. Ecole Centrale de Lille, 2013. Français. NNT: 2013ECLI0021 . tel-01127494

## HAL Id: tel-01127494 https://theses.hal.science/tel-01127494

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.

N° d'ordre: 234

#### ECOLE CENTRALE DE LILLE

#### THESE

Présentée en vue d'obtenir le grade de

#### **DOCTEUR**

Spécialité : en Génie Civil

Par

## Xiaojian FU

#### DOCTORAT DELIVRE PAR L'ECOLE CENTRALE DE LILLE

#### Titre de la thèse :

# COUPURE HYDRAULIQUE ET POTENTIEL DE PRODUCTION EN GAZ DE RESERVOIRS DE GRES «TIGHT»: ETUDE EXPERIMENTALE

#### Soutenue le 19/12/2013 devant le jury d'examen :

**Président** Jian-Fu SHAO, Professeur, Polytech'Lille

Rapporteur Luc DORMIEUX, Professeur, École des Ponts ParisTech

RapporteurBéatrice LEDESERT, Professeur, Université de Cergy-PontoiseMembreElisabeth BEMER, Ingénieur de Recherche, IFP Energies nouvelles

MembreLaurent JEANNIN, Ingénieur de Recherche, GDF-SuezDirecteur de thèseFrédéric SKOCZYLAS, Professeur, Ecole Centrale de Lille

**Co-Directeur de thèse** Franck AGOSTINI, Maître de conférences, Ecole Centrale de Lille

Thèse préparée dans le Laboratoire Mécanique de Lille (LML CNRS UMR 8107)

Ecole Doctorale SPI 072 (Lille I, Lille III, Artois, ULCO, UVHC, EC Lille)

PRES Université Lille Nord-de-France

I

À mes parents et Zhebin

#### Remerciements

Je commence par exprimer ma plus profonde reconnaissance à mon directeur de thèse, monsieur Frédéric SKOCZYLAS, professeur à l'Ecole Centrale de Lille, pour m'avoir proposé un sujet de recherches très riche. Ses conseils et ses encouragements bienveillants m'ont été très précieux pour accomplir mon travail et rédiger ce mémoire. Je remercie également très chaleureusement mon co-directeur de thèse, monsieur Franck AGOSTINI, pour son aide précieuse chaque jour, et pour m'avoir fait confiance, dirigé et soutenu tout au long de ma thèse. Je remercie particulièrement madame Catherine A. DAVY, pour m'avoir fait confiance dans ce travail, pour ses conseils, pour le temps qu'elle m'a consacré et pour sa patience.

Je tiens aussi à remercier le Professeur Luc DORMIEUX du laboratoire NAVIER et le professeur Béatrice LEDESERT de l'Université de Cergy-Pontoise pour avoir accepté d'être les rapporteurs de ma thèse et lu celle-ci attentivement avec bienveillance. Mes remerciements vont également à madame Elisabeth BEMER, monsieur Jian-Fu SHAO, monsieur Laurent JEANNIN, pour avoir accepté d'être examinateurs et de participer au jury, ce qui est pour moi un grand honneur.

Je souhaite ensuite remercier tous les membres du laboratoire, Laurent LECONTE, Nadine DESSEYN, Marie-Claude WILLEMETZ et Ludovic POTIER, pour leur aide et amitié. Et tout particulièrement Thierry Dubois pour son expertise qui m'ont beaucoup servi. Ma gratitude va aussi à Flore BRUE, qui m'a donnée beaucoup d'aide dans mon travail.

J'exprime aussi toute ma sympathie aux doctorants du laboratoire pour tous les moments que j'ai partagés avec eux. Merci donc à Zhibo, Yang, Yao, Jiangfeng, François, mes collègues de bureau pour tous les échanges que nous avons eu. Merci aussi à Wei, Jianliu, Mariem, Mohamad, Sofia pour leur amitié. Merci beaucoup à mademoiselle Hélène CATSIAPIS pour les visites merveilleuses pour comprendre mieux la culture française. Merci à tous les amis : Zhili, Baisi, Yuxiang, Jiaoyang, Tien, Yongliang, Yue, Zhaoxia, Yang... et à tous les autres !

Ce travail de thèse s'inscrit dans le cadre d'une convention industrielle, qui est une collaboration à la fois avec GDF SUEZ et l'Ecole Centrale de Lille. Je tiens ici à remercier ces

organismes pour leur soutien scientifique. Aussi, je remercie le CSC du gouvernement chinois qui m'a donné le soutien financier. Sans eux, cette thèse n'aurait jamais vu le jour.

Enfin, j'ai un grand merci à ma chérie Zhebin, qui m'a soutenue dans tous les mauvais moments avec tout son amour, je dédie cette thèse à elle.

### Résumé

Les réservoirs dits « tight gas » sont constitués de grès de faible perméabilité ayant des propriétés pétro-physiques susceptibles de nuire à la productivité du gisement. Leur perméabilité intrinsèque est faible (inférieure à 0,1 mD soit 10<sup>-16</sup> m² sans chargement hydrostatique), leur porosité connectée est inférieure à 10% et ils présentent une forte sensibilité aux contraintes in situ comparés aux réservoirs conventionnels. De plus, une importante zone de transition est observée in situ, dans laquelle le matériau est partiellement saturé d'eau et qui peut s'étendre sur plusieurs centaines de mètres au-dessus de la nappe phréatique. Dans cette zone, dans laquelle la saturation est de l'ordre de 40 à 50%, ni l'eau ni le gaz ne sont suffisamment mobiles pour permettre une extraction industrielle : c'est ce que l'on appellera le « permeability jail ». Cette étude vise principalement à caractériser l'influence du chargement mécanique (via l'utilisation de différentes pressions de confinement) et de la nature des roches (roches provenant de différents puits et prélevées à différentes profondeurs) sur les courbes de perméabilité relative au gaz et les caractéristiques poro-mécaniques de ces roches.

La porosité accessible à l'eau a été mesurée après séchage à 60°C puis saturation en eau sous vide et a effectivement mis en évidence des porosités faibles de 2 à 12%. La perméabilité intrinsèque au gaz a mis en évidence de fortes disparités sans lien avec la porosité des échantillons.

Une grande sensibilité de la perméabilité relative au confinement a également été observée dès l'application de pressions de confinement de 15 à 30 MPa. Deux familles d'échantillons ont ainsi été identifiées. Les échantillons les plus perméables (perméabilité comprise entre 100 et  $1000~\mu D$ ), sont peu sensibles au confinement et leur perméabilité relative ne chute qu'à partir de saturations de l'ordre de 50%. Les échantillons les moins perméables apparaissent beaucoup plus sensibles à la fois au confinement et à la saturation.

Des méthodes classiquement utilisées dans le domaine pétrolier reposant sur l'interprétation d'essais de porosimétrie par intrusion mercure, ont également été mis en œuvre pour évaluer les perméabilités relatives et les comparer aux mesures expérimentales.

**Mots clés :** réservoir conventionnel, grés, perméabilité relative, perméabilité au gaz, saturation en eau, confinement hydrostatique, porosimétrie mercure, coupure hydraulique.

## Hydraulic cut-off and gas recovery potential of sandstones from Tight Gas Reservoirs: a laboratory investigation

#### Abstract

So-called tight gas reservoirs are constituted of low permeability sandstones, which petrophysical properties may interfere with proper gas recovery. They have a low absolute permeability (below 0.1 mD i.e.  $10^{-16}$  m<sup>2</sup> under ambient conditions), a connected porosity lower than 10%, and a strong sensitivity to in situ stresses as compared to conventional reservoirs. Moreover, an important transition zone is observed in situ, where partial water saturation is present, and which may extend over several hundred meters over the free water table. In such zone, where water saturation is on the order of 40-50%, neither gas nor water seems sufficiently mobile for industrial extraction: this is the permeability jail. Our aim is to assess their actual petro-physical properties, namely porosity, gas permeability under varying hydrostatic stress and water saturation level, in relation with sandstone microstructure.

Accessible water porosity was measured after drying at 60 °C and water vacuum saturation and has effectively highlighted a low porosity of 2 to 12%. The intrinsic permeability to gas did not appeared related to the porosity of samples.

A high sensitivity of gas permeability to confinement was observed. Two families of samples were identified. The more permeable samples (permeability between 100 to 1000  $\mu$ D), are relatively insensitive to confinement and their relative permeability decrease for water saturation higher than 50%. Less permeable samples appear much more sensitive to mechanical loading and saturation.

Methods classically used in oil and gas industry based on the interpretation of mercury intrusion porosimetry tests have also been used to evaluate relative permeability and compared with experimental measurements.

**Key words:** unconventional reservoir sandstone, relative permeability, gas permeability, water saturation, hydrostatic confinement, mercury intrusion porosimetry, hydraulic cut-off.

## Table des matières

Remerciements	II
Résumé	IV
Abstract	V
Liste des symboles	IX
Chapitre 1. Problématique et état de l'art	1
1.1 Contexte	1
1.2 Les réservoirs tight	4
1.2.1 Généralités	4
1.2.2 Définition de la perméabilité absolue, perméabilité effective et perméal relative	
1.2.3 Mouillabilité et pression capillaire	9
1.2.4 Qu'est-ce qu'un réservoir gréseux tight ?	10
1.2.5 Pourquoi le réservoir est-il « tight » ?	12
1.2.6 Caractéristiques pétro-physiques des grès tight	13
1.3 Application à l'étude des réservoirs et intérêt de la détermination des	
caractéristiques pétro-physiques en laboratoire	17
1.3.1 Équilibre d'un gisement tight	17
1.3.2 Mobilité du gaz en place	19
1.3.3 Influence de la forme de la courbe de perméabilité relative	20
Chapitre 2. Méthodes expérimentales	25
2.1 Conditionnement des échantillons, mesure de porosité et de saturation	25
2.1.1 Définition de l'état initial	25
2.1.2 Définition de la saturation	26
2.1.3 Mesure de la porosité	27
2.1.4 Détermination de la saturation	28

2.1.5 Conditionnement des échantillons (isothermes de désorption)	28
2.2 Porosimétrie au mercure – porosité au mercure et détermination de la distribution	n
des tailles de pores	30
2.3 Microscopie optique + MEB + EDS	31
3.1 Objectifs et méthodes	32
2.4.1 Mesure de la perméabilité apparente	32
2.4.2 Mesure de la perméabilité effective	35
2.4.3 Mesure de la perméabilité relative	36
2.5 Mesure de la porosité accessible au gaz sous confinement	36
2.6 Méthodes de mesures des propriétés poro-élastiques du milieu poreux	37
2.6.1 Module d'incompressibilité drainé : <i>K</i> <sub>b</sub>	38
2.6.2 Module d'incompressibilité de la matrice solide : $K_s$	39
Chapitre 3. Analyses microstructurales des grès du Rotliegend	41
3.1 Objectifs et méthodes	41
3.2 Caractérisation du réseau poreux	
3.3 Caractérisation du réseau poreux et des minéraux présents	45
3.4 Synthèse des analyses microstructurales	58
3.5 Conclusion et perspectives	59
Chapitre 4. Évaluation des perméabilités relatives au gaz à partir des données issues de la	
Porosimétrie par Intrusion Mercure (PIM)	61
4.1 Introduction.	61
4.2 La porosimétrie par intrusion de mercure	62
4.3 Interprétation « directe » des données PIM	62
4.4 Méthodes d'estimation de la perméabilité	65
4.4.1 Correction des données PIM : Mise en conformité	65
4.4.2 Description des modèles utilisés	67
4.4.3 Obtention des paramètres de fittage adaptés	71

4.5 Autres méthodes d'estimation de la perméabilité : utilisation du PPTD	75
4.6 Évaluation des perméabilités relatives	78
4.6.1 Modèle d'estimation	78
4.6.2 Comparaison entre estimations et mesures expérimentales	79
Chapitre 5. Analyses des facteurs qui influencent la perméabilité au gaz du grès	87
5.1 Analyses générales sur les échantillons	87
5.2 Courbe isotherme de désaturation pour les grès Rotliegend	94
5.2.1 Courbes caractéristiques – saturation vs <i>HR</i>	94
5.3 Perméabilité effective, relative et influence du confinement	97
5.3.1 Résultats généraux	97
5.3.2 Analyse des résultats	100
5.3.3 Influence du confinement sur matériau sec	101
5.3.4 Perméabilités relatives « traditionnelles »	104
5.3.5 Perméabilités relatives ramenées à la valeur initiale $K(0, 5)$	105
5.3.6 Nouvelle tentative d'analyse et de représentation de l'effet de la satura	tion et du
confinement	116
5.4 Conclusion	119
Chapitre 6. Conclusions et Perspectives	121
6.1 Conclusions.	121
6.2 Perspectives et travaux futurs envisagés	122
6.2.1 Les essais poro-mécaniques et de mesure de porosité sous charge	124
6.2.2 La désaturation par poussée	130
Références	133

## Liste des symboles

∇P Gradient de diminution de la pression du fluide vers la direction d'écoulement	7
$\nabla P_g$ Gradient de pression dans la phase gaz	
$\nabla P_w$ Gradient de pression dans la phase eau	
μ Viscosité du fluide	
A Surface d'écoulement	6
C Constante de piégeage caractéristique du matériau	81
$\varepsilon_1, \varepsilon_2, \varepsilon_3, \varepsilon_4$ Déformations longitudinales des quatre jauges	
g Accélération de la pesanteur	
G Paramètre géométrique permettant de fitter la courbe dans méthode de Thomeer	71
HR Humidité Relative	
k Perméabilité absolue (Perméabilité intrinsèque)	
$K(P_c)/K(5)$ Perméabilité initiale normée en fonction du confinement	93
<i>K(sec)</i> Perméabilité effective au gaz à l'état sec	37
$K(S_w)$ Perméabilité effective à une saturation $S_w$ (%)	36
$K(S_w, P_c)$ Perméabilité effective à saturation $S_w$ (%) et pression de confinement $P_c$ (MPa)	36
Ka Perméabilité apparente (par rapport à la perméabilité intrinsèque, non corrigée de la	l'effet
Klinkenberg)	
<i>K<sub>b</sub></i> Module d'incompressibilité drainé	40
<i>K<sub>eff</sub></i> Perméabilité effective d'une phase de fluide	
$K_{ik}$ Perméabilité intrinsèque de la roche non corrigée du coefficient de Klinkenberg	
<i>K<sub>r</sub></i> Perméabilité relative du fluide	
$K_{rg}$ Perméabilité relative au gaz	
$K_{rg}(S_w)$ Perméabilité relative au gaz en fonction de la saturation	
$K_{rg}(S_w, P_c)$ Perméabilité effective à saturation $S_w$ (%) et pression de confinement $P_c$ (MPa	
<i>K<sub>rw</sub></i> Perméabilité relative à l'eau	
K <sub>s</sub> Module d'incompressibilité de la matrice solide	
L Longueur d'écoulement	
$L_{max}$ Longueur caractéristique dans méthode de kamath	
$m(S_w)$ Masse de l'échantillon dans un état de saturation	
<i>m</i> <sub>ini</sub> Masse initiale	
$M_m$ Masse molaire de l'eau	
<i>m</i> <sub>pore</sub> Masse d'eau maximum dans les pores de l'échantillon	
<i>m<sub>sat</sub></i> Masse saturée de l'échantillon	
<i>m</i> <sub>sec</sub> Masse sèche de l'échantillon	
m <sub>w</sub> Masse d'eau présente dans l'échantillon	
p Pression de la vapeur	96
P Pression moyenne du fluide	
p <sub>0</sub> Pression de la vapeur saturée	
P <sub>1</sub> Pression du fluide au début d'écoulement	
P <sub>2</sub> Pression du fluide à la fin d'écoulement	
<i>p<sub>atm</sub></i> Pression atmosphérique normale	
p <sub>cap</sub> Pression capillaire	
p <sub>cap</sub> Pression de mercure au rayon de pore	
P <sub>d</sub> Pression de déplacement	
P <sub>inj</sub> Pression d'injection	35
I M I OVOING CHUIC IA DICASION U INICCION CLIA DICASION UC ULAMAZE	) . )

$Q_{moy}$ Débit moyen en entrée de l'échantillon	33
R Constante molaire des gaz	
$S_b$ Pourcentage de volume occupé par le mercure	
$S_e$ Saturation liquide effective dépendant de la saturation résiduelle	
$S_g$ Saturation en gaz	
$S_{gr}$ Saturation résiduelle du gaz pour le couple eau-gaz	
$S_{gr}^{*}$ , $S_{gi}^{*}$ Respectivement les saturations effective résiduelle et irréductible en gaz	
$S_{nw}$ Saturation de la phase mouillante	
Sor Saturation résiduelle du gaz pour le couple huile-eau	
$S_r$ Saturation résiduelle	72
$S_w$ (ini) Saturation en eau à l'état initial	88
$S_w$ Saturation en eau	6
Swi Seuil de saturation interstitielle pour l'écoulement du fluide	9
Swm Perméabilité relative à l'eau maximale en fonction de la saturation	9
T Température thermodynamique	
t Temps écoulé depuis le début de la mesure	34
$V_1$ et $V_2$ Volume des réservoirs tampon 1 et tampon 2	
$V_b(P_{\infty})$ Volume poreux occupé par le mercure à la fin de la phase d'intrusion	72
$V_b(P_c)$ Pourcentage du volume poreux occupé par le mercure pour une pression d'injection	
donnée	71
V <sub>m</sub> Volume molaire de l'eau	96
V <sub>pore</sub> Volume total des pores dans l'échantillon	27
V <sub>total</sub> Volume total de l'échantillon	
V <sub>w</sub> Volume d'eau contenu dans l'échantillon	27
x Coordonnée	34
eta Coefficient de Klinkenberg	35
γ Tension superficielle du mercure dans le vide	
$\Delta P_1$ Différence de pression	33
$\Delta P_{1,2}$ Différence de pression entre les deux réservoirs	35
$\Delta P_c$ Variation de la pression de confinement	41
$\Delta p_i$ Pression de pore respective	41
$\Delta_t$ Variation du temps	
$\Delta t$ Intervalle de temps	
$\Delta \varepsilon_{v}$ Déformation à la déformation volumique globale	41
$\Delta \varepsilon_{v}^{s}$ Déformation volumique de la matrice solide respectivement	
$\Delta\phi_0$ - $\Delta\varepsilon_v$ Ecart entre la porosité au gaz mesurée et la déformation volumique en fonction	
confinement	
heta Angle de contact du mercure dans le vide	
$\lambda$ Paramètre de calage géométrique obtenu grâce au fittage de Brooks-Corey	
$\lambda$ , $P_d$ , $S_r$ Paramètres obtenus en fittant la courbe PIM ( $P_c$ Hg) au moyen de la formulation	
Brooks-Corey	
ρ <sub>w</sub> Densité de l'eau	96
$\phi_0$ Porosité mesurée au gaz	.131
$\Delta P_c$ Variation de contrainte hydrostatique	40
$\Delta \varepsilon_{vI}$ Variation de la déformation volumétrique due à la variation de confinement	
$\Delta P_i$ Surpression du gaz d'injection pour pulse test	

#### Chapitre 1. Problématique et état de l'art

Ce travail de thèse porte sur la caractérisation pétro-physique des roches gréseuses peu perméables appelées roches grès « tight » dans le milieu pétrolier. Certains réservoirs naturels de gaz sont constitués par ces roches peu perméables, et une évaluation précise de leur comportement pétro-physique est nécessaire pour déterminer si le réservoir peut être exploité. Cependant, le caractère peu perméable de la roche rend la détermination des propriétés pétro-physiques plus délicate que pour des réservoirs perméables et nécessite une approche expérimentale adaptée.

#### 1.1 Contexte

La demande croissante en énergie pousse les opérateurs gaziers à exploiter des réservoirs naturels de gaz de moins en moins perméables. Ces réserves de gaz dites non-conventionnelles, par opposition aux réserves dites conventionnelles qui sont faciles à exploiter, permettent de répondre à la demande croissante en énergie fossile [Multon, 2011].

On rappelle que le gaz naturel est généré à partir d'une roche appelée roche-mère riche en matière organique. Lors de l'enfouissement, sous l'effet de l'augmentation de la pression et de la température, la matière organique se transforme en kérogène, puis en pétrole et en gaz. Par différence de densité, les hydrocarbures formés dans la roche mère vont ensuite migrer depuis la roche mère vers la surface. Si, au cours de leur migration, les hydrocarbures rencontrent un piège (une roche poreuse et perméable -le réservoir- recouverte d'une couche imperméable - la couverture), ils pourront s'accumuler et se concentrer dans une structure réservoir. Ces structures « réservoir » constituent les structures géologiques recherchées et explorées par l'industrie pour être exploitées et constituent les cibles de l'exploration conventionnelle [Aagaard, 2010].

Les réservoirs non conventionnels diffèrent des réservoirs conventionnels soient par leur structure géologique soient par leurs propriétés. On distingue trois types de réserves de gaz non conventionnelles [Total, 2013] :

- le gaz de roche mère (*shale gas*). L'enjeu est alors d'extraire le gaz contenu dans la roche mère, dans laquelle s'est formé le gaz naturel. C'est une roche à grains fins (*mudstone*), argileuse et très peu perméable ;
- le gaz de houille (*Coalbed Bed Methane*) ; on extrait alors le gaz adsorbé sur le charbon par déplétion ;
- les réservoirs dits « *tight gas* », qui sont des réservoirs de gaz « classiques » : ce sont des structures géologiques (Figure 1-1 exemple d'une structure anticlinale), qui ont piégées le gaz issu d'une roche mère (comme un réservoir conventionnel) mais dont la roche réservoir est très peu perméable. Ces réservoirs sont constitués de roches sédimentaires de type grès ou carbonates comme les réservoirs conventionnels.

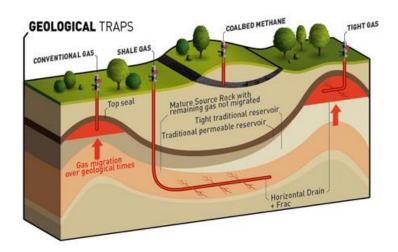


Figure 1-1. Appellations usuelles des types de gisement en fonction de la structure géologique dans laquelle ils se trouvent [Total, 2013]

La Figure 1-2 présente les différentes perméabilités des réservoirs conventionnels et nonconventionnels.

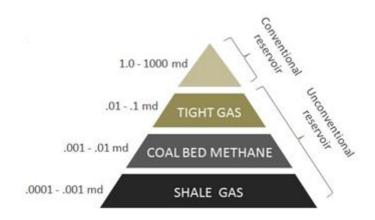


Figure 1-2. Le gaz tight comparé avec d'autre type de gaz non-conventionnel [Thingy, 2010]

Les réserves de gaz dites « tight gas » représentent une part importante des réserves mondiales de gaz (Figure 1-3). Par exemple aux États-Unis, la production issue des réservoirs tight représente 6 tcf (tcf = *trillion cubic feet*. 1 tcf = 28 Gm<sup>3</sup> = 28E+09 m<sup>3</sup>) par an soit 25% de la production annuelle.

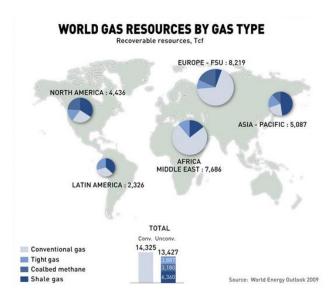


Figure 1-3. Ressources mondiales en gaz conventionnel et non conventionnel (en Tcf) [Total, 2013]

Lors d'un forage conventionnel, le puits est vertical et la longueur utile du forage est limitée par la hauteur de la couche réservoir. La forte perméabilité des réservoirs conventionnels permet d'avoir une zone en déplétion étendue autour du forage et donc de produire une grande quantité de gaz. Un réservoir tight est en fait un réservoir qui ne peut être exploité à des débits "économiques" que si l'on utilise des techniques spécifiques telles que le forage horizontal ou la fracturation hydraulique [Favreau, 2012]. Le but de ces techniques est d'augmenter la surface d'échange entre le puits et le réservoir peu perméable.

L'évaluation d'un réservoir « tight » en termes de réserves d'hydrocarbures, de capacité de production et de rentabilité économique nécessite une caractérisation précise des propriétés du réservoir et en particulier de ses propriétés pétro-physiques [Wang, 2003 ; Kalam, 2007]. Par exemple, une forte incertitude sur la porosité de la roche implique une forte incertitude sur les réserves de gaz en place ; de même, les incertitudes sur la perméabilité du réservoir peuvent avoir une grande influence sur l'estimation des ressources récupérables et la cinétique de récupération. Les incertitudes liées à la connaissance imparfaite du milieu géologique rendent parfois l'évaluation de la rentabilité du gisement très incertaine.

Pour diminuer ces incertitudes, il est, en particulier, nécessaire d'évaluer avec précision les propriétés pétro-physiques des réservoirs. Pour ce faire, on prélève lors des forages des puits d'exploration des échantillons de roche, appelés carottes, qui seront ensuite caractérisés au laboratoire de pétro-physique. Cependant, la caractérisation des propriétés des réservoirs « tight » s'avère plus délicate que celle des réservoirs conventionnels et il est nécessaire de mettre en œuvre des protocoles expérimentaux particuliers (par comparaison aux réservoirs conventionnels) pour déterminer les propriétés physiques de ces roches peu perméables.

Nous nous intéresserons dans ce travail de thèse à la caractérisation pétro-physique de carottes de grès tight provenant de deux réservoirs explorés et/ou exploités par GDF SUEZ.

Nous présentons dans la section suivante les caractéristiques générales des réservoirs de grès tight et leurs spécificités en termes de pétro-physique.

#### 1.2 Les réservoirs tight

#### 1.2.1 Généralités

Un gisement est formé d'une roche réservoir souterraine (généralement d'origine sédimentaire, des grès ou des carbonates). La roche réservoir est un matériau poreux et

perméable ; l'hydrocarbure est contenu dans les pores de la roche. La structure réservoir est limitée par des barrières imperméables (couches argileuses d'une structure anticlinale, failles, variations des faces sédimentaires par exemple), qui permettent de retenir les hydrocarbures au cours des temps géologiques (Figure 1-4).

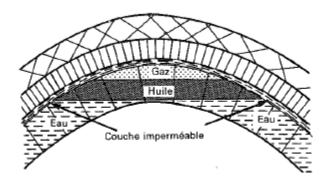


Figure 1-4: schéma d'un réservoir anticlinal [Cossé, 1988]

Pour qu'une roche puisse constituer un réservoir d'hydrocarbures, il faut :

- (1). que la roche soit suffisamment poreuse ; on rappelle que la capacité de stockage d'un réservoir est mesurée par la porosité, définie comme le volume des vides/volume de la roche.
- (2). que la roche soit perméable. La perméabilité absolue mesure la capacité qu'à la roche à laisser s'écouler le fluide ; elle est mesurée en Darcy (unité de perméabilité, 1 Darcy = 10<sup>-12</sup> m<sup>2</sup>) ; l'ordre de grandeur de la perméabilité est donnée par le carré de la taille des seuils de pores.
- (3). que le volume poreux soit occupé par une quantité suffisante d'hydrocarbures, mesurée par la saturation. Au cours des temps géologiques, la roche réservoir était initialement saturée en eau ; une partie de cette eau a été drainée lors de la mise en place de l'hydrocarbure (qui a migré depuis la roche mère, dans laquelle s'est formé l'hydrocarbure). La porosité d'un réservoir gazeux est saturée à la fois en eau et en gaz ; on définit les saturations en eau  $(S_w)$  et en gaz  $(S_g)$ . (On a  $S_w + S_g = 1$ ).

#### 1.2.2 Définition de la perméabilité absolue, perméabilité effective et perméabilité relative

On rappelle dans ce paragraphe les définitions d'une perméabilité absolue, d'une perméabilité effective et d'une perméabilité relative.

#### 1.2.2.1 Perméabilité absolue (Perméabilité intrinsèque *k*)

Considérons un échantillon poreux de longueur L et de section A, saturé d'un fluide de viscosité  $\mu$ .

En régime permanent (cf. paragraphe 2.4.1), on observe que le débit par unité de surface (encore appelé vitesse de filtration) est proportionnel à la chute de pression du fluide entre la face amont et la face aval de l'échantillon. On obtient la loi suivante :

$$\frac{Q}{A} = \frac{k(P_1 - P_2)}{\mu L}$$

(Eq. 1-1)

où Q est le débit du fluide, A est la surface d'écoulement, L est la longueur d'écoulement,  $P_I$  et  $P_2$  sont respectivement la pression du fluide au début et à la fin d'écoulement, ou encore sous forme continue :

$$\frac{Q}{A} = -\frac{k}{\mu} \nabla P$$

(Eq. 1-2)

où k est la perméabilité intrinsèque du matériau (en m²) et est indépendante du fluide considéré en première approximation.  $\nabla P$  est le gradient de diminution de la pression du fluide dans la direction d'écoulement.

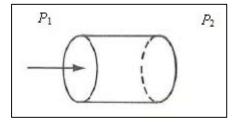


Figure 1-5. Perméabilité absolue [Cossé, 1988]

Pour un gaz parfait en écoulement permanent, seul le débit massique se conserve le long de la carotte. On obtient l'expression de la vitesse de filtration suivante :

$$\frac{Q}{A} = \frac{k}{\mu L} \cdot \frac{P_1^2 - P_2^2}{2P}$$
(Eq. 1-3)

où P est la pression moyenne du fluide,  $P = (P_1 + P_2) / 2$ .

#### 1.2.2.2 Perméabilité effective $K_{eff}$ et perméabilité relative $K_r$ ( $K_{rg}$ pour le gaz, $K_{rw}$ pour l'eau).

À l'interface entre deux fluides non miscibles tels que le couple eau/gaz ou eau/huile, les forces agissant sur les molécules ne sont pas les mêmes qu'au sein de chaque phase. Ce phénomène est mesuré par la tension superficielle. Ces effets de tension superficielle entre les fluides et la roche sont à l'origine des perméabilités relatives : il est plus difficile (en termes de gradient de pression) de faire s'écouler deux fluides non miscibles simultanément dans une roche qu'un seul fluide.

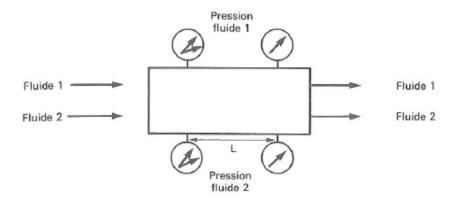


Figure 1-6. Perméabilité relatives - définition [Cossé, 1988]

Définissons maintenant les perméabilités relatives. Deux fluides non miscibles sont injectés en régime permanent avec des débits  $Q_1$  et  $Q_2$  (viscosités  $\mu_1$  et  $\mu_2$ ); on peut généraliser la loi de Darcy [Darcy, 1856] à chacune des phases, connaissant les gradients de pression dans chacune des phases. On mesure alors des perméabilités dite « effectives» par phase  $K_{eff1}$  et  $K_{eff2}$ , qui dépendent de l'état de saturation de l'échantillon.

$$\frac{Q_1}{A} = -\frac{K_{eff1}}{\mu_1} \nabla P_1$$
 (Eq. 1-4) 
$$\frac{Q_2}{A} = -\frac{K_{eff2}}{\mu_2} \nabla P_2$$
 (Eq. 1-5)

On définit les perméabilités relatives  $K_{r1} = K_{eff1}/k$  et  $K_{r2} = K_{eff2}/k$ , qui dépendent uniquement de la saturation en première approximation. Lorsque l'on modifie les débits  $Q_1$  et  $Q_2$ , la saturation moyenne dans l'échantillon varie ainsi que les perméabilités relatives. Les perméabilités relatives sont comprises entre 0 et 1.

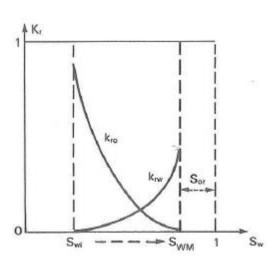


Figure 1-7. Couple de courbes de perméabilités relatives eau-huile [Cossé, 1988]

Pour l'écoulement eau-huile (Figure 1-7), l'eau est mobile à partir d'un seuil de saturation appelé saturation irréductible (notée  $S_{wi}$ ). La perméabilité relative à l'eau est une fonction

croissante de la saturation, jusqu'à une saturation maximale en eau  $(S_{wm})$ . En deçà de cet intervalle, les deux fluides ne peuvent pas s'écouler simultanément. La saturation en gaz résiduelle pour le couple eau-gaz (huile résiduelle pour le couple huile-gaz) est  $S_{gr} = 1 - S_{wm}$  (Pour huile-eau:  $S_{or} = 1 - S_{wm}$ ). Les courbes de perméabilité relatives dépendent de la structure du réseau poreux et des propriétés des fluides mis en jeu. En particulier, les courbes de perméabilités relatives des réservoirs tight sont différentes des perméabilités relatives des réservoirs conventionnels.

#### 1.2.3 Mouillabilité et pression capillaire

Considérons le couple eau-gaz et une surface solide (la roche), le fluide qui a tendance à s'étaler sur la surface solide est appelé le fluide mouillant. Pour le couple eau-gaz, l'eau est toujours le fluide mouillant. L'angle de raccordement noté  $\theta$  entre la phase eau et le solide est appelé angle de mouillabilité.

Lorsque l'on plonge un tube capillaire de rayon r dans un récipient d'eau, l'eau monte spontanément dans le tube. Les fluides air et eau sont à des pressions différentes de chaque côté de l'interface (Figure 1-8). La différence de pression entre la phase gaz et la phase eau de chaque côté de l'interface est équilibrée par les effets de tension inter-faciale.

La différence de pression entre le fluide non mouillant (ici l'air) et le fluide mouillant (ici l'eau) définit la pression capillaire  $(p_{cap})$ .

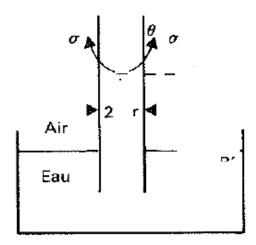


Figure 1-8. Tube capillaire [Cossé, 1988]

De même, si l'on considère une roche poreuse (qui par analogie peut être vue comme un assemblage de tubes capillaires), les pressions entre chacune des phases eau/gaz dans la roche

ne sont pas égales ; leur différence  $P_{gaz}$  -  $P_{eau}$  définit la pression capillaire. Dans les réservoirs conventionnels, la pression capillaire est déterminée par des expériences de laboratoire (*porous plate* ou centrifugation) ou estimée à partir de la porosimétrie mercure [Purcell, 1949]. La pression capillaire est fonction de l'état de saturation.

Les grandeurs pétro-physiques définies ci-dessous permettent d'évaluer le volume d'hydrocarbures en place dans le réservoir (connaissant la pression à une cote donnée, la cote du contact eau-hydrocarbure et la géométrie du réservoir) et également de modéliser la production du réservoir.

#### 1.2.4 Qu'est-ce qu'un réservoir gréseux tight ?

Le grès est une roche détritique, issue de l'agrégation et de la cimentation de grains de sable. Ces grains sont essentiellement des grains de quartz (de feldspath et de micas noirs).

Le grès se compose principalement des débris comme quartz, feldspath, lithique et des accessoires inter-débris comme muscovite, calcite, fer etc. [Fichter, 2000; Boggs, 2000], (Tableau 1-1).

Tableau 1 - 1. Composition minéralogique du grès [Boggs, 2006]

	Débris	Quartz, feldspath, muscovite, lithique et bioclastique	
Inter-débris		Matrice mixée d'argile et des clastiques fines, ciments de silice, du	
		calcium et du fer etc.	
Pore l'espace rempli par des substances gazeuses, de l'eau et des pétr		l'espace rempli par des substances gazeuses, de l'eau et des pétroles etc.	

Les réservoirs gréseux dits « conventionnels » ont une porosité de l'ordre de 10 à 20% et une perméabilité de l'ordre de 10 à 100 mD (1 mD = 10E-15 m<sup>2</sup>).

Les réservoirs gréseux dits tight ont une porosité plus faible (de l'ordre de 5 à 10%). Ces grès se caractérisent en particulier par une microstructure beaucoup plus compacte que les grès classiques comme l'illustre la figure 1-9. Leur porosité (en bleu sur les lames minces) est plus faible que celle d'un grès conventionnels et les grains semblent nettement plus cimentés.

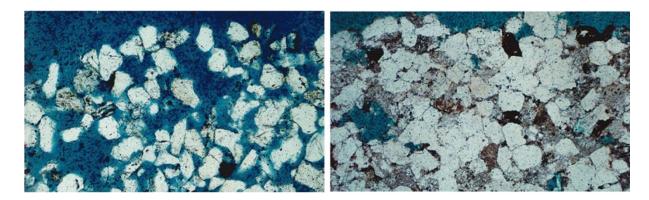


Figure 1-9. Lames minces réalisées sur un grès conventionnel (à gauche) et sur un « grès tight » (à droite). Les échantillons ont été imprégnés de résine époxy (en bleu) permettant de visualiser les pores [Naik, 2008]

Le terme de « grès tight » désigne donc une roche, très comparable à un grès classique, mais dont la perméabilité in-situ est inférieure à 0,1 mD [Spencer, 1989]. Ces perméabilités peuvent atteindre in-situ 0,001 mD (mesurée en laboratoire, la perméabilité en fond de puit est généralement plus faible qu'en laboratoire). La récupération et la mise en production de ces réservoirs de gaz s'avèrent plus difficiles techniquement et économiquement comparés aux réservoirs « conventionnels » en raison de la faible perméabilité de la roche réservoir. Ces réservoirs sont en général produits par des puits horizontaux et/ou des puits fracturés, afin d'améliorer la surface d'échange entre le puits et le réservoir.

Le tableau 1-2 compare les caractéristiques pétro-physiques des réservoirs gréseux tight et conventionnels.

Porosité et perméabilité absolue sont très différentes entre réservoirs gréseux tight et conventionnels.

Tableau 1-2. Comparaison réservoirs gréseux tight et conventionnels

	Réservoirs gréseux tight	Réservoirs conventionnels
porosité	5 - 10%	10 - 20%
perméabilité	0,01 – 10 mD	100 mD
perméabilité sous contraintes	0,001 – 1 mD	100 mD
Saturation en eau immobile	40% - 50%	10%
Saturation en gaz résiduel	40% - 50%	5 - 15%
Taille de seuil des pores	Micro à nano pores	Seuil de pores de l'ordre du micromètre

La saturation en eau immobile (Tableau 1-2) mesure la saturation en eau minimale pour laquelle la phase eau est mobile; elle est beaucoup plus élevée pour les grès tight. La saturation

en gaz résiduelle mesure la saturation en gaz minimale pour laquelle la phase gaz est mobile ; elle est de l'ordre de 40 à 50% pour les grès tight [Shanley, 2004].

#### 1.2.5 Pourquoi le réservoir est-il « tight »?

D'une manière générale, les propriétés des réservoirs gréseux dépendent de la nature des environnements des dépôts (éoliens, fluviaux, marins, etc.) à l'origine du réservoir et également de l'influence de différents facteurs au moment du dépôt tel que la granulométrie des sables, l'argilosité, etc [Jacques Beauchamp, 2011].

La compaction mécanique est le résultat de l'augmentation des contraintes verticales effectives pendant l'enfouissement des sédiments (amenant l'ensemble des grains à se réorganiser) [Aagaard, 2010]. La compaction mécanique prend place jusqu'à une profondeur d'environ 2 Km. Ce phénomène de compaction mécanique ne peut pas expliquer les faibles valeurs de porosité rencontrées dans les réservoirs.

Certains mécanismes diagénétiques (ensemble des processus physico-chimiques et biochimiques par lesquels les sédiments sont transformés en roches sédimentaires) modifient la structure poreuse du dépôt sédimentaire au cours des temps géologiques. On invoque généralement deux types de mécanismes pour expliquer la faible perméabilité des grès tight, par rapport à des grès conventionnels :

- (1). La pression solution, qui est un mécanisme de dissolution du quartz au niveau des contacts entre les grains de quartz, c'est à dire là où les contraintes de compression (d'origine lithostatique, œdométrique et tectonique) sont les plus importantes. Ce mécanisme de pression solution est très dépendant de la température et est activé généralement à des profondeurs de 2 à 3 Km. Ce mécanisme contribue à une diminution et à un réarrangement du squelette poreux ; il dépend également de l'état de « surface » des grains de quartz (*coating*) et peut être inhibé par certains dépôts argileux à la surface des grains.
- (2). Les mécanismes diagénétiques liés à la formation d'argiles [Brown, 1981; Neasham, 1977]. Les minéraux argileux d'origine diagénétiques résultent en partie de la dégradation des feldspaths et de leur conversion en kaolinite (en présence d'eau acide), puis en illite sous l'effet d'augmentation de la température (voir par exemple les grès éoliens de type Rotliegend [Russel, 1982]).

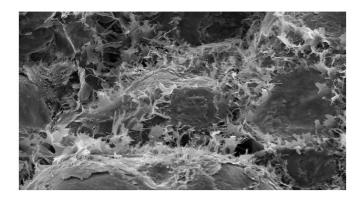


Figure 1-10. Image SEM d'un grès éolien, le réseau poreux est encombré par des fibres d'illites.

Ces mécanismes diagénétiques dépendent de la température et sont donc activés à partir d'une certaine profondeur d'enfouissement.

#### 1.2.6 Caractéristiques pétro-physiques des grès tight

La détermination des données pétro-physiques reste plus délicate pour les grès peu perméables que pour les grès conventionnels. Pour évaluer les performances possibles en termes de production d'un réservoir, il est nécessaire de déterminer ces propriétés pétro-physiques en conditions réservoir (c'est à dire pour des conditions de chargement et de pression fluide proches du réservoir) à partir d'échantillons de roches prélevés lors des forages d'exploration (carottes).

Les volumes mis en jeu (pour la mesure de porosité par exemple) sont faibles. Les roches étant très peu perméables, les temps de mise à l'équilibre de la pression en monophasique et également des saturations dans le cas de mesures polyphasiques (par exemple dans le cas d'une mesure de pression capillaire (*porous plate*)) sont très longs. D'autre part, lors d'un balayage au gaz d'une carotte initialement saturée en eau, les effets de pression capillaire sont très importants (la saturation n'est pas homogène dans la carotte).

Toutes ces difficultés ainsi que la nécessité de travailler sous contraintes rendent l'acquisition de données de laboratoire difficiles par rapport au cas conventionnel, surtout en ce qui concerne les perméabilités relatives et les pressions capillaires.

#### 1.2.6.1 Perméabilité absolue et sensibilité au confinement

La perméabilité absolue est très sensible au confinement : la perméabilité mesurée avec ou sans chargement peut différer de plus d'un ordre de grandeur pour les grès tight. Ce comportement est interprété comme la fermeture de microfissures sous chargement. Pour des grès perméables, la sensibilité au confinement est moindre.

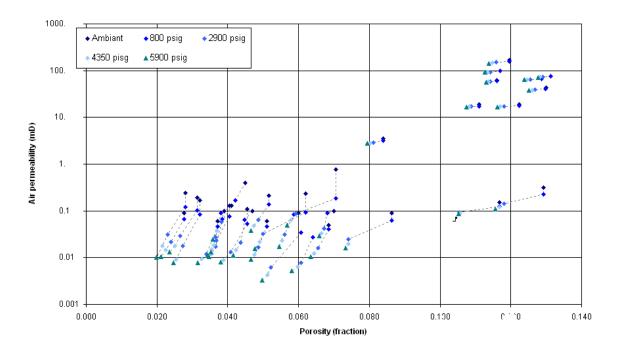


Figure 1-11. Perméabilité sous contrainte (à l'air) pour différentes pressions de confinement exprimées en psi en fonction de la porosité de différents échantillons de grès (Source GDF SUEZ)

La Figure 1-11 montre la perméabilité sous contrainte (à l'air) pour différentes pressions de confinement exprimées en psi (1 psig = 0,068 bar = 6,8E+03 Pa) en fonction de la porosité du grès étudié. Les échantillons de grès, ayant une perméabilité inférieure au mD (en condition ambiante), ont une perméabilité sensible au chargement par rapport à des grès plus perméables. La perméabilité absolue des grès ayant une perméabilité supérieure au mD varie peu avec le confinement. Ces observations sont classiques pour les champs gréseux et sont à mettre en relation avec la microstructure des grès tight. On observe que la connectivité du réseau poreux est assurée généralement avec des microfissures ou des pores très aplatis, qui sont très sensibles au confinement (Figure 1-12).

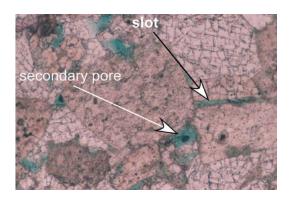


Figure 1-12. Lame mince grès tight [Shanley, 2004]

#### 1.2.6.2 Perméabilités relatives et pression capillaire

Les données de perméabilité relatives et de pression capillaire obtenues au laboratoire sont généralement acquises sans confinement. Ces mesures sont d'autant plus délicates à réaliser au laboratoire que le réservoir est faiblement perméable ; elles ne sont pas proposées par les laboratoires industriels.

Les réservoirs peu perméables montrent un comportement spécifique (Figure 1-13) en termes de perméabilité relative et de pression capillaire.

Les courbes de perméabilité relative des grès non conventionnels comparées à celles des réservoirs conventionnels amènent les remarques suivantes :

- (1). On observe des plages de saturation, où 1'eau et le gaz ont une mobilité extrêmement faibles. Ce phénomène est appelé « permeability jail » dans la littérature pétrolière [Chowdiah, 1986; Ward, 1987; Rushing, 2008; Jeannin, 2011].
- (2). La courbe de perméabilité relative au gaz chute brutalement ; les perméabilités relatives au gaz chutent rapidement vers 30/40% de saturation en gaz et la saturation résiduelle au gaz est de l'ordre de 50/60%. Des changements faibles en saturation impliquent une brusque variation de mobilité (d'où une forte incertitude sur le comportement du réservoir lorsque l'on est à une saturation proche de ces seuils)
- (3). L'eau n'est mobile qu'à partir d'une saturation en eau relativement élevée (de l'ordre de 40/50%).
- (4). Les régions où la saturation en eau est de 40-50% ne peuvent être produites : le gaz est présent dans la roche, mais sa mobilité n'est pas suffisante pour qu'il soit extrait.

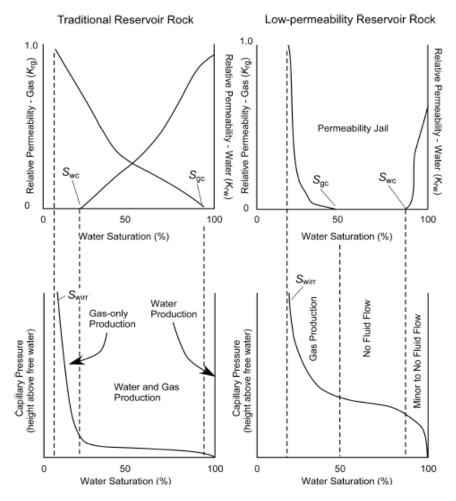


Figure 1-13. Comparaison des perméabilités relative et pression capillaire des réservoirs conventionnels et des réservoirs peu perméables [Shanley, 2004]

La pression capillaire est beaucoup plus élevée (à une saturation donnée) dans les réservoirs tight, car les seuils de pores ont des tailles beaucoup plus faibles que dans les réservoirs conventionnels. Les seuils donnés par exemple par la porosimétrie mercure sont très faibles et peuvent être interprétés comme liés à la présence de joints de grains ou des microfissures. Ce type de configuration de réseaux de pores implique une forte sensibilité des propriétés pétrophysiques à l'état de chargement mécanique du réservoir. Si on détermine des perméabilités absolues, des perméabilités relatives ainsi que des pressions capillaires sous chargement, on peut s'attendre à une dépendance de ces grandeurs physiques en fonction du chargement.

#### 1.2.6.3 Mesures in-situ

Comme les mesures au laboratoire, les mesures in situ (diagraphies) réalisées sur les parois du puits sont également délicates pour les réservoirs tight. En particulier, les volumes poreux et de fluide détectés sont plus faibles que pour les cas conventionnels et les incertitudes relatives sur la porosité et les saturations beaucoup plus grandes.

## 1.3 Application à l'étude des réservoirs et intérêt de la détermination des caractéristiques pétro-physiques en laboratoire

Les mesures de laboratoire permettent de mieux caractériser le réservoir. On rappelle dans ce paragraphe quel est l'intérêt industriel de caractériser avec suffisamment de précision les grandeurs pétro-physiques : perméabilité absolue (au gaz), perméabilités relatives et pression capillaire.

#### 1.3.1 Équilibre d'un gisement tight

Considérons un gisement de gaz. À une cote inférieure à la base de la zone d'accumulation du gaz, la saturation en eau est de 100%: c'est la zone aquifère (on ne considère pas la zone de migration, qui peut être une faille par exemple). La séparation entre l'aquifère et la zone à gaz (où la saturation en eau est faible et égale à  $S_{wi}$ , la saturation en eau irréductible) se fait par une zone de transition dont la hauteur est fonction de la courbe de pression capillaire de drainage caractérisant la roche. Plus on s'élève à partir de la base de la zone d'accumulation, plus la différence (pression gaz - pression eau) est élevée et permet au gaz de pénétrer dans des pores ayant un rayon d'accès de plus en plus petit ; la saturation en gaz augmente.

Le gradient de pression dans la phase eau  $(\nabla P_w)$  et la phase gaz  $(\nabla P_g)$  est donné par le poids de la colonne d'eau et de gaz  $(\nabla P_w = \rho_w g; \nabla P_g = \rho_g g)$ . La connaissance d'une donnée de pression à une cote donnée (par exemple à la base de la zone de transition) permet d'estimer les pressions. La différence de pression entre la phase gaz et la phase eau est donnée en tout point par la pression capillaire ; on en déduit les saturations dans le réservoir (Figure 1-14).

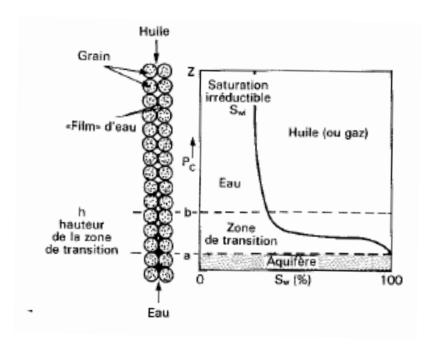


Figure 1-14. Équilibre d'un gisement vierge [Cossé, 1988]

Pour des réservoirs perméables, la zone de transition est de l'ordre de quelques mètres. Par contre, pour des grès tight, la zone de transition peut être de l'ordre de 100 m ou supérieure à 100 m [Rushing, 2008] (Figure 1-16) suivant les caractéristiques de la roche. La figure 1-15 montre les courbes de pression capillaire air/mercure mesurées pour différents échantillons tight. Cette donnée permet d'estimer à partir des mesures de laboratoire la hauteur de la zone de transition et donc la répartition des fluides dans le gisement (connaissant la pression à la base de la zone de transition).

L'acquisition de la courbe de pression capillaire est d'autant plus intéressante que l'interprétation des diagraphies (mesures in situ dans le puit) est plus délicate pour les réservoirs tight que pour les réservoirs conventionnels.

En conclusion, la zone de transition est très importante dans les réservoirs peu perméables et la donnée de la pression capillaire permet de préciser la répartition des fluides dans le réservoir.

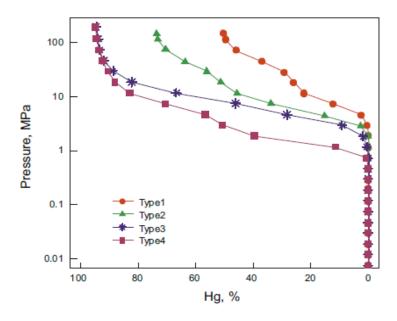


Figure 1-15. Courbe typique de la pression capillaire en fonction de la saturation de Hg pour différents types de grès tight (0,024 mD pour Type 1 ; 0,048 mD pour Type 2 ; 0,07 mD pour Type 3 ; 0,108 mD pour Type 4) [Ye, 2011]

#### 1.3.2 Mobilité du gaz en place

La question est alors de savoir si le gaz dans cette zone de transition peut être produit. Pour estimer la quantité de gaz que l'on est susceptible de produire, il est nécessaire d'estimer la saturation en gaz résiduelle  $S_{gr}$ , qui correspond à la saturation minimale en gaz en deçà de laquelle il n'y a pas d'écoulement. En pratique, on peut considérer que l'on néglige les zones de très faible perméabilité relative (par exemple inférieure à 5% de la perméabilité absolue) pour déterminer  $S_{gr}$  et estimer le volume de gaz en place.

Pour simplifier, considérons une perméabilité relative constante et égale à l'unité pour des saturations en gaz supérieures à  $S_{gr}$ . Une erreur de 0,1 unité sur le  $S_{gr}$  (de  $S_{gr}$  = 0,5 à  $S_{gr}$  = 0,4) peut impliquer une grande incertitude sur le volume en place. En effet, le passage d'un  $S_{gr}$  de 0,4 à 0,5 correspond typiquement à une différence de pression capillaire de l'ordre du bar à la dizaine de bars (Bars : unité de pression, 1 bar = 0,1 MPa) pour un réservoir tight. Par exemple, une différence de pression capillaire de 2 bars correspond à une hauteur dans le réservoir de l'ordre de 25 m (en considérant les densités suivantes : gaz égale 210 kg/m³, eau égale 1000 kg/m³). Les incertitudes sur le  $S_{gr}$  impliquent une incertitude sur la hauteur de la colonne productible qui est de l'ordre de grandeur d'une colonne de gaz pour un réservoir tight. Ce

calcul montre l'intérêt de déterminer correctement les caractéristiques des écoulements à partir de tests en laboratoire.

Il faut noter cependant que certains réservoirs très peu perméables [Coskuner, 2006] ont une saturation initiale inférieure à ce qui serait attendu en considérant l'équilibre capillaire. Ces conditions de « sous-saturation » en eau permettent d'avoir une perméabilité au gaz plus importante et de rendre économique l'exploitation de ces réservoirs. Ces conditions particulières sont attribuées à différents facteurs tels que l'évolution du réseau poreux sous chargement, la diagénèse, l'adsorption ou l'évaporation.

#### 1.3.3 Influence de la forme de la courbe de perméabilité relative

Si l'on connaît la répartition des fluides dans le gisement (donnée par la courbe de pression capillaire et la connaissance d'une mesure de pression à une cote donnée – cas d'un réservoir « normalement » saturé) et les données pétro-physiques en conditions de réservoir (perméabilité absolue et perméabilités relatives en conditions de fond), on peut modéliser numériquement la production d'un puits tight à partir d'un simulateur réservoir. On utilise alors un logiciel de simulation de réservoir, qui modélise les écoulements diphasiques (eau-gaz) en utilisant la loi de Darcy généralisée et en tenant compte de l'équation d'état de chacun des fluides (eau, gaz).

Le modèle de réservoir synthétique (Figure 1-16) montre quelle peut être l'influence des incertitudes sur la perméabilité absolue et les perméabilités relatives sur les courbes de production. La forme de la courbe de perméabilité relative va influencer la cinétique de récupération.

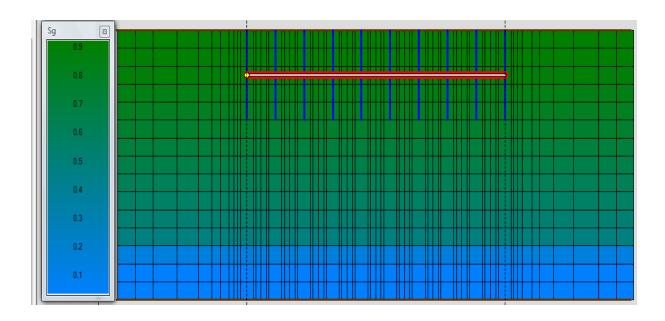


Figure 1-16. Distribution initiale de la saturation en gaz dans le réservoir (l'axe du puit horizontal est représenté en rouge et les fractures hydrauliques en bleu). La zone de transition est supérieure à 100 m (dimension verticale des mailles 10 m)

Le réservoir est représenté par une boîte carrée de 2000 m de côté, de 150 m d'épaisseur. Le toit du réservoir est situé à une profondeur de 2000 m. Le contact eau-gaz est situé à 2140 m de profondeur, et la pression est supposée hydrostatique (200 bars à 2000 m). La figure 1-16 montre la répartition verticale des saturations dans le gisement, en utilisant la courbe de pression capillaire donnée ci-dessous (Figure 1-17).

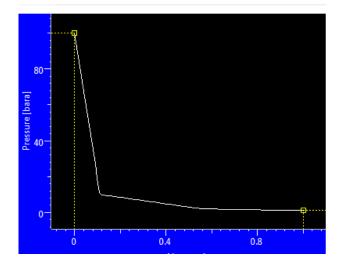


Figure 1-17. Pression capillaire en bars en fonction de  $S_w$ 

Un puits horizontal traversant un réservoir multi-fracturé de 1000 m de long est foré dans la partie supérieure du réservoir. L'espacement entre les fractures verticales est de 100 m, la hauteur des fractures est de 50 m suivant la direction verticale et une demi-longueur de 100 m suivant la direction horizontale et leur conductivité est supposée infinie. Un tel design de puit permet d'augmenter la productivité du puit en accroissant la surface d'échange entre le puit et le réservoir.

On considère deux valeurs de perméabilité absolue (0,01 mD et 0,05 mD) et on teste également l'influence des perméabilités relatives en utilisant deux familles de courbe de perméabilité relative au gaz (Figure 1-18). La perméabilité au gaz s'annule pour  $S_w = 0,5$  ( $S_{gr}$ , la saturation résiduelle au gaz est de 0,5) ou pour  $S_w = 0,7$  ( $S_{gr} = 0,3$ ).

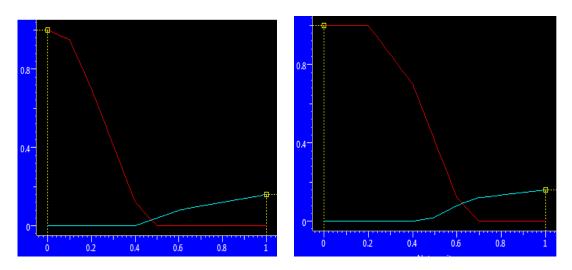


Figure 1-18.  $K_{rg}$  en fonction de  $S_w$  (courbes rouges) –  $K_{rw}$  fonction de  $S_w$  (courbes bleues) Deux cas sont envisagés :  $K_{rg}$  s'annule pour une  $S_w = 0.5$  ( $S_{gr} = 0.5$ ) ou pour  $S_w = 0.7$  ( $S_{gr} = 0.3$ )

Selon la simulation numérique (réalisée par GDF-SUEZ), ce puit est exploité à un débit constant de 4 MMscf/day (soit environ 114 000 m³/jour), tant que la pression en fond de puit est supérieure à 30 bars ; le puit produit ensuite à pression constante.

Les courbes de débit en surface (Figure 1-19) et de pression en fond de puit (Figure 1-20) sont représentées en fonction du temps (sur 20 ans) et montrent l'influence de la perméabilité absolue et des courbes de perméabilité relative.

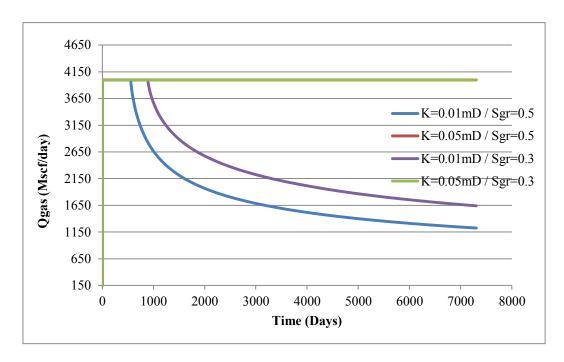


Figure 1-19. Débit du gaz en fonction du temps

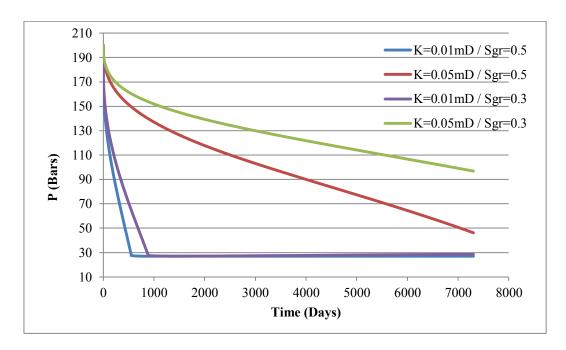


Figure 1-20. Évolution de la pression en fond de puit

Pour une perméabilité absolue de 0,05 mD, on peut maintenir le puits à un débit imposé de 4 MMscf/d. Par contre, la pression du puit dans le réservoir est différente pour les différentes perméabilités relatives. La pression baisse plus rapidement au voisinage du puit pour le cas  $S_{gr} = 0,5$  que pour le cas  $S_{gr} = 0,3$ .

Pour la perméabilité absolue de 0,01 mD, le plateau de production est plus court pour  $S_{gr} = 0,5$  que pour  $S_{gr} = 0,3$ .

Si l'on considère la production de gaz cumulée sur vingt ans, on observe une différence relative de 25% entre le  $K = 0.01 \text{ mD} / S_{gr} = 0.5$  et le  $K = 0.01 \text{ mD} / S_{gr} = 0.3$ .

Cette modélisation montre quelle peut être la sensibilité d'un réservoir tight à la détermination de ses caractéristiques pétro-physiques. Les différences en termes de production montrent que les incertitudes sur les données pétro-physiques vont générer une grande incertitude lors de la phase d'évaluation économique du réservoir. Les mesures pétro-physiques en conditions de réservoir permettent d'évaluer avec plus de précision le potentiel des réservoirs faiblement perméables.

# Chapitre 2. Méthodes expérimentales

Dans ce chapitre, les méthodes expérimentales principales et les matériels employés pour caractériser les échantillons de grès tight sont présentés.

## 2.1 Conditionnement des échantillons, mesure de porosité et de saturation

#### 2.1.1 Définition de l'état initial

Les échantillons (Figure 2-1) proviennent d'un forage réalisé en Allemagne. Les profondeurs auxquelles les échantillons ont été collectés sont reportées dans le tableau 2-1. L'état des échantillons (saturation) tels qu'ils ont été reçus est désigné par la suite comme étant l'état initial. Les dimensions des échantillons ont été relevées au pied à coulisse et reportées dans le Tableau 5-1. Ces dimensions permettent le calcul du volume total de l'échantillon ( $V_{total}$ ). Leur masse initiale ( $m_{ini}$ ) est également notée.

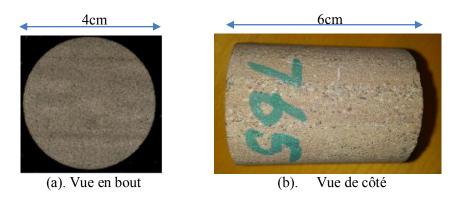


Figure 2-1. Échantillon de grès tight n° 765

Tableau 2-1. Profondeurs de forage approximatives

Numéro d'échantillon	Profondeur de forage		
	(m)		
505	4600		
225	4600		
2425	4710		
2925	4720		
765	4605		
1655	4635		
2775	4720		
1495	4680		
1335	4680		
585	4605		
55	4550		
2015	4700		
185	4555		
1073	4670		

#### 2.1.2 Définition de la saturation

La saturation en eau  $S_w$  est définie comme étant le rapport entre le volume d'eau contenu dans l'échantillon et le volume d'eau maximum que peut contenir l'échantillon, c'est-à-dire son volume de pore.

$$S_{w} = \frac{V_{w}}{V_{pore}}$$
(Eq. 2-1)

où  $V_w$  est le volume d'eau contenu dans l'échantillon ;

 $V_{pore}$  est le volume total des pores dans l'échantillon.

Expérimentalement, ces volumes seront calculés au moyen des masses d'eau qu'ils représentent :

$$S_{w} = \frac{\rho_{w}V_{w}}{\rho_{w}V_{pore}} = \frac{m_{w}}{m_{pore}}$$
(Eq. 2-2)

où  $m_w$  est la masse d'eau présente dans l'échantillon ;

 $m_{pore}$  est la masse d'eau maximale dans les pores de l'échantillon.

#### 2.1.3 Mesure de la porosité

La mesure de la masse d'eau  $m_{pore}$  nécessite de placer l'échantillon dans deux états de référence : complètement saturé en eau et complètement sec.

Pour obtenir la saturation complète des échantillons, ceux-ci sont placés dans un récipient contenant de l'eau déminéralisée dans une cloche à vide, comme l'illustre la figure 2-2. Les échantillons sont ensuite régulièrement pesés avec une précision de 0,01g (balance Denver Instrument modèle Mxx-412, capacité max : 410 g, précision : 0,01 g). Lorsque deux pesées successives espacées d'une semaine ne présentent pas un écart supérieur à 0,01g, l'échantillon est considéré stabilisé et la masse saturée est notée :  $m_{sat}$ .



Figure 2-2. Cloche et pompe à vide utilisés pour la saturation des échantillons

De la même manière, l'état de référence sec est obtenu en plaçant les échantillons dans une étuve régulée à  $60^{\circ}$ C et les échantillons sont régulièrement pesés. Le critère de détermination de la stabilisation de la masse est le même que celui utilisé pour l'état saturé. La masse sèche est alors obtenue :  $m_{sec}$ .

La masse d'eau que peuvent contenir les pores est alors calculée :

$$m_{pore} = m_{sat} - m_{sec}$$

(Eq. 2-3)

et le volume de pore correspondant également :

$$V_{pore} = \frac{m_{pore}}{\rho_w}$$

(Eq. 2-4)

La porosité accessible à l'eau correspond au rapport entre le volume de pore accessible à l'eau et le volume total de l'échantillon. La porosité des échantillons peut alors être déterminée :

$$\emptyset = \frac{V_{pore}}{V_{total}}$$
(Eq. 2-5)

Le volume total ( $V_{total}$ ) étant calculé à partir des données dimensionnelles relevées précédemment (cf. paragraphe 2.1.1).

#### 2.1.4 Détermination de la saturation

Afin de déterminer la saturation en eau du matériau dans un état de saturation quelconque, il est nécessaire de connaître la masse  $m_w$  (ou le volume  $V_w$ ) d'eau contenu dans sa porosité. Ils sont déterminés grâce à la pesée de l'échantillon dans cet état de saturation  $m(S_w)$ :

$$m_w = m(S_w) - m_{sec}$$
 (Eq. 2-6)

$$S_{w} = \frac{m(S_{w}) - m_{sec}}{m_{sat} - m_{sec}}$$
(Eq. 2-7)

#### 2.1.5 Conditionnement des échantillons (isothermes de désorption)

Pour obtenir expérimentalement la perméabilité relative du matériau il faut faire varier sa saturation en eau. Afin d'obtenir des états de saturation différents et homogènes, les échantillons sont conditionnés dans des atmosphères dont l'humidité relative (HR) est contrôlée au moyen de solutions salines sursaturées [Rockland, 1960 ; Greenspan, 1977]. Ce protocole a été largement employé dans le laboratoire dans de précédentes études [Chen, 2012 ; Liu, 2011]. L'emploi de diverses solutions salines permet de fixer des HR allant de 11 à 98%. Les échantillons sont ainsi placés sous cloches au-dessus d'une solution sursaturée en sel à 20°C (Figure 2-3). Les échantillons sont régulièrement pesés (balance précise à 0.01g). La stabilisation de la masse (critère de stabilisation identique à la détermination de la masse saturée) permet d'obtenir  $m(S_W)$  (de l'ordre de 60 jours). Les sels utilisés et les humidités relatives qu'ils permettent de fixer sont reportés dans le tableau 2-2.



Figure 2-3. Conservation des échantillons sous humidité relative contrôlée (isothermes de désorption) afin d'obtenir des niveaux de saturation liquide homogènes

Tableau 2-2. Sels employés pour la conservation des échantillons sous HR contrôlée

Sel	Formule	Humidité relative (%)
Chlorure de lithium	LiCl	11
Carbonate de potassium	$K_2CO_3$	43
Bromure de sodium	NaBr	59
Iodure de potassium	KI	70
Chlorure de sodium	NaCl	75
Chlorure de potassium	KCI	85
Nitrate de potassium	KNO <sub>3</sub>	92
Sulfate de potassium	$K_2SO_4$	98

Cette méthode ne permet d'obtenir que des saturations inférieures ou égales à 62% environ. En effet, la relative grande taille des pores de ces grès entraîne une désaturation importante même pour de fortes HR. Afin de tester ces matériaux pour des saturations plus importantes, un protocole spécifique a été mis en place [Jeannin, 2011]. Le protocole consiste à sécher superficiellement un échantillon saturé jusqu'à obtenir la masse correspondant à l'état de saturation voulu. La saturation ainsi obtenue est très hétérogène ( $S_w \approx 1$  à cœur et  $S_w \approx 0$  en surface). Les échantillons sont donc emballés dans un plastique étanche (scellé) et conservés durant un temps suffisamment long pour que la saturation de l'échantillon s'homogénéise.

# 2.2 Porosimétrie au mercure – porosité au mercure et détermination de la distribution des tailles de pores

Les mesures de porosité par intrusion de mercure ont été réalisées à l'Ecole des Mines de Douai. L'appareil utilisé est un AutoPore IV 9500 (MICROMERITICS) permettant de mesurer des diamètres d'accès aux pores allant de 0,003 à 1000  $\mu m$ , pour des pressions d'intrusion comprises entre 0 et 200 MPa.

La taille de la cellule de mesure ne permet de tester que des échantillons dont le volume est de l'ordre de 1 à 2 cm³ (Figure 2-4). Étant donnée la faible porosité des grès tight, le volume total de mercure injecté dans certains échantillons est très faible et ceci a pu nuire à la qualité de la mesure sur les échantillons les plus compacts.



Figure 2-4. Échantillons de grès tight pour Porosimétrie par Intrusion de Mercure (PIM) (échantillons de 1 à 2 cm de côté).

L'interprétation des mesures de PIM (Porosimétrie par Intrusion Mercure) repose sur une vision idéalisée du réseau poreux. Celui-ci est vu comme un assemblage de pores cylindriques de différents diamètres. L'équation de Laplace (dite aussi équation de Washburn) relie la pression  $p_{cap}$  de mercure au rayon de pore r qu'il parvient à remplir :

$$p_{cap} = \frac{2.\gamma \cdot \cos \theta}{r}$$
(Eq. 2-8)

où  $\gamma = 0,485$  N/m est la tension superficielle du mercure dans le vide, et  $\theta = 130^{\circ}$  est l'angle de contact et r le rayon de pore. La distribution des tailles de pores est alors déduite du volume de mercure injecté à une pression donnée.

## 2.3 Microscopie optique + MEB + EDS

Les échantillons observés (Figure 2-5) ont été préalablement imprégnés au moyen d'une résine époxy à très faible viscosité (Epofix, Struers<sup>TM</sup>), soumis à un polissage poussé (Struers LaboPol-5), puis métallisés à l'or (EMSCOPE SC500TM par Elexience<sup>TM</sup>).

Des observations qualitatives ont été réalisées au moyen d'un microscope optique (KEYENCE VHX-S50 : grossissement utilisés : x20 à x200). Ces observations ont principalement permis d'apprécier les tailles de grains, leur angularité, la qualité des interfaces (Figure 2-6(a)) et de mettre en évidence la présence de défauts macroscopiques (veines contenant des argiles par exemple). Les observations plus fines ont été réalisées au moyen d'un MEB (Hitachi TM S3600) équipé d'une sonde EDS (Energy Dispersive Spectrometry) (Figure 2-6(b)).  $\Delta P(t) = \Delta P e^{-ct}$ 



Figure 2-5. Échantillons imprégnés et polis pour analyse MEB + EDS (échantillons de diamètre 38mm).

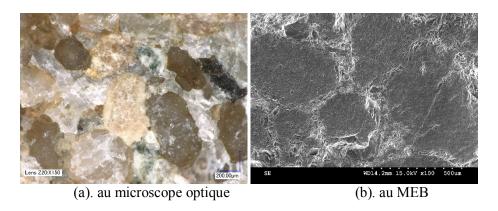


Figure 2-6. Observations sur l'échantillon n°2015

## 2.4 Mesure des perméabilités apparentes, effectives et relatives

## 2.4.1 Mesure de la perméabilité apparente

### 2.4.1.1 Mesure en régime permanent

La méthode utilisée au laboratoire pour la mesure de la perméabilité apparente  $K_a$  (par rapport à la perméabilité intrinsèque, non corrigée de l'effet Klinkenberg) en gaz en régime permanent a déjà été largement publiée (cf. par exemple [Dana, 1999; Nana, 2012 a; Duan, 2011; Liu, 2011]. L'échantillon à tester est placé dans une cellule hydrostatique. Le confinement est assuré par de l'huile hydraulique. L'échantillon est isolé de l'huile de confinement par une jaquette en Vitton<sup>®</sup>. Le gaz est injecté par une extrémité à une pression d'injection déterminée et le drainage est laissé à pression atmosphérique (Figure 2-7). Le flux de gaz dans l'échantillon est ainsi considéré unidimensionnel. Le gaz employé est l'argon. Le débit moyen en entrée de l'échantillon ( $Q_{moy}$ ) est mesuré de manière indirecte en exploitant la chute de pression ( $\Delta P_I$ ) à partir d'une pression d'injection  $P_{inj}$ , durant un intervalle de temps ( $\Delta t$ ) dans un réservoir tampon de volume ( $V_I$ ) connu placé en amont,

$$Q_{moy} = \frac{V_1}{p_{moy}} \cdot \frac{\Delta P_1}{\Delta t}$$
(Eq. 2-9)

où  $p_{moy} = P_{inj} + \frac{\Delta P_1}{2}$ , t est le temps commencé au début de la mesure et  $\Delta t$  est la variation du temps.

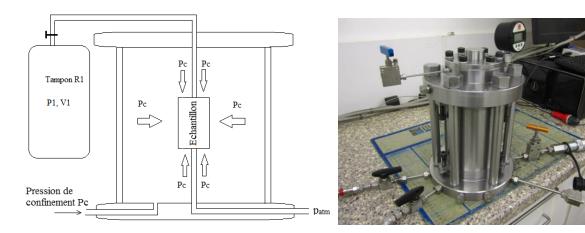


Figure 2-7. Dispositif de mesure de la perméabilité en régime permanent

Si  $\Delta P$  est petit devant  $P_{inj}$ , on admet que l'écoulement est stationnaire. Nous pouvons donc appliquer la loi de Darcy selon laquelle :

$$\frac{Q_{moy}}{A} = -\frac{K_a}{\mu_g} \frac{\partial P}{\partial x}$$
(Eq. 2-10)

où  $K_a$  est la perméabilité apparente au gaz, x est la coordonnée.

Le gaz étant un fluide compressible, la pression intérieure dans l'échantillon (P(x, t)) est une fonction de la coordonnée x et du temps t [Dana, 1999] :

$$P(x,t) = \sqrt{P(0,t)^2 \left(1 - \frac{x}{H}\right) + P(H,t)^2 \left(\frac{x}{H}\right)}$$
(Eq. 2-11)

où H est la hauteur de l'échantillon,  $P(0, t) = p_{moy}$  et  $P(H, t) = p_{atm}$  (Pression atmosphérique normale). La perméabilité au gaz est ensuite obtenue par la relation [Dana, 1999]

$$K_{a} = \frac{\mu_{g} Q_{moy}}{A} \frac{2H p_{moy}}{p_{moy}^{2} - p_{atm}^{2}}$$
(Eq. 2-12)

où  $\mu_g$  est la viscosité dynamique du gaz (Pa.s). Il faut noter qu'il s'agit là d'une perméabilité apparente car non corrigée de l'effet Klinkenberg [Klinkenberg, 1941]. En raison de l'effet de glissement aux parois, la perméabilité apparente au gaz mesurée, surtout aux faibles pressions, est supérieure à la perméabilité intrinsèque de ce matériau. La mesure de la perméabilité

apparente à différentes  $P_{inj}$  (voir par exemple [Lion, 2004]), permet de déterminer le coefficient de Klinkenberg  $\beta$  et d'obtenir la perméabilité intrinsèque k selon la relation :

$$K_a = k. (1 - \frac{\beta}{P_m})$$
(Eq. 2-13)

où k est la perméabilité intrinsèque telle que définie dans le paragraphe 1.2.2.1.  $P_m$  est la moyenne entre la pression d'injection et la pression de drainage.

## 2.4.1.2 Méthode par pulse-test

Cette méthode est employée pour mesurer des perméabilités apparentes au gaz trop faibles pour être mesurées avec exactitude par la méthode en régime permanent. Comme son nom l'indique, cette méthode utilise un pulse de pression pour mesurer la perméabilité [Skoczylas, 2003]. On applique initialement une pression de gaz  $P_{ini}$  dans l'échantillon via deux réservoirs  $R_1$  et  $R_2$ , (Figure 2-8), de volumes respectifs  $V_1$  et  $V_2$ . Une surpression  $\Delta P_i$  est ensuite appliquée dans le réservoir  $R_1$  et un écart de pression se forme entre les deux extrémités d'échantillon. Le gaz s'écoule donc du réservoir  $R_1$  au réservoir  $R_2$  via l'échantillon. La différence de pression entre les deux réservoirs ( $\Delta P_{1,2}$ ) varie dans le temps et peut être reliée à la perméabilité au gaz au moyen de l'équation suivante [Skoczylas, 2003 ; Dana, 1999] :

$$\Delta P_{1,2}(t) = \Delta P_i \cdot exp\left(-\frac{k_g A}{\mu_g H}\left(\frac{1}{V_1} + \frac{1}{V_2}\right)\left(P_{ini} + \frac{\Delta P_i \cdot V_1}{V_1 + V_2}\right)t\right) \tag{Eq. 2-14}$$

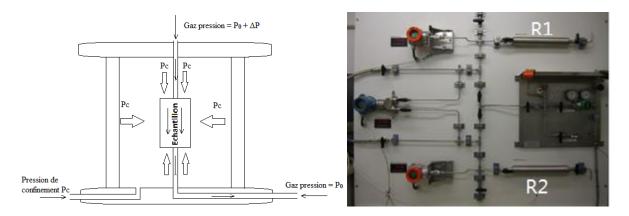


Figure 2-8. Méthode du pulse test pour la mesure de la perméabilité au gaz

#### 2.4.2 Mesure de la perméabilité effective

La perméabilité au gaz d'un échantillon dépend de sa saturation en liquide/gaz. La perméabilité en fonction de la saturation liquide est appelée perméabilité effective, elle est notée  $K_{eff}(S_w)$ . Par la suite, nous la noterons simplement  $K(S_w)$  ou  $K(S_w, P_c)$ , puisqu'il s'agit toujours de perméabilités effectives à une saturation  $S_w$  (%) et une pression de confinement  $P_c$  (MPa).

Un des objectifs de ce travail de thèse consiste à caractériser l'impact de la saturation en liquide sur la perméabilité au gaz. Les échantillons ont donc été testés à différents états de saturation afin de pouvoir construire une courbe aussi complète que possible permettant de tracer l'évolution de la perméabilité au gaz pour des saturations en liquide allant de 0 à 100%.

L'échantillon est tout d'abord complètement saturé (cf. paragraphe 2.1.3). En suivant les protocoles de conditionnement présentés précédemment (cf. paragraphe 2.1.5), l'échantillon est placé à différents états de saturations. Dès l'obtention d'une saturation homogène ( $S_w$ ), la perméabilité effective est mesurée  $K(S_w)$ . Lorsque tous les paliers de désaturation ont été atteints, l'échantillon est porté à l'état sec (après étuvage à 60°C : cf. protocole détaillé au paragraphe 2.1.3) et testé pour déterminer la perméabilité à l'état sec K(sec). Le protocole est résumé dans la figure 2-9.

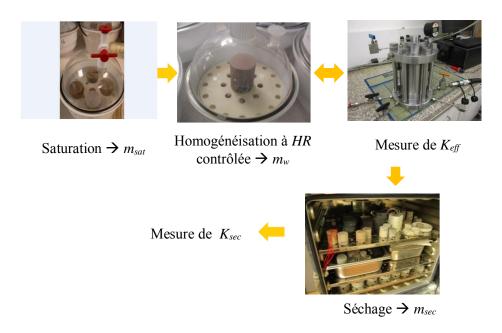


Figure 2-9. Démarche expérimentale de détermination de  $K(S_w)$  [LIU 2011]

#### 2.4.2 Mesure de la perméabilité effective

La perméabilité au gaz d'un échantillon dépend de sa saturation en liquide/gaz. La perméabilité en fonction de la saturation liquide est appelée perméabilité effective, elle est notée  $K_{eff}(S_w)$ . Par la suite, nous la noterons simplement  $K(S_w)$  ou  $K(S_w, P_c)$ , puisqu'il s'agit toujours de perméabilités effectives à une saturation  $S_w$  (%) et une pression de confinement  $P_c$  (MPa).

Un des objectifs de ce travail de thèse consiste à caractériser l'impact de la saturation en liquide sur la perméabilité au gaz. Les échantillons ont donc été testés à différents états de saturation afin de pouvoir construire une courbe aussi complète que possible permettant de tracer l'évolution de la perméabilité au gaz pour des saturations en liquide allant de 0 à 100%.

L'échantillon est tout d'abord complètement saturé (cf. paragraphe 2.1.3). En suivant les protocoles de conditionnement présentés précédemment (cf. paragraphe 2.1.5), l'échantillon est placé à différents états de saturations. Dès l'obtention d'une saturation homogène ( $S_w$ ), la perméabilité effective est mesurée  $K(S_w)$ . Lorsque tous les paliers de désaturation ont été atteints, l'échantillon est porté à l'état sec (après étuvage à 60°C : cf. protocole détaillé au paragraphe 2.1.3) et testé pour déterminer la perméabilité à l'état sec K(sec). Le protocole est résumé dans la figure 2-9.

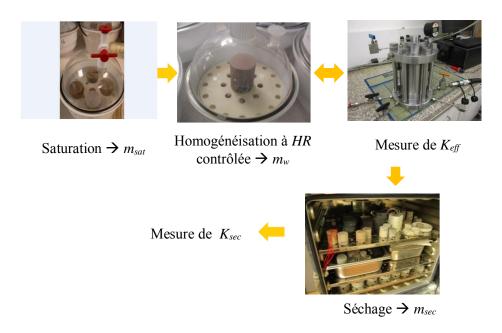


Figure 2-9. Démarche expérimentale de détermination de  $K(S_w)$  [LIU 2011]

### 2.4.3 Mesure de la perméabilité relative

Les perméabilités effectives des échantillons pouvant être très différentes à un même état de saturation, la courbe de perméabilité relative au gaz en fonction de la saturation  $(K_{rg}(S_w))$  est généralement préférée à celle de la perméabilité effective. Aussi on utilise  $K_{rg}(S_w, P_c)$  pour définir la perméabilité relative à une saturation  $S_w$  (%) et une pression de confinement  $P_c$  (MPa).

La perméabilité relative pour un état de saturation donné est obtenue en divisant la perméabilité effective obtenue à cette saturation par la perméabilité à l'état sec :

$$K_{rg}(S_w) = \frac{K(S_w)}{K(sec)}$$
(Eq. 2-15)

La perméabilité relative varie donc de 1 lorsque l'échantillon est totalement sec à 0 lorsque l'échantillon est totalement saturé.

## 2.5 Mesure de la porosité accessible au gaz sous confinement

Le dispositif de mesure de la perméabilité au gaz en régime permanent a été utilisé pour mesurer la porosité accessible au gaz en fonction du confinement [Fu, 2012 a ; Fu 2012 b]. Le système réservoir tampon + cellule hydrostatique est utilisé en système fermé (Figure 2-10). Une pression de gaz ( $P_I$ ) est appliquée à un réservoir tampon de volume connu ( $V_I$ ). Initialement la pression de gaz à l'intérieur des pores de l'échantillon est à la pression atmosphérique ( $P_{atm}$ ).

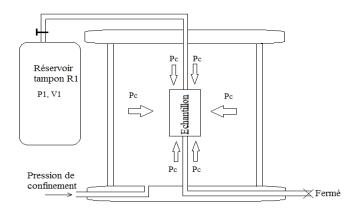




Figure 2-10. Dispositif de mesure de la porosité accessible au gaz sous confinement hydrostatique

Une fois la pression stabilisée dans le réservoir tampon, le gaz est libéré dans l'échantillon. La pression de gaz dans le réservoir tampon diminue jusqu'à  $P_2$ . Le volume  $V_2$  stabilisé à la pression  $P_2$  est la somme du volume des pores de l'échantillon ( $V_{pore}$ ), du volume du réservoir tampon ( $V_1$ ) et du volume de tubulure entre l'échantillon et le réservoir tampon ( $V_{tub}$ ).

En appliquant la loi des gaz parfaits, le volume poreux peut ainsi être calculé :

$$P_1 V_1 = P_2 V_2 (Eq. 2-16)$$

$$V_{pore} = V_2 - V_1 - V_{tub}$$
 (Eq. 2-17)

Plusieurs mesures sont ainsi réalisées à différentes pressions de confinement, ce qui permet d'évaluer la variation de la porosité en fonction du chargement hydrostatique.

## 2.6 Méthodes de mesures des propriétés poro-élastiques du milieu poreux

La méthode expérimentale de mesure des propriétés poro-élastiques utilisée au laboratoire a déjà fait l'objet de précédentes publications [Lion, 2004 ; Chen, 2009 ; Fu, 2012 a ; Fu 2012 b]. Une cellule hydrostatique telle que celles utilisées pour les essais de perméabilité est employée. L'échantillon est équipé de 4 jauges de contrainte permettant de suivre les déformations de l'échantillon en fonction des contraintes qui lui sont appliquées (Figure 2-11).

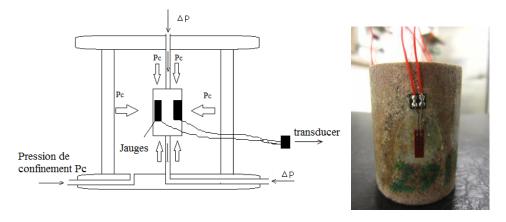


Figure 2-11. Dispositif expérimental de mesure des propriétés poro-élastiques

Les propriétés poro-élastiques sont identifiées par la mesure des déformations volumiques [Lion, 2004; Chen, 2009; Fu, 2012 a; Fu 2012 b]. Les quatre jauges de contraintes longitudinales fournissent les déformations longitudinales ( $\varepsilon_1$ ,  $\varepsilon_2$ ,  $\varepsilon_3$ ,  $\varepsilon_4$ ) sur des génératrices diamétralement opposées deux à deux. Ainsi le fait de moyenner les déformations obtenues sur  $\varepsilon_1$  et  $\varepsilon_3$  (ou sur  $\varepsilon_2$  et  $\varepsilon_4$ ) qui sont diamétralement opposées, permet de corriger une partie des défauts de géométrie de l'échantillon. En utilisant l'hypothèse d'un milieu isotrope, la déformation volumique est donnée par :

$$\varepsilon_{v} = \frac{3(\varepsilon_{1} + \varepsilon_{2} + \varepsilon_{3} + \varepsilon_{4})}{4}$$
(Eq. 2-18)

### 2.6.1 Module d'incompressibilité drainé : $K_b$

Par définition, lorsque l'on considère un milieu poreux homogène, isotrope sous une pression de pore constante P et soumis à une variation de la contrainte hydrostatique  $\Delta P_c$ , le module d'incompressibilité drainé  $K_b$  est donné par :

$$K_b = \frac{\Delta P_c}{\Delta \varepsilon_{v1}}$$
 (Eq. 2-19)

où  $\Delta \varepsilon_{vI}$  est la variation de la déformation volumétrique due à la variation de contrainte hydrostatique  $\Delta P_c$ . Dans la pratique, la pression de confinement est augmentée par palier et à chaque palier une petite chute de la pression de confinement est imposée (de l'ordre de 5 MPa). Cette chute est suffisamment limitée pour considérer que seule une part de l'énergie élastique du matériau est libérée et pour réduire le risque de réouverture de micro-fissures dans le matériau.  $K_b$  est obtenu par interpolation linéaire de la courbe contrainte-déformation ( $\varepsilon_v$ ,  $P_c$ ) lors des phases de déchargement. L'essai est réalisé en conditions drainées, c'est-à-dire que les faces supérieures et inférieures de l'échantillon sont placées à la pression atmosphérique. La valeur de  $K_b$  permet d'évaluer la capacité de déformation de l'échantillon ; cette déformabilité prend en compte :

- (1) le squelette solide, qui, pour les grès de cette étude, est principalement composé de grains de silice cimentés, et d'une faible proportion de minéraux annexes (argile notamment) ;
  - (2) le réseau poreux connecté et non connecté.

### 2.6.2 Module d'incompressibilité de la matrice solide : K<sub>s</sub>

Si, lors d'un essai, la pression de confinement et la pression de pore augmentent d'une même valeur, alors la déformation volumique de l'échantillon correspond à la déformation volumique de sa matrice solide. Le module d'incompressibilité de la matrice solide  $K_s$  est alors déterminé à partir de la relation suivante [Coussy, 2004] :

$$K_{s} = -\frac{(\Delta P_{c} = \Delta p_{i})}{(\Delta \varepsilon_{v} = \Delta \varepsilon_{v}^{s})}$$
(Eq. 2-20)

où  $\Delta P_c$  et  $\Delta p_i$  correspondent respectivement à la variation de la pression de confinement et de la pression de pore,  $\Delta \varepsilon_v$  et  $\Delta \varepsilon_v^s$  correspondent respectivement à la déformation volumique globale et à la déformation volumique de la matrice solide.

Toutefois, il est assez délicat d'imposer expérimentalement  $P_c = P_i$  de façon exacte, d'autant plus lorsqu'on utilise un gaz comme fluide interstitiel. Par conséquent, ce chemin de chargement ( $P_c = Pi$ ) n'a pas été retenu. Nous avons préféré utiliser un essai par changement de la pression de pore, également évoqué par O. Coussy [Coussy, 2004] et mis en œuvre dans un précédent travail de thèse [Chen, 2009]. Dans sa thèse, X. Chen détaille le protocole de cet essai :

« Il est réalisé en deux étapes successives. Tout d'abord, la pression de confinement est augmentée en conditions drainées, de façon à mesurer  $\Delta \varepsilon_{v1} = -\frac{\Delta P_c}{K_b}$ . Dans un deuxième temps, la pression de pore  $P_i$  est augmentée de  $\Delta P_i < \Delta P_c$  en maintenant la pression de confinement constante. Cette deuxième étape conduit à une déformation volumique  $\Delta \varepsilon_{v2}$  qui varie linéairement avec  $\Delta P_i$ . Le module H est alors déterminé par :

$$H = \frac{\Delta P_i}{\Delta \varepsilon_{v2}}$$
 (Eq. 2-21)

Dans ce cas,  $\Delta \varepsilon_{v2} > 0$  lorsque la pression interstitielle  $P_i$  augmente. Cette relation linéaire est supposée valide tout au long du chargement, de sorte qu'elle est extrapolée au cas où  $\Delta P_i = \Delta P_c$ . Ainsi, après la premièrse étape de chargement drainé,

suivi de la deuxième étape en non drainé, et extrapolée à  $\Delta P_i = \Delta P_c$ , le matériau poreux est déformé sous l'effet conjugué de :

$$\Delta \varepsilon_{v} = \Delta \varepsilon_{v1} + \Delta \varepsilon_{v2} = -\left(\frac{\Delta P_{c}}{K_{b}}\right) + \left(\frac{\Delta P_{i}}{H}\right) = -\frac{(\Delta P_{i} = \Delta P_{c})}{K_{s}}$$
(Eq. 2-22)

Finalement, l'extrapolation à  $\Delta P_i = \Delta P_c$  induit que :

$$\frac{1}{K_s} = \frac{1}{K_b} - \frac{1}{H}$$
(Eq. 2-23)

Dans la pratique, et contrairement à  $K_b$  qui est obtenu en décharge, le module H est déterminé lors d'une phase de chargement en pression interstitielle  $P_i$ . »

La valeur de  $K_s$  permet d'estimer la déformabilité du squelette solide de l'échantillon. Le squelette solide comprend à la fois les grains de matière (silice et minéraux annexes) et la porosité non connectée. Dans ce travail de thèse, l'étude de la variation du  $K_s$  en fonction de la pression de confinement a servi à mettre en évidence l'évolution du réseau poreux. En effet, des pores initialement connectés ne sont pas « vus » par la mesure du  $K_s$ . Comme l'a expliqué X. Chen [Chen, 2009], si, en raison du chargement, les fissures permettant l'accès à ces pores se referment, ils sont alors déconnectés du réseau et deviennent partie intégrante de la matrice solide, entrainant une chute du  $K_s$ . La figure 2-12 illustre cette interprétation. En raison de l'augmentation du confinement, le module d'incompressibilité du squelette solide du matériau de droite est plus faible que celui représenté à gauche.

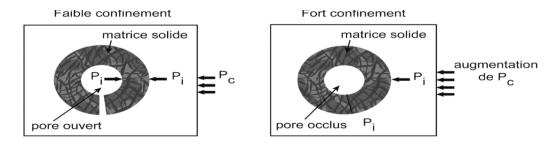


Figure 2-12. Illustration de l'effet du confinement sur l'évolution de  $K_s$  [Chen, 2009] À droite, un pore initialement connecté devient occlus et fait désormais partie de la matrice solide. La matrice solide étant alors moins dense, son  $K_s$  diminue.

# Chapitre 3. Analyses microstructurales des grès du Rotliegend

## 3.1 Objectifs et méthodes

Afin de mieux comprendre l'origine des caractérisations pétro-physiques effectuées dans les chapitres qui suivent (perméabilités relatives au gaz, poro-mécanique, courbes de rétention d'eau), ce chapitre présente une analyse de la microstructure des grès Rotliegend.

Les objectifs concrets de ce travail étaient de :

- Caractériser le réseau poreux. Pour 10 des 13 grès étudiés par ailleurs, la distribution des tailles de pores, la taille de pore principale, la porosité moyenne sont mesurées par la porosimétrie au mercure (PIM). Pour 13 grès, la morphologie du réseau poreux (forme et connectivité des pores) est évaluée qualitativement au MEB. Chaque grès observé l'a été à partir de deux morceaux prélevés de part et d'autre des échantillons utilisés pour la caractérisation pétro-physique (cf. chapitres 4 et 5).
- Caractériser les minéraux présents : quartz et autres minéraux (argiles, feldspaths, minéraux issus de précipitation, etc.) et le degré de cimentation. Ceci a été fait de façon essentiellement qualitative sur les 15 grès au Microscope Optique, et sur 13 grès au MEB couplé à l'EDS.

Les techniques utilisées sont décrites en détail dans le chapitre 2.

## 3.2 Caractérisation du réseau poreux

Les principaux résultats de PIM (cf. paragraphe 4.5 pour les méthodes de calculs) sont donnés au tableau 3-1. On rappelle également la perméabilité à l'état sec mesurée à un confinement de 5 MPa. Différents paramètres sont déduits des courbes d'intrusion de mercure, tels que la porosité, la porosité corrigée et le PPTD (*Principal Pore Throat Diameter*). Le PPTD est le diamètre de pore qui permet de saturer 25% en volume de l'échantillon (cf. chapitre 4.5). La porosité corrigée est obtenue à partir de la mesure de porosité brute donnée par la PIM : elle est diminuée du volume correspondant aux effets de surface (pores non

présents à l'intérieur du matériau), en ôtant le volume des pores les plus gros (de 1 à 2 microns selon l'échantillon considéré).

En termes de microstructure, ces mesures montrent essentiellement que les échantillons issus du haut du puit (55 et 225) sont très peu poreux, avec des porosités corrigées de 2,88 et 1,32% respectivement. Ils sont significativement moins poreux que tous les autres échantillons. À part le n.1495 (situé en « milieu » de puit, à une profondeur de 4971,90 m) qui est significativement plus poreux que l'ensemble des échantillons avec une porosité corrigée de 9,39%, les sept autres échantillons ont une porosité proche, variant de 6,13 à 7,86% (moyenne 7,01% et écart type de 0,61%). À ce stade, en se basant sur la mesure de porosité seule, on pourrait conclure que les microstructures poreuses sont très similaires pour ces différents échantillons, à part les n.55 et 225 (les moins poreux) et le 1495 (le plus poreux).

Cette interprétation n'est déjà plus valable lorsqu'on analyse les différences de diamètre de pore principal (PPTD) et la perméabilité à l'état sec. En particulier, les échantillons les moins poreux n'ont pas systématiquement les PPTD les plus petits ; alors que le grès n.225 a bien le plus petit PPTD (0,162 micron) et la plus faible porosité (1,32%), le grès n.55 a le troisième plus petit PPTD (0,335 micron). Le deuxième plus petit PPTD est celui du grès n.765, avec une valeur de 0,275 micron, et une porosité corrigée de 6,13% (moyennement poreux). Par ailleurs, l'échantillon le plus poreux (n.1495) n'a pas le plus grand PPTD (il fait 0,603 micron seulement). C'est le grès n.1655 qui a le plus grand PPTD, avec une valeur de 1,236 micron (deux fois plus élevée que celle du grès n.1495).

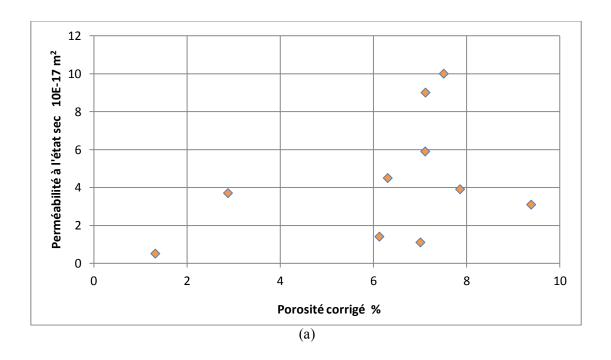
Tableau 3-1. Perméabilité à l'état sec, PPTD (diamètre principal de pore) et porosité (brute et corrigée) pour 10 grès du Rotliegend testés par PIM ou en cellule de confinement ( $P_c = 5$  MPa, flux de gaz argon)

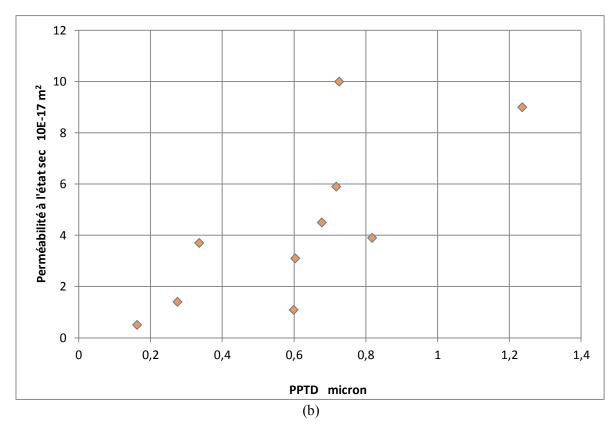
pour 10 gres du restregend testes par 1 mil ou en cenare de commentent (1 t = 2 mil d, max de gaz argor				
N. échantillon	K(5, sec) $10^{-17} \text{ m}^2$	PPTD (microns)	Porosité brute PIM (%)	Porosité corrigée (%)
55	3,70	0,34	3,6	2,9
225	0,51	0,16	2,0	1,3
505	5,90	0,72	8,2	7,1
585	>1,10*	0,60	8,0	7,0
765	1,40	0,28	7,1	6,1
1495	3,10	0,60	10,7	9,4
1655	9,00	1,24	8,4	7,1
2015	3,90	0,82	9,3	7,9
2425	4,50	0,68	7,8	6,3
2775	10,00	0,73	8,6	7,5

<sup>\* :</sup> Pour le n. 585, la perméabilité à l'état sec n'a pas pu être mesurée, on utilise la perméabilité à 10,2% de saturation.

Afin de tenter de corréler porosité corrigée, PPTD et perméabilité à l'état sec  $K_{sec}$ , nous avons tracé  $K_{sec}$  en fonction de la porosité puis du PPTD, et avons obtenu les graphiques présentés à la figure 3-1(a) et (b) : il n'y a pas de réelle relation entre ces paramètres simples (porosité, PPTD) et la capacité de transport de gaz des grès. La figure 3-1(c) montre également qu'aucune relation simple (linéaire en particulier) n'explique les points expérimentaux (PPTD, porosité corrigée) donnés par la PIM. Si l'on excepte l'échantillon n.1655 et son PPTD élevé de 1,236 microns, alors on peut établir une relation linéaire entre PPTD et porosité corrigée, avec un coefficient de corrélation  $\mathbb{R}^2$  correct de 62%. Il n'existe toutefois pas de réelle raison de mettre ce grès de côté.

Il faut noter qu'au vu de l'hétérogénéité des matériaux de cette étude et le peu d'échantillons disponibles, il n'était pas possible de réaliser une étude statistique. Il s'agit là d'une difficulté majeure rencontrée dans ce travail de thèse et avec laquelle il a fallu composer pour interpréter les résultats expérimentaux.





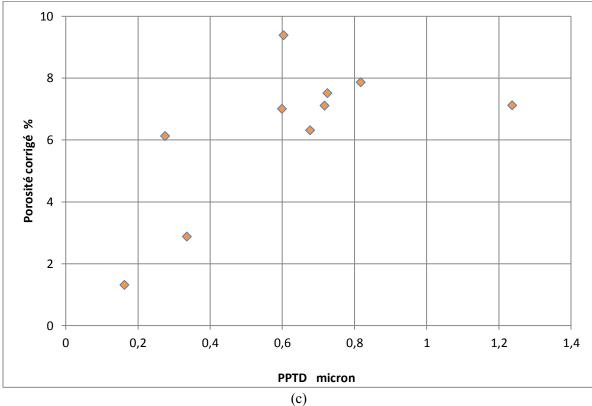


Figure 3-1. Perméabilité à sec des grès du Rotliegend en fonction de la porosité corrigée (a) et du PPTD (b), tous deux obtenus par la PIM. (c) : relation PPTD-porosité corrigée avec les mêmes données

Ces analyses montrent qu'une observation plus fine et détaillée du réseau poreux est indispensable pour comprendre comment les grès sont susceptibles de laisser passer ou non le gaz. C'est ce qui a été fait au MO et au MEB, en parallèle de la caractérisation des minéraux (phases solides) présents, voir ci-dessous.

## 3.3 Caractérisation du réseau poreux et des minéraux présents

Cette partie procède échantillon par échantillon (du moins profond vers le plus profond), du fait qu'ils ont tous une morphologie très spécifique. Une synthèse des analyses qualitatives effectuées est proposée dans le paragraphe 3.4.

## (1). Grès n.55

Globalement, le grès n.55 est très hétérogène et mal cimenté (présence d'argile entre les grains). En plus d'une distribution de taille de grains de quartz relativement étendue, il présente plusieurs veines d'argile traversantes à l'échelle d'un des échantillons observés (37 mm de diamètre), (Figure 3-2(a)).

Au MEB, (Figure 3-2(b) et (c)), des fissures sont présentes, probablement du fait du séchage nécessaire aux observations : la matrice solide est constituée de phases solides cristallisées et d'argiles dont les variations dimensionnelles sont très différentes lors d'un séchage. En effet, les analyses EDS montrent que les espaces entre grains de quartz sont remplis d'argile (gris clair en EDS) ou de gypse (gris très clair en EDS). La matrice argileuse comprend plusieurs argiles, en majorité de type illite/muscovite, et est chargée en kérogène. Le kérogène est identifié grâce à la quantité de carbone présente en proportion non négligeable, qui ne peut être expliquée par l'imprégnation (cet échantillon n'a pas été imprégné). Par ailleurs, peu de mésopores (de taille jusqu'à quelques centaines de microns) sont observés, très certainement du fait du remplissage par l'argile et le gypse. Ce remplissage par des minéraux apportés par flux d'eau en masse (ce grès est de type « mass flow deposit ») ou par précipitation (gypse) explique également la valeur faible de la porosité mesurée au mercure (valeur corrigée à 2,88%, (Tableau 3-1).

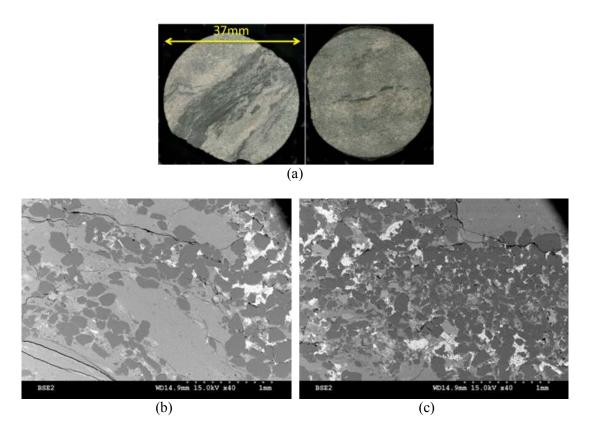
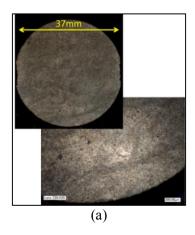


Figure 3-2 : Caractérisation du grès n.55 :
(a) : photographies au MO (auteur F. Agostini) ;
(b) (c) : images au MEB (détecteur BSE, auteur C. Davy)

#### (2). Grès n.135

Contrairement au grès n.55, le n.135 est relativement homogène, mais il reste mal cimenté, (Figure 3-3(a), (b) et (c)). Les grains de quartz présentent une distribution relativement étendue, mais distribués de façon homogène (pas sous forme de veines). Les autres phases solides présentes sont constituées soit de grains de feldspath potassique (microcline) de dureté proche du SiO<sub>2</sub>, soit de matière molle comparativement au quartz : gypse, calcite, argile. Des macropores (de l'ordre de 0,1mm) sont présents entre les joints de grains, qui constituent quant à eux une porosité plus fine et allongée, permettant une connexion entre les macro-pores.



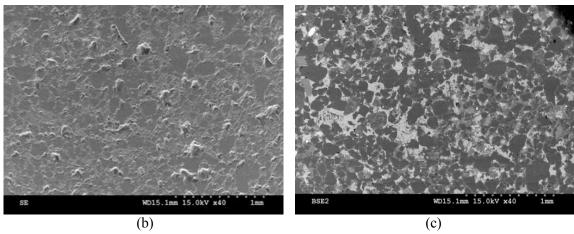


Figure 3-3. Caractérisation du grès n.135 :
(a) : photographies au MO (auteur F. Agostini) ;
(b) (c) : images au MEB (détecteur SE puis BSE, auteur C. Davy).

## (3). Grès n.185 et n.1073

Ces matériaux ont été observés au MO seulement, (Figure 3-4). L'échantillon n.185 est entièrement fait d'argiles : il ne s'agit pas d'un grès mais plutôt d'un shale. L'échantillon n.1073 est quant à lui constitué d'inclusions argileuses de plusieurs centimètres de diamètre, au sein d'une matrice gréseuse. Du fait qu'il s'est macro-fissuré et cassé lors du séchage, il n'a pas été observé au MEB. C'est plutôt une roche argileuse qu'un grès à proprement parler.

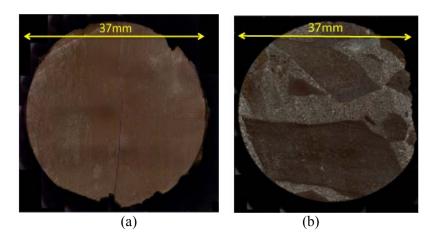
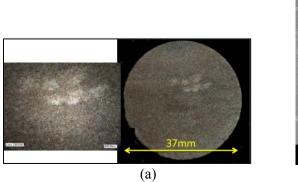


Figure 3-4. Caractérisation des grés n ;185 et n.1073 : photographies au MO du grès n.185 (a) et du grès n.1073 (b) (auteur F. Agostini)

## (4). Grès n.225

Ce grès est relativement homogène et moyennement cimenté. Il est également très peu poreux, avec une porosité corrigée au mercure de 1,32%, (Tableau 3-1). Il possède une remarquable homogénéité observée au MO, voir figure 3-5(a). Seules quelques veines fines (moins d'1 mm de large) et quelques différences de coloration sont observées.

Au MEB, (Figure 3-5(b)), les grains de quartz sont peu compacts et de tailles relativement proches. Ils sont entourés de microcline et d'albite de dureté proche du SiO<sub>2</sub> (la dureté du microcline et de l'albite varie entre 6 et 6,5 Mohs (Mohs est l'unité de dureté)), alors que celle du quartz est de 7) de minéraux plus mous, principalement de l'argile, du CaCO<sub>3</sub> (dureté Mohs = 3) et du sulfate de Baryum (dureté de Mohs de 2,5 à 3,5). C'est la présence d'une telle variété (en quantité non négligeable) de minéraux mous qui explique que la porosité au mercure est très faible (important remplissage de vides).



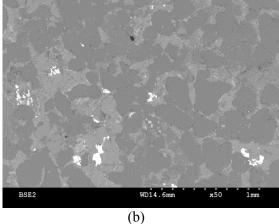
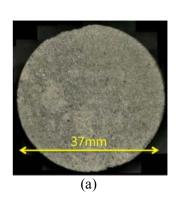
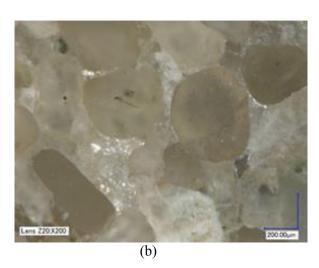


Figure 3-5. Caractérisation du grès n.225 :
(a) : photographies au MO des deux échantillons disponibles (auteur F. Agostini) ;
(b) : image au MEB (détecteur BSE, auteur C. Davy)

## (5). Grès n.505

Le n.505 est un grès homogène, (Figure 3-6(a)), de porosité moyenne (7,11%) et de squelette siliceux compact et cimenté, (Figure 3-6(b), (c) et (d)). La bonne compaction est attestée par le grand nombre de contacts inter-grains de quartz, dont un certain nombre est même cimenté (ceci est attesté par l'absence de résine d'imprégnation au sein des joints de grain). Globalement, il s'agit d'un grès bien cimenté, fait de grains de quartz homogènes. On note également la présence de quelques méso- (voire macro-) pores, reliés par des joints de grain beaucoup plus fins, remplis de résine d'imprégnation (donc accessibles au gaz). Ce grès présente peu de minéraux étrangers (essentiellement de la calcite et de l'illite recouvrant les grains de SiO<sub>2</sub>), autres que le quartz.





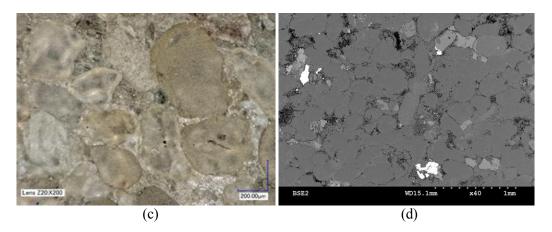


Figure 3-6. Caractérisation du grès n.505 :
(a) : photographie au MO (auteur F. Agostini) ;
(b) (c) (d) : images au MEB (détecteur BSE, auteur C. Davy)

## (6). Grès n.585

Comme le grès n.505, le grès n.585 est homogène, bien cimenté, et de porosité moyenne (7,01%), (Figure 3-7). Son squelette granulaire est compact. Il est fait d'un mélange de feldspaths (microcline et mélanges Na-K feldspaths) et de quartz, marqué par de nombreux contacts inter-granulaires. Quelques grains de minéraux plus mous sont également présents (calcite, oxyde de fer, rutile et sulfate de baryum), ainsi que de l'argile de type illite à la surface des pores capillaires. Comme le n.505, ce grès présente un réseau poreux fait de méso-pores accessibles au gaz, reliés entre eux par des joints beaucoup plus fins (situés entre les grains de minéraux durs) également accessibles au gaz.

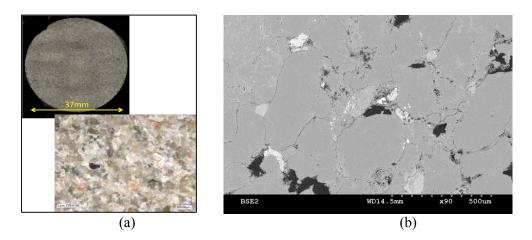


Figure 3-7. Caractérisation du grès n.585 : (a) : photographies au MO (auteur F. Agostini) ; (b) : image au MEB (détecteur BSE, auteur C. Davy)

## (7). Grès n.765

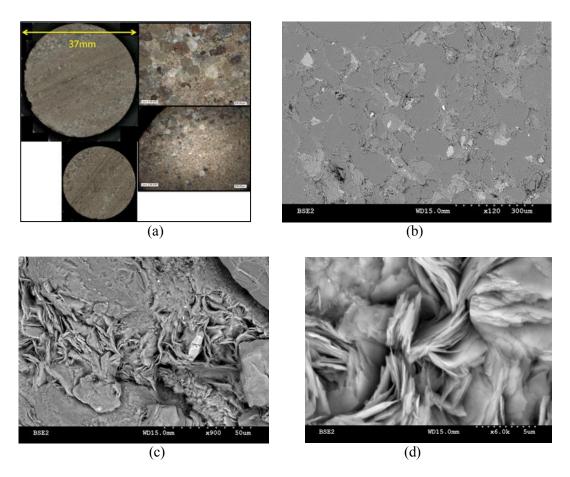


Figure 3-8 : Caractérisation du grès n.765 :
(a) : photographies au MO (auteur F. Agostini) ;
(b) (c) (d) : images au MEB (détecteur BSE, auteur C. Davy)

Il s'agit d'un grès de porosité moyenne (6,13%), très hétérogène, marqué à la fois par des veines de grains de silice de plusieurs centaines de microns de diamètre, par des veines de grains de silice beaucoup plus petits (de l'ordre du micron), et par des veines d'argile, (Figure 3-8). L'argile est principalement présente sous forme d'amas d'illite en feuillets situés entre les grains de SiO<sub>2</sub>, (Figure 3-8(b), (c) et (d)). Des amas de mica sont également présents en moins grand nombre, ainsi que de l'apatite, de la calcite et du feldspath potassique plus dur et non déformé (grains). Malgré la présence d'argile, ce grès a un squelette granulaire cohérent, marqué par des contacts inter-granulaires suffisamment nombreux et d'apparence cimentée pour transmettre les efforts macroscopiques, (Figure 3-8(b), (c) et (d)).

### (8). Grès n.1335

Il s'agit d'un grès hétérogène et moyennement cimenté, (Figure 3-9), dont la porosité au mercure n'a pu être évaluée. Sa distribution de taille de grains de quartz est très étalée, et, comme pour le n.765, un squelette granulaire cohérent, capable de transmettre les efforts, existe, malgré la présence notable d'une matrice argileuse (majoritairement de type illite ou muscovite à l'Al, Si, K, Mg) et de minéraux variés : carbonate de fer avec traces d'autres éléments (Ca, Mg, Mn) (ankérite ou sidérite). En termes de réseau poreux, un ensemble de méso-pores est observé : ceux-ci sont placés de façon hétérogène à l'échelle de la carotte, suivant des veines plus poreuses et connectées (voir encadré en jaune à la figure 3-9(b)).

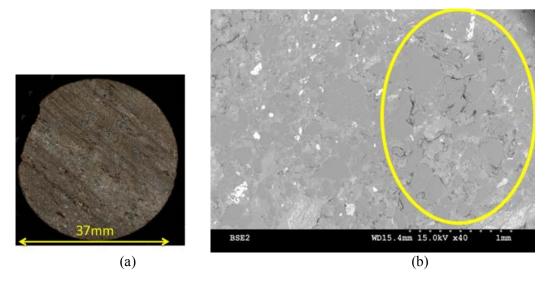
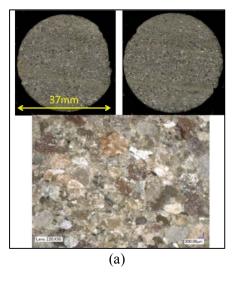


Figure 3-9. Caractérisation du grès n.1335 :
(a) : photographie au MO (auteur F. Agostini) ;
(b) : image au MEB (détecteur BSE, auteur C. Davy)

#### (9). Grès n.1495

Il s'agit du grès le plus poreux au mercure de toute la série d'échantillons, avec une porosité corrigée de 9,39%, voir tableau 3-1. Il est très hétérogène, comme le montre la présence de veines de grains de quartz de plusieurs centaines de microns de diamètre intercalées avec des veines de grains de quartz significativement plus petites (de quelques microns de diamètre), (Figure 3-10(a)) au MO. Les images MEB montrent une présence significative de méso-pores connectés par des joints entre les grains de SiO<sub>2</sub> qui sont eux-mêmes accessibles au gaz (car imprégnés par la résine époxy), (Figure 3-10(b) et (c)).



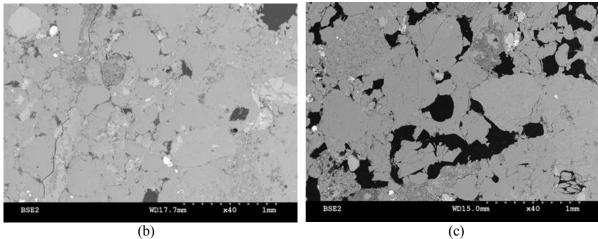


Figure 3-10: Caractérisation du grès n.1495:
(a): photographies au MO (auteur F. Agostini);
(b) (c): images au MEB (détecteur BSE, auteur C. Davy)

## (10). Grès n.1655

Il s'agit d'un grès relativement homogène et moyennement cimenté, (Figure 3-11(a) à (f)). Sa distribution de taille de grains de quartz est relativement uniforme. Différents grains de minéraux durs sont présents : feldspath potassique (type microcline) et albite avec présence de fer. L'ensemble des grains durs est entouré soit de méso-pores accessibles au gaz et connectés par des joints fins, soit d'une matrice solide faite de minéraux plus mous (calcite, argile type illite).

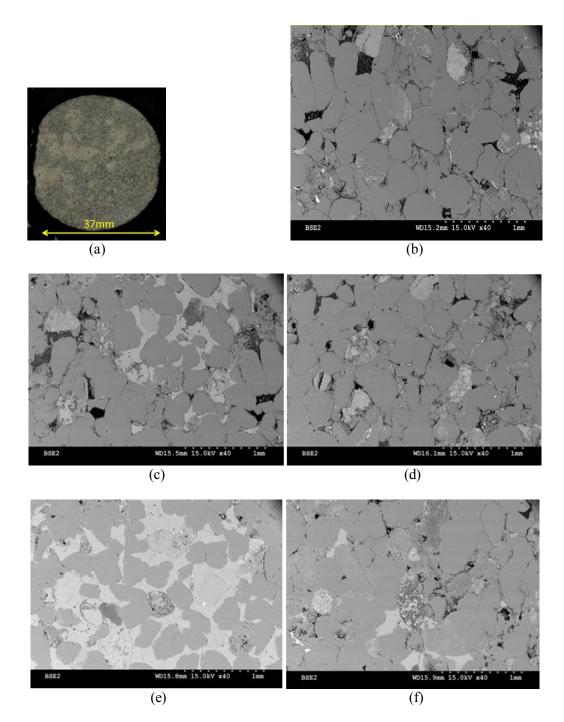
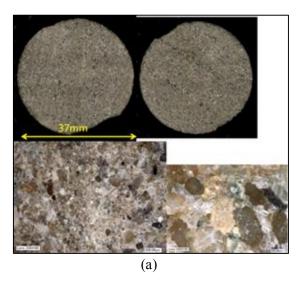


Figure 3-11 : Caractérisation du grès n.1655 :
(a) : photographie au MO (auteur F. Agostini) ;
(b) (c) (d) (e) (f) : images au MEB (détecteur BSE, auteur C. Davy)

# (11). Grès n.2015

Il s'agit d'un grès hétérogène et moyennement cimenté, de porosité moyenne (de valeur corrigée 7,86%), (Figure 3-12). Les grains de quartz sont distribués selon des veines, et sont de taille très variable. On note peu de macro ou méso-pores reliés par des joints de grains fins. Sa

microstructure présente une forte variabilité en termes de taille et nature des minéraux présents ; des grains durs de microcline, une matrice plus molle faite de calcite ou d'illite, et des minéraux annexes en quantité très mineure (sidérite ou ankérite).



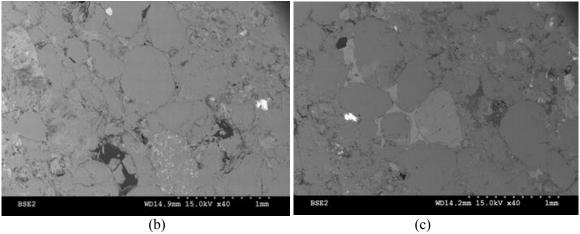


Figure 3-12: Caractérisation du grès n.2015:
(a): photographies au MO (auteur F. Agostini);
(b) (c): images au MEB (détecteur BSE, auteur C. Davy)

#### (12). Grès n.2425

Ce grès a un aspect remarquablement homogène à l'échelle macroscopique, voir figure 313(a). Sa porosité est moyenne (6,31% valeur corrigée), et elle comprend des méso-pores bien dispersés, reliés par des joints de grains plus fins, également accessibles au gaz, (Figure 3-13(b)). En termes de squelette granulaire, celui-ci est compact et bien cimenté,

comme le montre également la figure 3-13(b). Il est constitué principalement de quartz, avec quelques grains de microcline, d'albite et de sulfate de baryum.

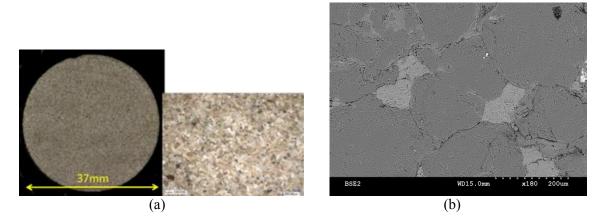


Figure 3-13: Caractérisation du grès n.2425:
(a): photographies au MO (auteur F. Agostini);
(b): image au MEB (détecteur BSE, auteur C. Davy)

#### (13). Grès n.2775

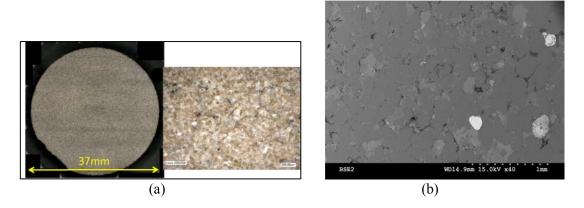


Figure 3-14. Caractérisation du grès n. 2775 : (a) : photographies au MO (auteur F. Agostini) ; (b) : image au MEB (détecteur BSE, auteur C. Davy)

Comme le n.2425, ce grès n.2775 est remarquablement homogène à l'échelle macroscopique, voir figure 3-14(a) et bien cimenté, (Figure 3-14(b)). Il présente des méso-pores connectés par des joints de grains plus fins, mais présents de façon moins homogène et uniforme que le n.2425, avec des zones de porosité plus importante que d'autres. Les grains de quartz sont de taille

relativement uniforme, et les autres minéraux présents sont des grains de microcline, des feuillets d'illite aux joints entre les grains, et de carbonate de fer (type sidérite ou ankérite).

### (14). Grès n.2925

Il s'agit du grès le plus profond de la série, pourtant il n'a pas la plus faible porosité ni une bonne homogénéité, (Figure 3-15(a), (b) et (c)). Il est hétérogène et présente des veines visibles à l'échelle macroscopique, (Figure 3-15(a)). Les analyses au MEB+EDS montrent qu'il est constitué principalement de grains de quartz de taille très variable, de minéraux plus mous (calcite et argile type illite). Il est remarquable par la proportion de méso-pores présents, connectés par des joints de grains plus fins. Ces méso-pores sont distribués de façon hétérogène, selon des veines, qui sont visibles à l'échelle d'observation du MEB, (Figure 3-15(b) et (c)).

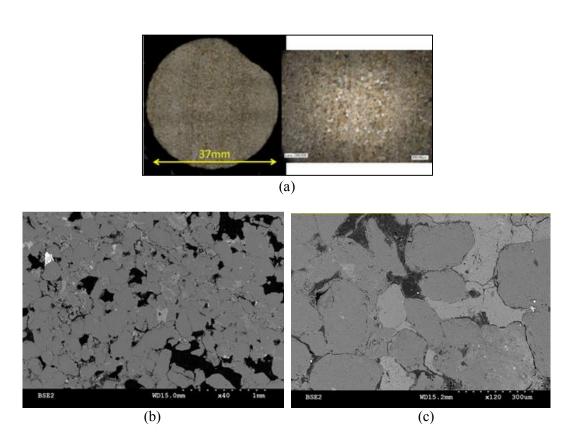


Figure 3-15: Caractérisation du grès n. 2925:
(a): photographies au MO (auteur F. Agostini);
(b) (c): images au MEB (détecteur BSE, auteur C. Davy)

## 3.4 Synthèse des analyses microstructurales

On peut retirer des analyses globales de l'ensemble des observations microstructurales, malgré tout très variées, qui viennent d'être présentées.

En termes de matrice solide, hormis des grains de quartz distribués de façon plus ou moins uniforme, les grès du Rotliegend comportent des minéraux très divers, que l'on peut classer en deux catégories:

- (1). Des minéraux de dureté proche du quartz: ce sont essentiellement les feldspaths potassiques (microcline) ou sodique (albite), d'une dureté de 6 à 6,5 sur l'échelle Mohs.
- (2). Des minéraux plus mous que le quartz : calcite, gypse, argiles (essentiellement de l'illite), carbonates de fer.

On notera que seuls les grès de moins grande profondeur (4836 à 4838 m tout de même !) comportent du gypse, qui est absent des grès les plus profonds. C'est l'opposé pour les carbonates de fer, qui ne sont présents qu'au sein des grès les plus profonds. Les autres minéraux (feldspaths, argiles, calcite) sont présents en proportion variable à toutes les profondeurs. Les grès sont également différenciés par leur degré de cimentation, qui contribue significativement à leur performance mécanique, et, a contrario, diminue leur capacité de production de gaz. Cette cimentation a été évaluée qualitativement sur la base des observations au MEB (détecteur BSE et EDS à l'interface entre grains essentiellement). Ce degré de cimentation est très variable selon le grès considéré.

En termes de réseau poreux, on observe deux grandes catégories : (1) une morphologie comportant des méso-pores reliés par des joints fins accessibles au gaz ou non (selon leur degré de remplissage par des minéraux annexes ou leur degré de cimentation), ou (2) une morphologie où la porosité est limitée par la présence de ciment inter-granulaire, i.e. par la présence de phases minérales solides molles (calcite, gypse, argiles) qui remplissent les vides.

Globalement, la microstructure constituée des pores et des phases solides peut être uniforme et homogène jusqu'à l'échelle des carottes (n.135, 505, 585 notamment), mais elle présente souvent une hétérogénéité significative à l'échelle de la carotte, marquée par des veines liées à la diagenèse (grès hétérogène).

## 3.5 Conclusion et perspectives

Nous proposons finalement une classification des différents grès observés, selon la nature de leur microstructure (telle qu'observée au MO : homogène ou hétérogène, et au MEB : présence de méso-pores connectés par des joints fins, ou remplissage de pores par des minéraux mous), et leur degré de cimentation (MEB), voir tableau 3-2 ci-après. On note en particulier que le type de microstructure ainsi proposé ne prédit pas systématiquement le type de réponse vis-à-vis du transport de gaz : par exemple, la perméabilité au gaz à l'état sec n'est pas directement dépendante de l'homogénéité du grès ou de son hétérogénéité. Ces analyses ne dispensent donc pas d'une identification directe des propriétés pétro-physiques et de transport de gaz des grès.

Enfin, pour compléter ces travaux, une évaluation quantitative aurait été utile, notamment via la Diffraction par Rayons X (DRX) sur fraction totale. Un partenariat a été mis en place au laboratoire avec la Plateforme Expérimentale Commune en DRX de l'Université de Lille 1, et ces mesures pourront être faites pour compléter ces travaux, ou en initier de nouveaux.

Tableau 3-2 : Synthèse des analyses microstructurales effectuées sur les 15 grès du Rotliegend, en relation avec leur perméabilité à l'état sec.

relation avec feur permeabilité à l'état sec.							
N. de	$K_{sec}$ (5MPa)	Origine	Tyma	Nature de la microstructure	Degré de		
carotte	$10^{-17}\mathrm{m}^2$	(m)	Type	(M.O. et MEB)	cimentation		
55	3,7	4836,45	Dépôt de masse	hétérogène ; remplissage de pores	mauvais		
135	15	4838,4	Dépôt de masse	Relativement homogène ; remplissage	mauvais		
185	N/A	4841,63	Lacustre	roche argileuse ; remplissage	aucun		
225	0,5	4879,83	Lacustre à éolien	Relativement homogène ; remplissage	moyen		
505	5,9	4888,58	Dunes éoliennes	homogène; méso-pores connectés	bon		
585	>1,1	4890,85	Dunes éoliennes	homogène; méso-pores connectés	bon		
765	1,4	4896,62	Dunes éoliennes	très hétérogène ; remplissage	moyen		
1073	N/A	4959,22	Fluvial	roche argileuse ; remplissage	aucun		
1335	1,3	4967,70	Fluvial	très hétérogène ; remplissage et méso-pores connectés en veines	moyen		
1495	2,8	4971,90	Dunes éoliennes	très hétérogène ; méso-pores connectés	moyen		
1655	9,0	4976,26	Dunes éoliennes	Relativement homogène ; méso-pores connectés	moyen		
2015	3,9	4987,00	Dunes éoliennes	hétérogène ; méso-pores connectés en veines	moyen		
2425	4,4	4998,69	Marécages éoliens	homogène; méso-pores connectés	bon		
2775	10,0	5009,18	Dunes éoliennes	homogène; méso-pores connectés	bon		
2925	44	5013,61	Dunes éoliennes	hétérogène ; méso-pores connectés	moyen		

# Chapitre 4. Évaluation des perméabilités relatives au gaz à partir des données issues de la Porosimétrie par Intrusion Mercure (PIM)

### 4.1 Introduction

Les courbes expérimentales donnant la perméabilité relative au gaz en fonction de la saturation liquide sont délicates à obtenir, notamment lorsqu'il s'agit de matériaux aussi peu perméables que les grès tight. L'industrie pétrolière a alors souvent recours à l'interprétation de données issues de la porosimétrie mercure pour en déduire, entre autres choses, la perméabilité relative du matériau. Les mesures de porosimétrie mercure ne nécessitent qu'une petite quantité de matériau (de l'ordre du cm³) et la mesure est rapide, ce qui explique l'intérêt pour ces méthodes.

La littérature scientifique regorge d'études portant sur la définition de relations permettant de déduire des courbes de porosimétrie mercure, la perméabilité relative, la saturation liquide irréductible, les principaux rayons d'entrée de pore. Ces relations découlent, pour certaines, d'études empiriques, pour d'autres de l'adaptation de théories d'écoulement mathématiquement bien définies (comme la théorie de Poiseuille) au moyen de coefficients permettant de rendre compte de la connectivité ou de la tortuosité du réseau poreux. Ces coefficients sont alors déterminés expérimentalement.

Dans le cadre de cette étude, nous avons choisi de confronter certaines de ces relations (parmi les plus communément employées) avec nos résultats expérimentaux. Les objectifs de cette démarche sont multiples. Il s'agit dans un premier temps d'évaluer la pertinence de ces relations pour des matériaux tels que les grès tight. Dans l'hypothèse où l'une de ces relations serait satisfaisante, cela nous permettrait de compléter les courbes expérimentales pour des saturations liquides que nous n'aurions pas ou pu tester. Enfin, l'interprétation des courbes issues de la porosimétrie mercure permet de caractériser le réseau poreux et d'obtenir des données telles que la distribution et la taille du volume poreux, la taille des principaux rayons d'accès aux pores. Ceci apportera des indications très utiles pour interpréter les données expérimentales et aider à comprendre les différences de comportement entre les différents échantillons.

Dans ce chapitre nous commencerons par présenter les données directement issues des courbes de porosimétrie mercure (distribution et tailles des pores), puis nous présenterons les méthodes d'interprétation permettant de déterminer la perméabilité relative et enfin nous comparerons ces résultats aux données expérimentales que nous avons obtenues.

## 4.2 La porosimétrie par intrusion de mercure

Cette technique et le matériel employé ont été détaillés dans le paragraphe 2.2.

## 4.3 Interprétation « directe » des données PIM

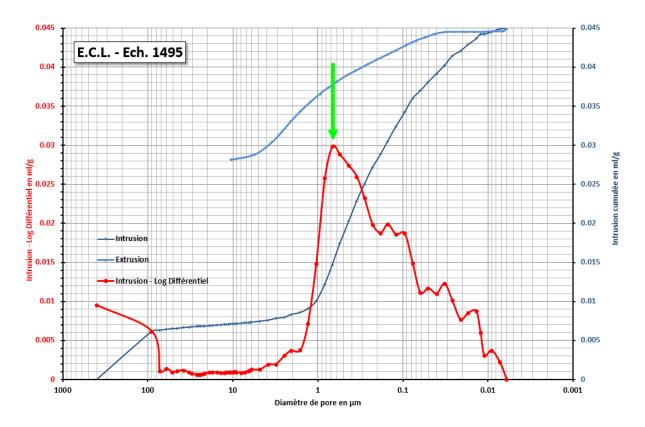


Figure 4-1. Courbe issue d'une mesure PIM sur un échantillon de grès tight (échantillon n. 1495)

10 échantillons de grès tight ont été étudiés par PIM (MIP en anglais). La figure 4-1, présente une courbe typique issue d'une mesure par PIM. Elle fait apparaître, en bleu, les volumes cumulés de mercure en intrusion et en extrusion en fonction de la taille de pore. Ceci

permet de déterminer la part de la porosité totale représentée par une famille de tailles de pores. En rouge, la courbe différentielle permet de visualiser la distribution des tailles de pore et la prépondérance, ou non, de certaines familles de taille de pores.

Parmi les 10 échantillons testés, la caractérisation pétro-physique préalable réalisée par GDF, en avait classé 8 comme provenant de dépôt de type éolien, un à la limite entre dépôt lacustre et éolien et enfin un provenant d'un dépôt de masse. Le tableau 4-1 synthétise l'ensemble des données obtenues sur les 10 échantillons qui ont pu être testés en PIM. On y retrouve la porosité totale (%), la position du pic de distribution (en vert sur la figure 4-1) et la part de porosité représentée par cette famille de pore, différents modes de calcul du diamètre de pore (selon que le critère soit le volume des pores ou la surface développée), le diamètre moyen, les densités apparentes et absolues. La Figure 4-2 présente les courbes d'intrusion différentielle superposées obtenues pour les 10 échantillons. La figure 4-3 présente les mêmes courbes mais plutôt que de présenter en ordonnées les volumes de pores, c'est le pourcentage du volume total qui est présenté. Ainsi, la distribution de pores des échantillons les moins poreux apparait plus nettement.

4-1. Données issues de l'analyse directe des mesures PIM

n° éch	Volume total introduit mL/g	Surface totale des pores m²/g	Position du pic µm	Part de la porosité au pic %	Diamètre médian de pore (Volume) µm	Diamètre médian de pore (Aire) μm	Diamètre moyen de pore (4V/A) µm	Densité apparente à 0,10 psia g/mL	Densité absolue g/mL	Porosité totale %	Type de dépôt
55	0,0140	1,194	0,0324	4,62	0,2183	0,0144	0,0470	2,5854	2,683	3,6253	Dépôt de masse
225	0,0075	0,708	0,0211	4,81	0,2271	0,0142	0,0426	2,6253	2,678	1,9803	lacustre/éolien
505	0,0339	1,274	0,6767	9,10	0,5022	0,0261	0,1063	2,4305	2,648	8,2297	éolien
585	0,0330	1,481	0,5518	9,78	0,4031	0,0215	0,0891	2,4331	2,645	8,0254	éolien
765	0,0286	1,524	0,2267	7,40	0,1858	0,0270	0,0750	2,4697	2,657	7,0590	éolien
1495	0,0449	1,917	0,6755	6,68	0,3604	0,0258	0,0937	2,3725	2,656	10,6582	éolien
1655	0,0344	0,998	1,3035	8,47	0,7888	0,0274	0,1379	2,4495	2,675	8,4262	éolien
2015	0,0387	1,177	0,8311	6,11	0,5230	0,0331	0,1315	2,3969	2,642	9,2721	éolien
2425	0,0318	1,297	0,6770	11,29	0,5058	0,0216	0,0980	2,4588	2,667	7,8154	éolien
2775	0,0352	1,323	0,6770	11,56	0,5197	0,0253	0,1064	2,4273	2,654	8,5465	éolien

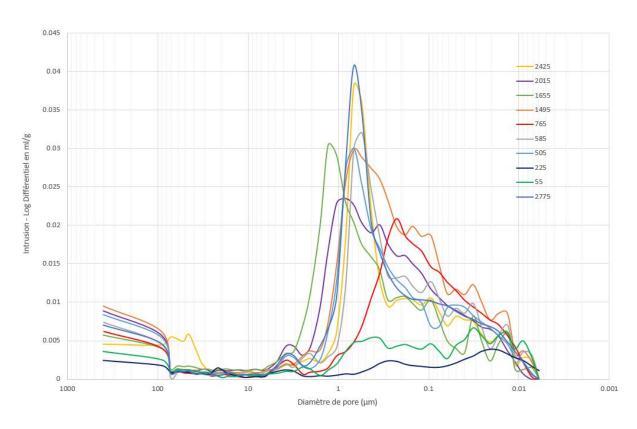


Figure 4-2. Courbes PIM en intrusion (différentielle) en ml/g pour les 10 échantillons de grès testés

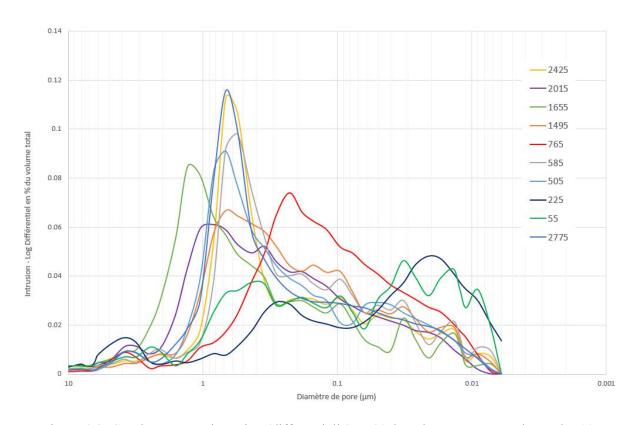


Figure 4-3. Courbes PIM en intrusion (différentielle) en % du volume poreux total pour les 10 échantillons de grès testés

Il apparait de fortes disparités de distribution du volume de pore entre les échantillons même lorsque ceux-ci présentent des porosités totales comparables et sont issus d'un même type de dépôt. Les échantillons n.505, n.585, n.2425 et n.2775 présentent des porosités totales très proches, entre 7,82 et 8,55%, et des distributions de pores comparables, c'est à dire un pic très majoritaire, peu étalé, entre 0,55 et 0,68 µm. L'échantillon n.1655 est assez comparable en porosité (8,43%) et en distribution de pore et ne se distingue que par une taille de pore au pic plus élevée (1,3 µm). Les échantillons n.2015 et n.1495 se caractérisent par des pics plus étalés traduisant des tailles de pores beaucoup plus variables. Les tailles de pores au pic varient de 0,68 à 0,83 µm, les tailles moyennes de 0,09 à 0,13 µm pour des porosités totales de 9,2 à 10,7%. L'échantillon n.765 est assez comparable à ces deux derniers mais sa porosité totale et plus faible 7,06%. La taille de pores au pic est de 0.23 µm tandis que le diamètre moyen de pore est de 0,075. Enfin, les deux échantillons n.55 et n.225, présentent des porosités totales significativement moins importantes (3,63 et 1,98% respectivement). La distribution des tailles des pores apparait plus fine sans pic apparent (valeur moyenne des tailles de pore 0,05 et 0,04 pour les échantillons n.55 et n.225 respectivement). Pour ces deux derniers échantillons, il faut noter que le faible volume poral et la taille limitée de la cellule de mesure utilisée conduit à de faibles volumes de mercure introduits (0,0075 à 0,014 ml/g) ce qui explique un signal très bruité.

## 4.4 Méthodes d'estimation de la perméabilité

#### 4.4.1 Correction des données PIM : Mise en conformité

La première correction est la correction de « mise en conformité » (« conformance correction » en anglais). Cette correction correspond à la pression nécessaire pour permettre au mercure d'enrober l'échantillon sans entrer dans les pores : cette mesure de pression s'apparente plus à une mesure de la rugosité de l'échantillon [Comisky, 2007]. Cette correction intervient dans la zone des faibles pressions. Dans son étude visant à comparer différents modèles empiriques utilisés pour déterminer la perméabilité des grès tight, Comisky a choisi un critère systématique pour effectuer cette correction de mise en conformité. Ainsi, la courbe PIM d'intrusion incrémentale a été tronquée et les pores supérieurs à 1µm ont été éliminés. Il apparaît clairement que ce choix doit être réalisé au cas par cas. En effet, pour les échantillons de notre étude, cette troncature reviendrait à faire disparaître le pic de pore majoritaire de

l'échantillon n.1655. Nous avons donc choisi un critère de troncature variable en visant le pied du pic de pore.

Par exemple, pour l'échantillon 1495, la coupure a été placée à 2 µm. La figure 4-4 présente la courbe d'intrusion incrémentale avant et après correction de « mise en conformité ». L'impact sur la distribution des familles de pore et leurs importances relatives est clair. Cette correction n'est donc pas anodine et peut ainsi être source d'erreurs importantes dans l'interprétation des données qui est faite dans la mesure où la position de la troncature est arbitraire.

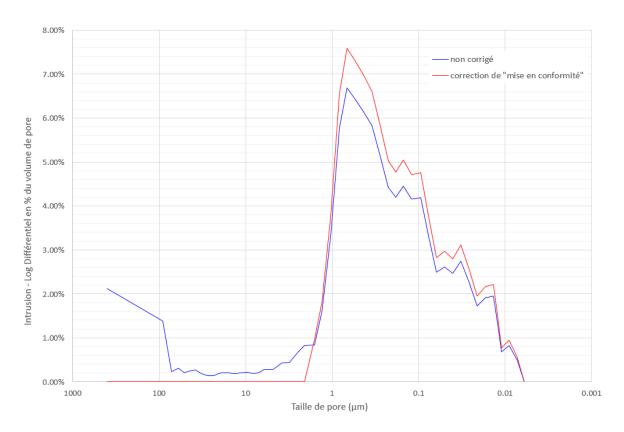


Figure 4-4. Mise en conformité de la courbe d'intrusion différentielle de l'échantillon n.1495 : rayon de pore de coupure 2 µm

La position des troncatures pour les différents échantillons et les porosités totales corrigées (le volume des pores dont le rayon est supérieur à la valeur de coupure n'est plus considéré) sont reportées dans le tableau 4-2. La figure 4-5 présente l'écart entre la porosité mesurée à l'eau et celle obtenue par les mesures PIM après correction (cf. tableau 4-2 pour les valeurs numériques).

Echantillon	Rayon de coupure (µm)	Porosité corrigée (%)	Porosité à l'eau (%)	Ecart $(\mathcal{O}_{PIM\text{-}corrig\'ee}$ - $\mathcal{O}_{eau})/\mathcal{O}_{eau}$ (%)
55	2	2,9	5,4	-46,7%
225	1	1,3	2,5	-47,2%
505	2	7,1	6,35	12,0%
585	2	7,0	6,1	14,9%
765	1	6,1	7,2	-14,9%
1495	2	9,4	8,5	10,5%
1655	6	7,1	7,0	1,7%
2015	3	7,9	7,7	2,1%
2425	2	6,3	6,7	-5,8%

7,1

5,8%

7,5

Tableau 4-2. Taille de coupure pour la "mise en conformité" et volume poreux total corrigé

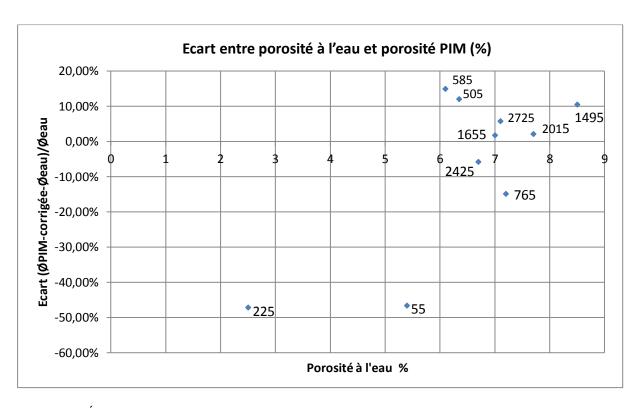


Figure 4-5. Écart entre les mesures de porosité PIM et les mesures à l'eau en fonction de la porosité à l'eau

### 4.4.2 Description des modèles utilisés

2775

2

La plupart des méthodes d'estimation de la perméabilité à partir des courbes de pression capillaire découlent de deux théories principales [Comisky, 2007] :

(1). Modèles basés sur les théories de percolation et des longueurs caractéristiques : les théories de percolation décrivent la propagation d'un fluide au travers d'un milieu poreux

aléatoire comprenant différents rayons d'entrée de pore. L'écoulement du fluide est principalement contrôlé par une ou plusieurs longueurs caractéristiques.

(2). Le modèle de Poiseuille : le milieu poreux est considéré comme un assemblage de tubes de différents diamètres. Différentes variables d'ajustement sont ensuite utilisées pour tenir compte de la tortuosité et de l'existence de rayons d'entrée de pore différents.

Les méthodes que nous utiliserons dans ce travail de thèse sont les méthodes de Kamath, Thomeer et Swanson. Ces méthodes ont été sélectionnées dans l'étude de Carles sur les roches peu perméables [CARLES, 2007] et sont donc à priori adaptées aux matériaux de notre étude. L'objectif est donc d'appliquer ces méthodes classiquement utilisées dans le domaine de l'ingénierie réservoir et de les confronter à nos résultats expérimentaux. Dans son étude, Carles a détaillé la procédure d'utilisation de ces 3 méthodes.

#### 4.4.2.1 Méthode de Swanson

La méthode proposée par Swanson [Swanson, 1981] consiste à identifier un point particulier de la courbe de pression capillaire qui représente le diamètre d'entrée de pore pour lequel la connectivité du réseau poreux est atteinte. Ce point, dénommé APEX :  $\left(\frac{V_b}{P_c}\right)_{max}$  est identifié comme étant le point A où la courbe de pression capillaire (dans le bon format de représentation, (Figure 4-6) tangente la droite de pente -1. Swanson a ensuite proposé une relation permettant de relier les coordonnées de ce point à la perméabilité en utilisant la fonction puissance suivante :

$$k = 355 \left(\frac{V_b}{P_c}\right)_A^{2,005}$$

(Eq. 4-1)

où à la pression Pc ( $P_c$  est la pression capillaire soit  $p_{cap}$  ici),  $V_b$  est le pourcentage de volume occupé par le mercure.

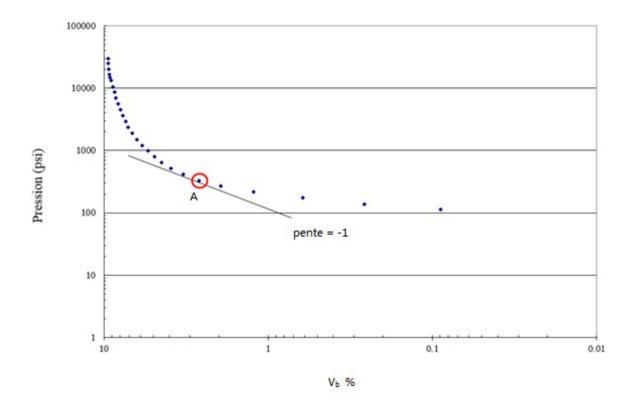


Figure 4-6. Identification de l'APEX sur la représentation de Swanson pour l'échantillon 1495

#### 4.4.2.2 Méthode de Thomeer

Une deuxième approche consiste à fitter la courbe PIM (Hg,  $P_c$ ) par une fonction paramétrique permettant d'obtenir un certain nombre de paramètres. Ces paramètres sont ensuite utilisés pour déterminer la perméabilité. Thomeer [Thomeer, 1960 ; Thomeer, 1983] a ainsi proposé une loi exponentielle permettant de fitter la courbe PIM au moyen de 3 paramètres :

$$P_{c} = P_{d}. exp\left(-\frac{G}{Ln\left(\frac{V_{b}(P_{c})}{V_{b}(P_{\infty})}\right)}\right)$$

(Eq. 4-2)

Où G est le paramètre géométrique permettant de fitter la courbe,  $P_d$  est la pression de déplacement,  $V_b(P_c)$  est le pourcentage du volume poreux occupé par le mercure pour une pression d'injection  $P_c$  donnée (comme pour l'expression 4-1) et  $V_b(P_\infty)$  est le pourcentage du volume poreux occupé par le mercure à la fin de la phase d'intrusion. Thomeer a ensuite proposé,

sur la base d'une étude portant sur près de 300 échantillons, une relation reliant ces trois paramètres à la perméabilité :

$$k = 3,8086 G^{-1,334} \left( \frac{V_b(P_{\infty})}{P_d} \right)$$
 (Eq. 4-3)

#### 4.4.2.3 Méthode de Kamath

La relation établie par Kamath utilise une longueur caractéristique  $L_{max}$ :

$$L_{max} = \left(\frac{\emptyset S_{nw}}{P_c}\right)_{max} = \frac{\emptyset \lambda (100 - S_r)}{P_e (1 + \lambda)^{\frac{1}{\lambda} + 1}}$$
(Eq. 4-4)

 $S_w$  désigne la saturation de la phase mouillante,  $S_{nw}$  celle de la phase non mouillante et  $S_r$  la saturation résiduelle. Les trois paramètres  $\lambda$ ,  $P_d$  et  $S_r$ , sont obtenus en fittant la courbe PIM  $(Hg, P_c)$  au moyen de la formulation de Brooks-Corey :

$$\left(\frac{P_e}{P_c}\right)^{\lambda} = \frac{S_w - S_r}{100 - S_r} \tag{Eq. 4-5}$$

Dans cette formulation,  $\lambda$  est un paramètre de fittage de la courbe,  $P_e$  désigne la pression d'entrée et  $S_r$  la saturation résiduelle.

Afin de déterminer la perméabilité à partir de cette longueur caractéristique, Kamath [Kamath, 1992] a proposé 2 lois puissance en fonction de la gamme de perméabilité du matériau :

$$k = 413L_{max}^{1,85}$$
 si  $k < 1m$  (Eq. 4-6)

$$k = 347L_{max}^{1,60} \text{ si } k > 1m$$

### 4.4.3 Obtention des paramètres de fittage adaptés

La difficulté de l'utilisation des fonctions de fittage réside dans le choix de la portion de courbe à fitter. Comme le montre la figure 4-7 pour l'échantillon 1495, il est possible de fitter très correctement une très grande partie de la courbe (Hg, Pc). En revanche les paramètres de calage sont pour certains physiquement aberrants. Ainsi la saturation résiduelle S<sub>r</sub> issue du calage de Brooks-Corey est négative (-20,3%) et pour le calage de Thomeer, la part de la porosité saturée à la pression maximale  $V_b(P_\infty)$  est supérieure à 100% (1,53). Il apparaît dès lors important d'appliquer des règles de fittage permettant de respecter la signification physique des paramètres de calage, en imposant notamment une saturation résiduelle nulle ( $S_r = 0$ ) et un remplissage de la porosité à la pression infinie de 100% :  $V_b(P_\infty) = 1$ . Une procédure de recherche automatisée des meilleurs paramètres de calage (méthode des moindres carrés) en considérant l'ensemble de la courbe ne permet pas d'obtenir de fittage satisfaisant sur une quelconque partie de la courbe. De plus, des paramètres tels que la pression d'entrée atteignent des valeurs qui semblent assez éloignées de la réalité des matériaux étudiés. Nous avons donc choisi de ne fitter que la partie de la courbe représentant les faibles pressions capillaires. Concrètement, et pour définir une procédure répétable, seule la part de la courbe correspondante à une saturation du mercure comprise entre 5 et 50% de la porosité totale, est considérée. La figure 4-8 représente les courbes de calages et les paramètres ainsi obtenus sur l'échantillon n.1495.

Le tableau 4-3 résume, pour les 10 échantillons étudiés, les paramètres de calage obtenus ainsi que les perméabilités estimés par les 3 méthodes testées.

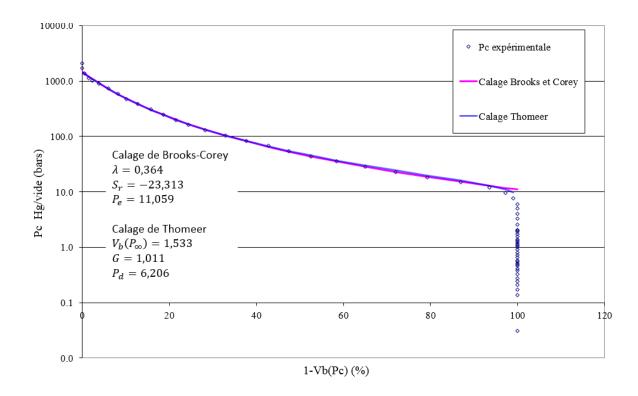


Figure 4-7. Identification des paramètres de fittage sur la totalité de la courbe PIM : échantillon n.1495

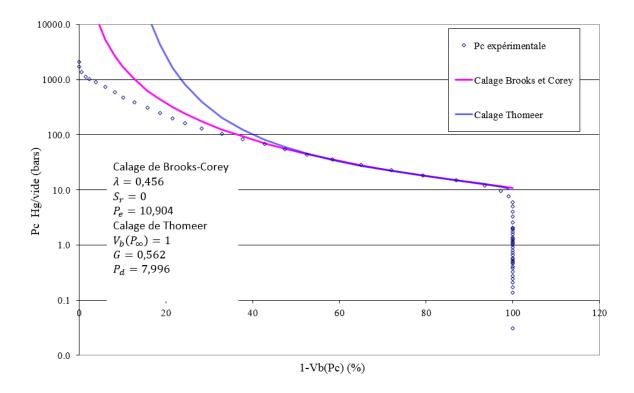


Figure 4-8. Identification des paramètres de fittage  $5 < V_b(P_c) < 50$  et forçage de la saturation résiduelle  $(S_r = 0)$  et de la part de la porosité remplie à la pression infinie de 100%:  $V_b(P_\infty) = 1$ : échantillon n.1495

Tableau 4-3. Synthèse des paramètres de calage et des perméabilités obtenues sur les 10 échantillons de grès tight

# Échantillons

		55	225	505	585	765	1495	1655	2015	2425	2775
	λ	0,2682	0,2376	0,5587	0,4828	0,4828	0,4560	0,5653	0,4449	0,6629	0,6833
Calage Brooks-Corey	$S_r$	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	$P_e$	12,809	23,911	10,367	23,208	23,208	10,904	6,104	7,827	11,633	11,068
Méthode de Kamath	$L_{max}$	0,0014	0,0003	0,0077	0,003	0,0026	0,0082	0,0131	0,0093	0,0069	0,0089
	$V_b(P_\infty)$	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Calage Thomeer	G	0,9338	1,0735	0,4537	0,5331	0,5330	0,5620	0,4559	0,5650	0,3803	0,3787
	$P_d$	7,9191	13,4330	8,1199	17,2085	17,2099	7,9960	4,7408	5,8235	9,4735	8,9286
C.I. C	$V_b(A)$	0,697	0,254	2,61	2,796	1,98	2,63	2,28	2,46	2,41	3,04
Calage Swanson	$P_c(A)$	518	798	327	988	798	327	172	267,5	327	327
	Kamath ( $K_g$ <1mD)	0,0020	0,0001	0,0503	0,0089	0,0069	0,0565	0,1367	0,0724	0,0417	0,0659
	Kamath ( $K_g > 1 \mathrm{mD}$ )	0,0089	0,0008	0,1428	0,0319	0,0258	0,1580	0,3393	0,1957	0,1215	0,1805
Perméabilités	Thomeer	0,0026	0,0002	0,0398	0,0070	0,0053	0,0538	0,1164	0,0706	0,0291	0,0467
	Swanson	0,0006	0,0000	0,0221	0,0028	0,0021	0,0224	0,0610	0,0293	0,0188	0,0300
	$K$ mesurée ( $P_c$ = 5MPa) mD	0,037	0,00509	0,059	>0,01	0,014	0,031	0,09	0,039	0,045	0,10

La figure 4-9 représente les perméabilités obtenues (exprimées en mD) expérimentalement (sous 5 MPa de confinement hydrostatique et sur matériau sec) et par exploitation de la courbe PIM. La figure 4-10 présente en abscisse les perméabilités obtenues expérimentalement et en ordonnée les perméabilités estimées par les 3 méthodes. Le trait noir matérialise la ligne pour laquelle il y aurait parfaite concordance entre perméabilités mesurées et perméabilités estimées.

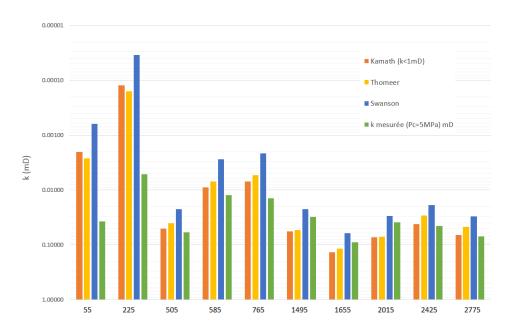


Figure 4-9. Perméabilités estimées et mesurées pour les 10 échantillons, exprimées en mD

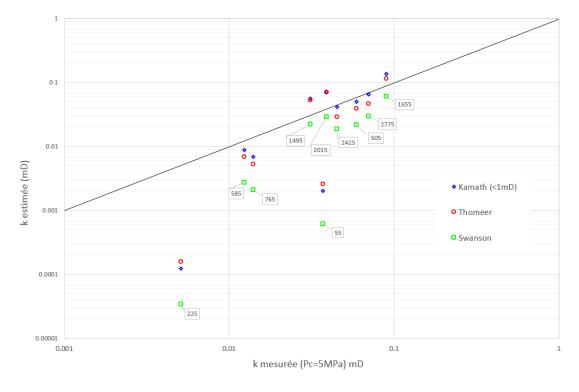


Figure 4-10. Perméabilités estimées vs. Perméabilités réelles (mesurées à 5 MPa sur matériau sec)

Il apparaît que les perméabilités estimées sous-estiment quasi systématiquement la perméabilité réelle du matériau (Figure 4-10). La méthode de Swanson donne systématiquement des valeurs de perméabilité plus faibles que les méthodes de Thomeer et Kamath, et la valeur donnée par la méthode de Thomeer est elle-même presque toujours inférieure à celle obtenue par la méthode de Kamath. La méthode de Kamath est celle qui donne les estimations les plus comparables aux valeurs expérimentales. Le tableau 4-4 présente les écarts entre les estimations de Kamath et les valeurs expérimentales. Il apparaît que les plus forts écarts sont obtenus sur les échantillons n.55 et n.225 (sous-estimation de 94 à 98%) : ce sont les deux seuls échantillons pour lesquels le mode de dépôt n'est pas éolien et ceux qui sont les plus riches en argile, mais la mauvaise qualité des courbes PIM pourrait être la seule cause de cette mauvaise concordance. Les échantillons pour lesquels l'écart dépasse ou avoisine 50% sont ceux qui présentaient des pics de pore très étalés (Figure 4-3), c'est-à-dire les échantillons n.1495 (+82%), n.2015 (+86%) et dans une moindre mesure n.765 (-50%), ou l'échantillon n.1655 (+52%) qui présente un pic de pore étroit mais décalé vers les plus larges porosités. Les autres échantillons, présentant des pics de pore étroits et proches de 1 µm, conduisent à des valeurs toutes sous-estimées mais avec des écarts limités, de 7% à 34%.

Tableau 4-4. Ecart entre l'estimation de Kamath et les perméabilités expérimentales

		Tamana or too positione into one of the	
Echantillon	k Kamath mD ( $k < 1$ mD)	$k$ mesurée ( $P_c = 5$ MPa) mD	Ecart (%)
55	0,00203	0,037	-94,5%
225	0,00012	0,00509	-97,6%
505	0,05027	0,059	-14,8%
585	0,00888	0,0124	-28,4%
765	0,00694	0,014	-50,4%
1495	0,05653	0,031	82,4%
1655	0,13675	0,09	51,9%
2015	0,07239	0,039	85,6%
2425	0,04171	0,045	-7,3%
2775	0,06590	0,10	-34,1%

# 4.5 Autres méthodes d'estimation de la perméabilité : utilisation du PPTD

Dans son étude, Dubois [Dubois, 2006] définit le PPTD (*Principal Pore-Throat Diameter*) comme le diamètre de pore correspondant à une saturation par le mercure de 25%. Une relation est ensuite proposée pour relier la perméabilité intrinsèque de la roche non corrigée du coefficient de Klinkenberg ( $K_{ik}$ ) au PPTD :

$$PPTD = 2,2 K_{ik}^{0,42}$$

(Eq. 4-8)

avec PPTD en  $\mu m$  et  $K_{ik}$  en mD.

La relation s'inverse pour exprimer cette perméabilité connaissant le PPTD déterminé au moyen de la PIM :

$$K_{ik} = exp\left(\frac{ln\left(\frac{PPTD}{2,2}\right)}{0,42}\right)$$

(Eq. 4-9)

Dans son étude, Byrnes [BYRNES, 1993] met en évidence le fait que le PPTD n'est pas mesuré sous une pression de confinement correspondant à l'état de la roche in-situ. Les valeurs du PPTD in situ vont de 15 à 84% du PPTD mesuré sans confinement. Il faudrait donc modifier les relations précédentes pour faire apparaître le PPTD in-situ.

Nous avons choisi de représenter, sur la figure 4-11, les valeurs des perméabilités apparentes mesurées sur matériau sec pour des pressions de confinement de 5 et 60 MPa en fonction du PPTD mesuré sur les courbes PIM. La ligne noire représente la relation théorique entre  $K_{ik}$  et PPTD présentée dans l'équation 4-9. Les valeurs numériques sont reportées dans le tableau 4-5. Le PPTD n'étant pas mesuré sous chargement hydrostatique, il est logique de voir les points de perméabilité obtenus sous faible confinement approcher au mieux la courbe théorique. Malgré cela, à l'exception des échantillons n.505, n.2425 et n.2775, l'écart (entre K théorique et K 5MPa) dépasse 50% et atteint jusqu'à 264% pour l'échantillon n.585.

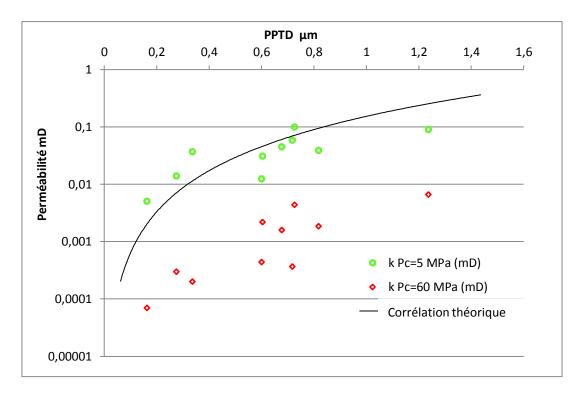


Figure 4-11. Relation entre PPTD (mesuré en PIM) et perméabilités apparentes à 5 et 60 MPa de confinement

Tableau 4-5. Mesures du PPTD par exploitation des courbes PIM et perméabilités sèches apparentes à 5 et 60 MPa de confinement

Echantillon	PPTD (µm)	<i>K</i> (5MPa) (mD)	K(60 MPa) (mD)
55	0,335	0,037	0,0002
225	0,162	0,00509	0,00007
505	0,717	0,059	0,00037
585	0,599	0,0124	0,00044
765	0,275	0,014	0,0003
1495	0,603	0,031	0,0022
1655	1,236	0,09	0,0066
2015	0,817	0,039	0,00185
2425	0,677	0,045	0,0016
2775	0,725	0,10	0,0044

Des études, telles que celles rapportées par Dubois [Dubois, 2006], font apparaître des corrélations satisfaisantes entre PPTD et  $K_{ik}$ . Néanmoins, il apparaît que, pour être efficace, il est nécessaire de corriger les mesures de perméabilités en laboratoire pour estimer celles in-situ ce qui nécessite l'établissement de relations (comme celles proposées par Dubois qui sont bien souvent propres au matériel et aux conditions de laboratoire utilisées, ainsi qu'au matériau étudié). Le PPTD est également plus fiable lorsqu'il est mesuré in situ ce qui exclut l'utilisation

des courbes PIM et rend l'utilisation de cette méthode ardue. Dans le chapitre 3, on analyse aussi la microstructure du grès avec les résultats de PPTD.

## 4.6 Évaluation des perméabilités relatives

#### 4.6.1 Modèle d'estimation

Le modèle utilisé pour déterminer les perméabilités relatives est celui proposé par Brooks-Corey [BROOKS, 1964]. Les perméabilités relatives au gaz et à l'eau sont données par les relations suivantes :

$$K_{rw} = (S_e)^{\frac{2+3\lambda}{\lambda}}$$
(Eq. 4-10)

$$K_{rg} = (1 - S_e)^2 \left(1 - S_e^{\frac{2+\lambda}{\lambda}}\right)$$
(Eq. 4-11)

où  $\lambda$  est le paramètre de calage géométrique obtenu grâce au fittage de Brooks-Corey (cf. paragraphe 4.4.2.3),  $S_e$  est la saturation liquide effective dépendant de la saturation résiduelle en eau  $S_{rw}$ :

$$S_e = \frac{S_w - S_{rw}}{1 - S_{rw}}$$
 (Eq. 4-12)

Dans l'annexe II de l'étude de Brooks-Corey, une méthode de détermination de la saturation résiduelle est détaillée. Il est toutefois nécessaire d'adopter un plan d'expérience spécifique pour y parvenir et ceci n'a pas été fait dans ce travail de thèse. Par ailleurs, par définition, la perméabilité au gaz est maximale et la perméabilité au liquide est nulle lorsque  $S_w = S_{rw}$ .

L'objectif de ce chapitre étant de comparer ces méthodes d'estimations aux valeurs expérimentales, il est alors nécessaire de prendre  $S_{rw} = 0$ . En effet, toutes les mesures de perméabilités relatives présentées dans ce travail de thèse sont obtenues par référence à la

perméabilité sèche du matériau  $K_i = K(sec)$ . La saturation en gaz résiduelle est, elle, estimée par la formule de Land [Land, 1968].

$$\frac{1}{S_{qr}^*} - \frac{1}{S_{qi}^*} = C$$

(Eq. 4-13)

où C est une constante de piégeage caractéristique du matériau tandis que  $S_{gr}^*$  et  $S_{gi}^*$  sont respectivement les saturations effectives résiduelles et irréductibles en gaz. Par conséquent  $S_{gi}^* = 1 - S_{rw}$ . C peut être pris égal à 5 pour les grès purs et 1 pour les carbonates purs. Nous choisirons une constante C égale à 4 pour nos interprétations. Ainsi, puisque nous avons fixé  $S_{rw}=0$ , pour toutes nos interprétations  $S_{gr}^*$  sera constant et égal à 0,2.

#### 4.6.2 Comparaison entre estimations et mesures expérimentales

Les graphiques suivants présentent les courbes de perméabilités relatives liquide et gaz des 10 échantillons déduites du modèle de Brooks-Corey comparées aux perméabilités relatives au gaz obtenues expérimentalement pour des confinements de 5 et 60 MPa.

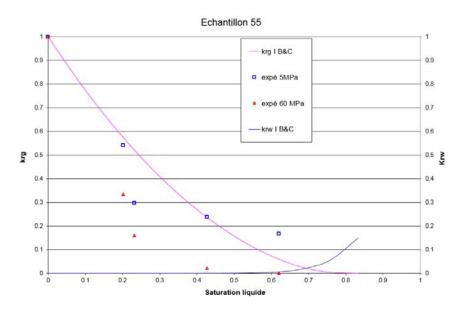


Figure 4-12. Estimations de  $K_{rg}$  et  $K_{rw}$  selon le modèle de Brooks-Corey et comparaison avec les valeurs expérimentales de  $K_{rg}$  pour  $P_c$  = 5 et 60 MPa : échantillon n.55

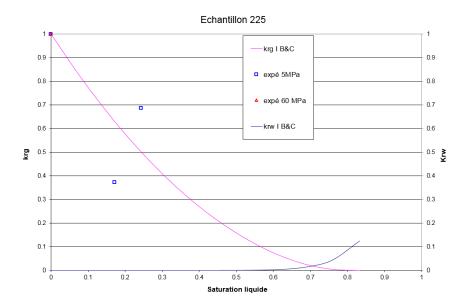


Figure 4-13. Estimations de  $K_{rg}$  et  $K_{rw}$  selon le modèle de Brooks-Corey et comparaison avec les valeurs expérimentales de  $K_{rg}$  pour  $P_c = 5$  et 60 MPa : échantillon n.225

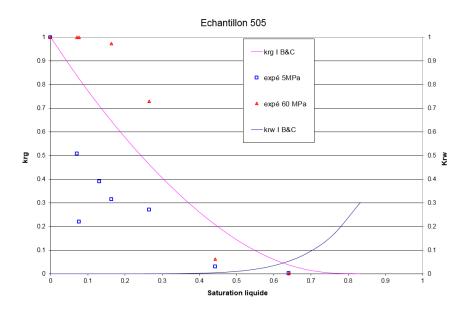


Figure 4-14. Estimations de  $K_{rg}$  et  $K_{rw}$  selon le modèle de Brooks-Corey et comparaison avec les valeurs expérimentales de  $K_{rg}$  pour  $P_c = 5$  et 60 MPa : échantillon n.505

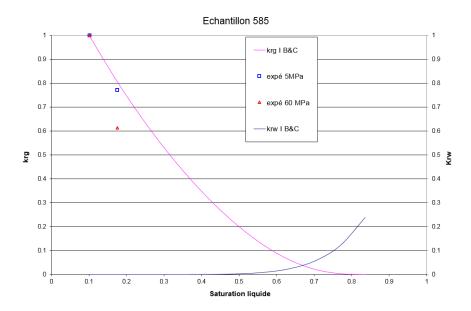


Figure 4-15. Estimations de  $K_{rg}$  et  $K_{rw}$  selon le modèle de Brooks-Corey et comparaison avec les valeurs expérimentales de  $K_{rg}$  pour  $P_c = 5$  et 60 MPa : échantillon n.585.

Remarque : l'état sec n'ayant pas été testé,  $S_{wr}$  a été pris égal à la plus petite saturation testée soit 10% et ainsi  $S_{gr} = 0,164$ 

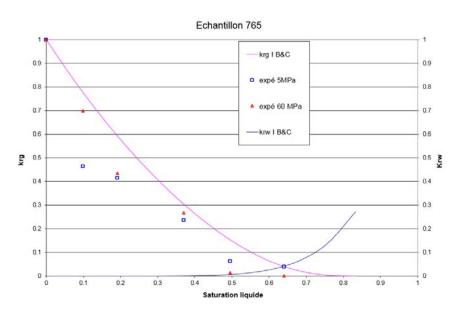


Figure 4-16. Estimations de  $K_{rg}$  et  $K_{rw}$  selon le modèle de Brooks-Corey et comparaison avec les valeurs expérimentales de  $K_{rg}$  pour  $P_c = 5$  et 60 MPa : échantillon n.765

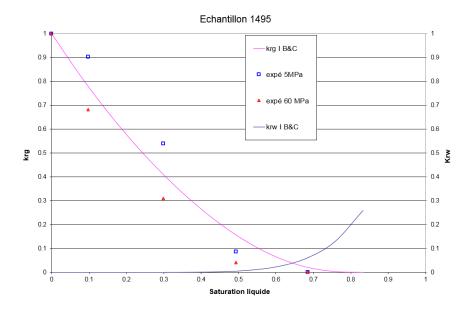


Figure 4-17. Estimations de  $K_{rg}$  et  $K_{rw}$  selon le modèle de Brooks et Corey et comparaison avec les valeurs expérimentales de  $K_{rg}$  pour  $P_c=5$  et 60 MPa : échantillon n.1495

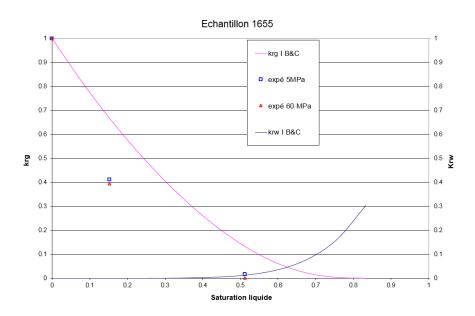


Figure 4-18. Estimations de  $K_{rg}$  et  $K_{rw}$  selon le modèle de Brooks-Corey et comparaison avec les valeurs expérimentales de  $K_{rg}$  pour  $P_c=5$  et 60 MPa : échantillon n.1655

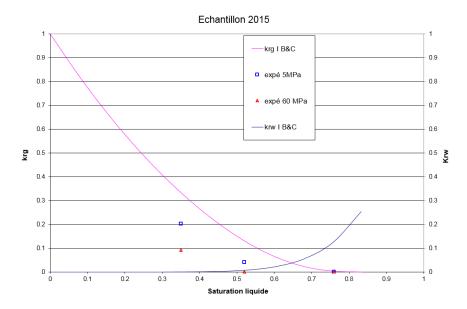


Figure 4-19. Estimations de  $K_{rg}$  et  $K_{rw}$  selon le modèle de Brooks-Corey et comparaison avec les valeurs expérimentales de  $K_{rg}$  pour  $P_c=5$  et 60 MPa : échantillon n.2015

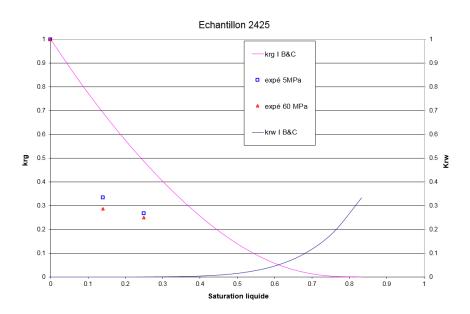


Figure 4-20. Estimations de  $K_{rg}$  et  $K_{rw}$  selon le modèle de Brooks-Corey et comparaison avec les valeurs expérimentales de  $K_{rg}$  pour  $P_c=5$  et 60 MPa : échantillon n.2425

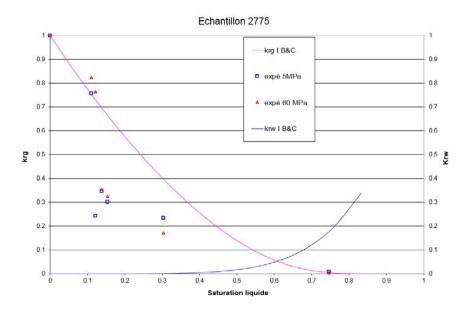


Figure 4-21. Estimations de  $K_{rg}$  et  $K_{rw}$  selon le modèle de Brooks-Corey et comparaison avec les valeurs expérimentales de  $K_{rg}$  pour  $P_c = 5$  et 60 MPa : échantillon n.2775

Il apparaît clairement que les choix qui ont été faits pour exploiter les modèles ne permettent pas de retranscrire le comportement des matériaux. L'effondrement de la perméabilité relative au gaz pour des saturations proches de 40 à 60% n'apparaît pas sur les courbes issues du modèle de Brooks-Corey. Seule une saturation résiduelle en gaz plus élevée que celle proposée par la formulation de Land permet d'obtenir une chute plus brutale. À titre d'exemple, la figure 4-22 représente l'évolution de  $K_{rg}$  et  $K_{rw}$  pour une saturation liquide initiale et résiduelle de 10% et une saturation en gaz résiduelle de 40%. Les perméabilités relatives expérimentales sont recalculées en prenant pour référence la valeur de perméabilité à 10% de saturation liquide. La chute de perméabilité au gaz pour les saturations proche de 50% est ainsi beaucoup mieux approchée. Il reste la question de l'obtention expérimentale de valeurs fiables, représentatives des conditions in situ, pour les saturations résiduelles en gaz et en liquide.

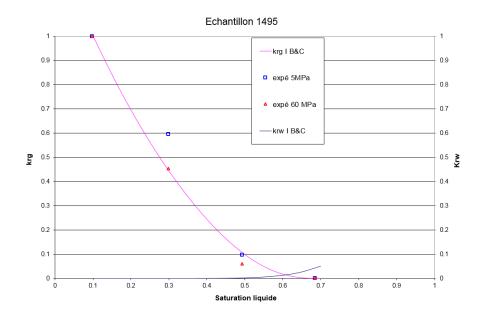


Figure 4-22. Estimations de  $K_{rg}$  et  $K_{rw}$  selon le modèle de Brooks Corey et comparaison avec les valeurs expérimentales de  $K_{rg}$  pour  $P_c = 5$  et 60 MPa : échantillon 1495 :  $S_{wi} = S_{wr} = 0,1$  et  $S_{gr} = 0,4$ 

# Chapitre 5. Analyses des facteurs qui influencent la perméabilité au gaz du grès

Dans ce chapitre, beaucoup d'analyses ont été effectuées et permettent de donner un nouvel éclairage au comportement du grès. Nous avons axé l'analyse des résultats sur les impacts croisés de « l'influence du confinement à l'état sec », et « l'influence du confinement dans un état de saturation intermédiaire ». Ce point est essentiel car il devrait permettre d'être rapidement opérationnel pour une famille de grès donnés pour dégager les conditions amenant à la coupure hydraulique (« permeability jail ») envers l'écoulement gazeux.

# 5.1 Analyses générales sur les échantillons

Le tableau 5-1 ci-dessous résume leurs caractéristiques initiales. On retiendra que les échantillons sont numérotés de telle façon que le nombre est d'autant plus grand qu'ils sont prélevés en profondeur : le plug n.55 (le plus petit nombre) est issu d'une profondeur de 4 550 m, alors que le plug n.2925 (le plus grand nombre) est issu d'une profondeur de 4 720 m. Tous les autres sont à des profondeurs intermédiaires.

Tableau 5-1. Caractéristiques générales des échantillons de grès tight à l'état initial

	rablead 5 1. Caracteristiques generales des cenantinons de gres tight à 1 cut mittai						
Numéro	Profondeur (m)	Diamètre (mm)	Hauteur (mm)	Porosité (%)	$S_w$ (ini) (%)		
505	4600	37,56	51,99	6,4	12,0		
225	4600	37,66	50,40	2,5	24,3		
2425	4710	37,66	50,76	6,8	21,3		
2925	4720	37,56	49,40	11,9	23,1		
765	4605	37,52	50,84	7,2	19,6		
1655	4635	37,50	51,52	7,0	15,2		
2775	4720	37,56	49,58	7,1	20,7		
1495	4680	37,52	50,72	8,5	13,5		
135	4555	37,52	51,48	4,1	80,8		
1335	4680	37,56	51,58	6,3	26,0		
585	4605	37,68	51,92	6,1	17,6		
55	4550	37,56	52,96	5,4	43,3		
2015	4700	37,50	51,52	7,7	20,5		
185	4555	37,52	52,70	*	*		
1073	4670	37,52	50,22	*	*		
Moyenne	4640	37,56	51,42	6,7	25,5		

\*Note: le symbole – signifie que les caractéristiques n'ont pu être déterminées

Remarque : La saturation initiale de 80,8% nous semble erronée (certainement erreur de pesée initiale) car l'échantillon n.135 est saturé à seulement une saturation en eau de 45% sous

HR = 98% (cf. paragraphe 5.3). Dans le cas de cette étude, nous ne considérons pas les résultats de perméabilité du matériau dans son état initial pour privilégier les saturations obtenues par nos moyens expérimentaux.

La figure 5-1 donne la répartition de porosité mesurée à l'eau pour la totalité des échantillons reçus et exploitables. On peut voir dans cette figure que l'hétérogénéité est assez forte puisqu'on balaye en gros une gamme de 2,5% à 11,9%, avec une porosité moyenne de 6,7%.

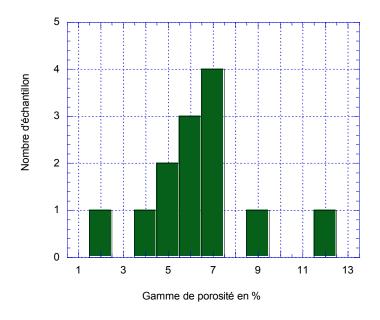


Figure 5-1 : Répartition de la porosité à l'eau

La figure 5-2 montre l'absence de corrélation claire entre profondeur et porosité. En général, il existe une influence de la profondeur sur la porosité du matériau, mais ce n'est pas le seul paramètre. La porosité dépend aussi de la condition diagénétique et du matériau d'origine qui influence la microstructure.

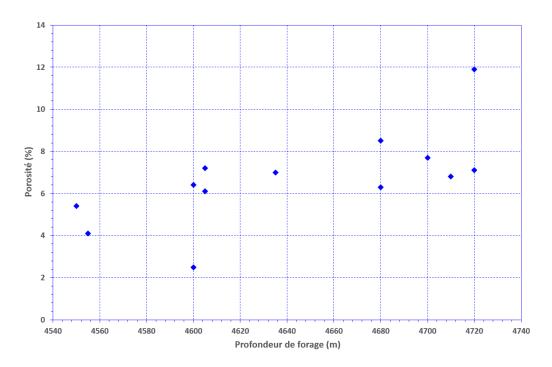


Figure 5-2 : Profondeur de forage des échantillons et leurs porosités

Dans la figure 5-3, on trouvera la correspondance entre la perméabilité à l'état sec  $K(\sec, 5 \text{ MPa})$ , qui sera notre référence de base, et la porosité. D'un point de vue général, il y a une tendance logique indiquant une perméabilité plus grande quand la porosité augmente mais avec une grande dispersion des résultats.

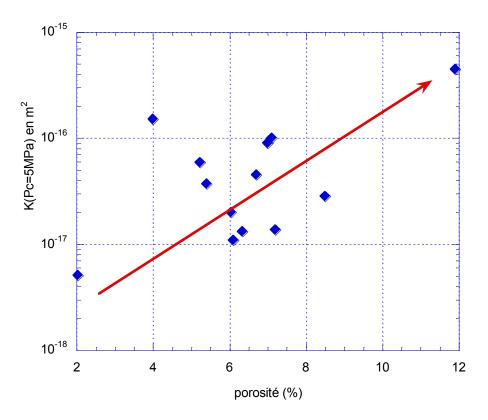


Figure 5-3 : Corrélation entre porosité et perméabilité initiale sèche

À titre indicatif, les perméabilités initiales sont données dans le tableau 5-2 et incluent l'effet du confinement dont on peut voir l'impact fort. Cet effet peut aussi être observé dans la figure 5-4.

Le tableau 5-2 donne la perméabilité (au gaz) des échantillons dans leur état initial (saturation initiale) et une première tendance de leur sensibilité au confinement. Un balayage systématique de plusieurs saturations sera fait pour de nombreux échantillons (voir plus loin). Nous ne tenons pas compte de cet état de saturation initial dans l'exploitation des résultats.

Tableau 5-2. Perméabilité effective à l'état initial du grès Rotliegend allemand

Numéro	$K_{\it eff}$ - Perméabilité effective					
d'Echantillon	$P_c = 5 \text{ MPa}$	$P_c = 15$	$P_c = 30$	$P_c = 60$		
505	6,97E-18	2,38E-18	7,16E-19	2,26E-19		
225	1,90E-18	7,27E-19	1,90E-19	6,77E-20		
2425	1,21E-17	3,30E-18	9,44E-19	4,00E-19		
2925	2,82E-16	1,66E-16	1,17E-16	9,68E-17		
765	6,03E-18	1,93E-18	6,48E-19	1,69E-19		
1655	3,72E-17	1,59E-17	5,67E-18	2,59E-18		
2775	1,93E-17	5,42E-18	1,74E-18	5,57E-19		
1495	2,32E-17	9,03E-18	3,42E-18	1,52E-18		
135	3,08E-18	9,28E-19	1,22E-19	6,65E-21		
1335	4,32E-18	9,74E-19	1,76E-19	4,61E-20		
585	8,35E-18	1,73E-18	5,71E-19	2,71E-19		
55	3,12E-18	8,29E-19	1,26E-19	1,26E-20		
2015	1,99E-17	7,27E-18	2,48E-18	1,25E-18		
185	2,35E-17	5,56E-18	2,68E-19	1,52E-20		
1073	3,43E-18	1,42E-18	3,50E-19	1,36E-20		

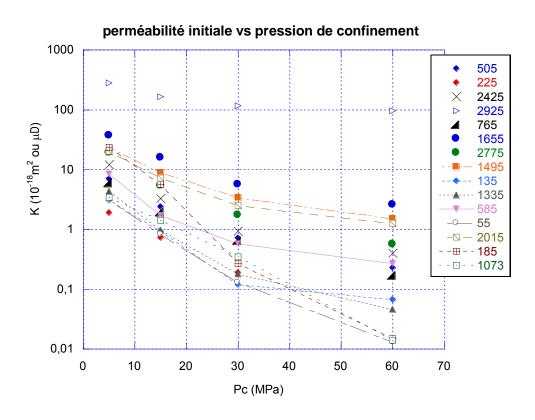


Figure 5-4 : Variation de perméabilité au gaz en fonction du confinement. Etat de saturation initial. L'échantillon n.2925 est beaucoup plus poreux que les autres (11,9%)

Pour normaliser les résultats, on peut tracer la variation de la perméabilité initiale normée en fonction du confinement (Figure 5-5). La perméabilité normée est  $K(P_c)/K(5 MPa)$  car la première mesure se fait sous confinement de 5 MPa.

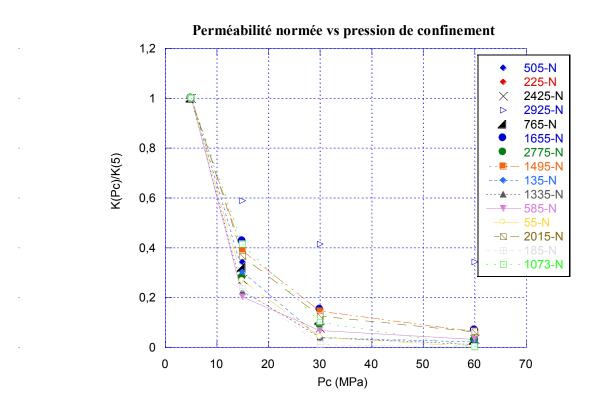


Figure 5-5 : Perméabilité normée vs confinement. État initial de saturation. On retrouve le côté atypique du n.2925 (porosité = 11,9 %)

La figure 5-6 complète la figure 5-5 en présentant la variation de perméabilité normalisée K(60)/K(5) en fonction de la saturation initiale. Ceci a l'intérêt de coupler à la fois l'effet du confinement et de la saturation. On développera un peu plus loin des outils permettant de rendre compte des influences conjointes de la saturation et du confinement.

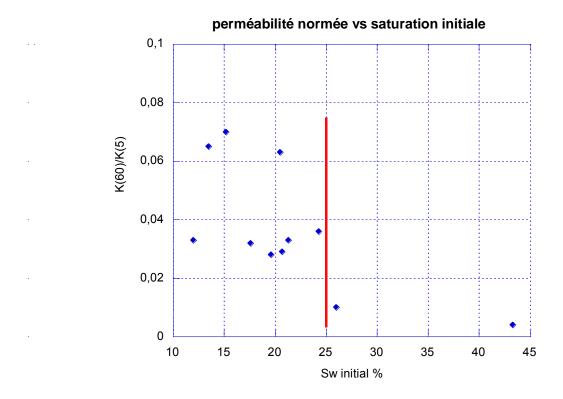


Figure 5-6 : Perméabilité normée K(60)/K(5) en fonction de la saturation initiale (sans l'échantillon atypique n.2925 et le n.135 de saturation trop élevée)

Il semble que la saturation ait assez peu d'influence sur la perméabilité normée, jusqu'à 25% environ. On peut ensuite penser qu'au-delà il y a une brusque chute de la perméabilité normée (trait rouge). Tout ceci doit être vérifié par les essais suivants.

Cette notion de saturation de transition paraît intéressante et elle sera couplée à l'intensité du confinement car la bibliographie [Vairogs, 1971; Jones, 1980; Ostensen, 1983; Shanley, 2004] (et nos observations personnelles) montre que la structure poreuse des grès tight – susceptibles de montrer des phénomènes de « permeability jail » [Rushing, 2008; Law, 2002; Jeannin, 2011] – est souvent composée de larges pores reliés entre eux par des pores très fins que la pression de confinement peut refermer. Dans ce rapport, l'accent sera mis sur le confinement de 60MPa qui est le plus proche de celui in-situ.

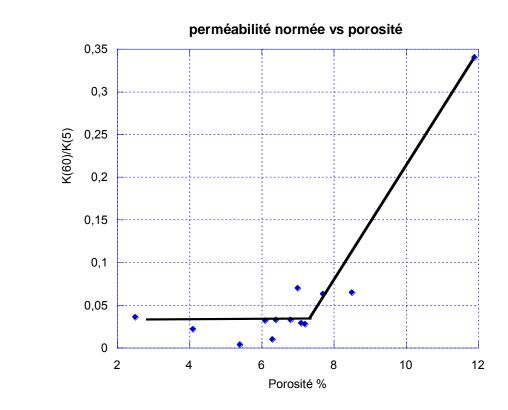


Figure 5-7 : Variation de la perméabilité normée (état initial) en fonction de la porosité

La figure 5-7 présente la perméabilité normée en fonction de la porosité. Une tendance a été extrapolée mais elle nécessite d'être validée car elle s'appuie sur le point atypique à 11,9% de porosité (il manque en fait de points intermédiaires entre 9 et 12% de porosité). Si ce point est supprimé on n'a aucune tendance claire. Il semblerait pourtant logique que, plus le matériau soit poreux, moins sa perméabilité soit sensible au confinement, c'est-à-dire à la fermeture de petites fissures. Il faut également signaler que cet échantillon est 10 à 100 fois plus perméable que les autres. C'est un des points que ce rapport abordera également un peu plus loin.

### 5.2 Courbe isotherme de désaturation pour les grès Rotliegend

#### 5.2.1 Courbes caractéristiques – saturation vs HR

Il s'agit ici dans l'identification des liens saturation-humidité relative de donner de plus amples informations sur la structure poreuse du matériau. La figure 5-8 ci-dessous donne la

relation entre le plus petit diamètre poreux « désaturé » et l'humidité relative ; cette relation est tirée de l'exploitation des lois de Kelvin-Laplace :

$$ln\frac{p}{p_0} = \frac{2\gamma V_m}{rRT} = \frac{2\gamma M_m}{r\rho_w RT}$$
(Eq. 5-1)

où p est la pression de la vapeur;  $p_0$  est la pression de vapeur saturante;  $V_m$  est le volume molaire de l'eau;  $M_m$  est la masse molaire de l'eau;  $\rho_w$  est la densité de l'eau; R est la constante molaire des gaz; R est la température thermodynamique; R r le rayon du pore.

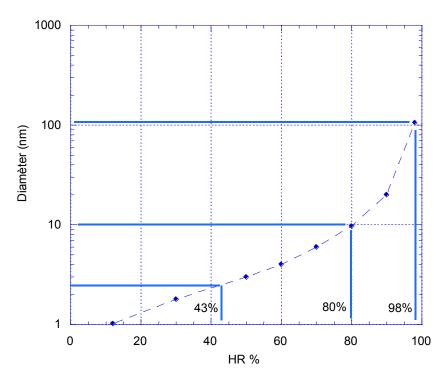


Figure 5-8. Plus petit diamètre des pores vides sous humidité relative HR

On peut ainsi voir qu'à 98% d'humidité, tous les pores de rayons plus grands que 53 nm sont vides (Figure 5-8). On peut donc avoir une idée de la finesse du réseau poreux en suivant sa saturation en fonction de l'humidité relative imposée. L'autre intérêt dans cette technique est

de pouvoir imposer un état de saturation homogène à l'échantillon et de mesurer ensuite sa perméabilité relative dans de bonnes conditions.

La méthode expérimentale pour obtenir l'isotherme de désorption est présentée dans le chapitre 2.1.5. Les résultats obtenus sont regroupés dans la figure 5-9 ci-dessous.

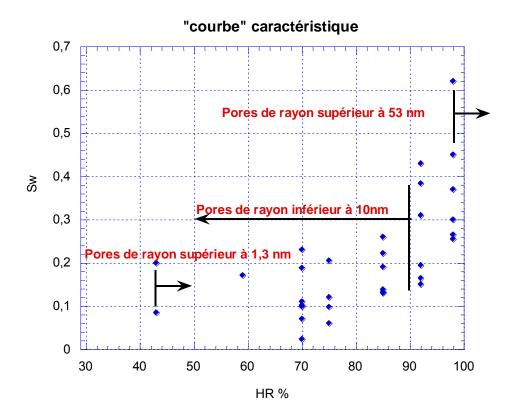


Figure 5-9. Courbe de désaturation pour les grès du Rotliegend

La figure 5-9 montre (au moins pour les hauts niveaux d'humidité) une grande dispersion des résultats. D'un point de vue global, on peut considérer une très grande désaturation du matériau, quelle que soit son « origine » à partir d'un niveau d'humidité de 98%. Ceci est la marque d'un réseau poreux composé d'une majorité de pores connecté de rayon d'entrée élevé (supérieur à 53 nm). Cette taille est déjà inférieure à celle des pores fins que l'on peut observer au MEB sur ces grès. Cette situation justifie la très forte désaturation (38% - 75%) déjà observée à 98% d'humidité. On peut aussi remarquer que ces grès contiennent néanmoins des pores à l'échelle nanométrique (rayon entre 1,3 et 10 nm) car pour certains une saturation non

négligeable persiste pour des humidités inférieures à 80% et 90% de *HR*. La présence de plus ou moins d'argile dans le matériau peut être en partie à l'origine de la présence de nano-pores (il faudrait néanmoins pouvoir la quantifier). Enfin et d'un point de vue pratique, on voit qu'il ne sera pas possible d'atteindre les hauts niveaux de saturation (au-delà de 62%) par cette technique et ceci est gênant car la bibliographie montre bien souvent que ces niveaux de saturation sont des niveaux « clefs » dans l'apparition du phénomène de « permeability jail ». Il sera nécessaire d'employer d'autres méthodes de dessiccation telles que : imbibition, chauffage court et homogénéisation.

### 5.3 Perméabilité effective, relative et influence du confinement

### 5.3.1 Résultats généraux

Une campagne complète a été menée (Tableau 5-3) sur l'évaluation des perméabilités effectives et relatives des grès Rotliegend. Cette campagne se poursuit actuellement car malgré le très grand nombre de mesures il manque des données à de plus hauts niveaux de saturation.

Tableau 5-3. Perméabilité effective au gaz sous différentes saturations.

Echantillon	RH %	S <sub>w</sub> %	Perméabilité en 10 <sup>-18</sup> m <sup>2</sup> (ou μD)			
			$P_c = 5$ MPa	$P_c$ =15MPa	$P_c = 30$ MPa	$P_c = 60$ MPa
55	98	62	6,2	0,254	≈ 0	≈ 0
	92	42,7	8,8	0,43	0,046	0,0045
	70	23,13	11	0,97	0,15	0,032
	43	20,2	20	1,8	0,29	0,067
	0	0	37	5,5	1	0,2
135	S.O.	81%	3,1	0,93	0,12	0,007
	98	45,3	80,5	30,5	14	7,8
	92	31,2	81	31	14	7,8
	85	25,6	97	32	17	7,4
	75	20,5	99	33	17	7,6
	70	18,8	93	33	20	10
	0	0	150	48	28	16
225	57	17,1	3,6	0,61	0,12	0,021
	0	0	5,1	1,1	0,23	0,022
505	S.O.	64	0,12	0,0017	0,0004	0,0003
	S.O.	44,3	1,77	0,43	0,057	0,023
	98	26,5	16	2,72	0,68	0,27
	92	16,4	18,6	3,3	0,88	0,36
	85	13,1	23	3,8	1,07	0,5
	75	7,7	13	2,9	0,96	0,37
	70	7,1	30	4,9	1,4	0,37
	0	0	59	11	2,8	0,37

_	S.O.	17,6	8,4	1,7	0,57	0,27
585	70	10,2	10,9	2,6	0,9	0,44
765	S.O.	64	0,54	0,001	0,0009	≈ 0
	S.O.	49,5	0,87	0,12	0,035	0,004
	98	37	3,3	0,48	0,13	0,08
	85	19,1	5,8	1,1	0,29	0,13
	70	9,9	6,5	1,1	0,42	0,21
	0	0	14	2,1	0,53	0,3
	S.O.	64	1,1	0,015	≈ 0	≈ 0
	S.O.	51	1,24	0,26	0,028	0,0073
	92	38,4	5,1	0,62	0,11	0,012
1335	85	22,2	4,3	0,51	0,13	0,033
	43	8,5	6,9	1,3	0,33	0,096
	0	0,3	14	2,2	0,55	0,17
	92	25	12	3,3	0,94	0,4
2425	75	14	15	3,5	0,97	0,46
	0	0	45	10	4	1,6
	S.O.	74,6	0,522	0,08	0,03	0,008
	98	30,3	16,4	2,7	0,72	0,29
	92	15,3	21,1	4	1,23	0,55
2775	85	13,8	24,3	4,4	1,2	0,6
2113	75	12,1	17	7	2,7	1,3
	70	11	53	10	3,8	1,4
	0	0	100	24,7	9,63	6,78
	S.O.	79	0,37	0,22	0,19	0,12
	S.O.	67,5	4,3	2	1	0,12
	S.O.	43,3	135	102	83	66
	98	26	321	171	125	108
2925	92	19,4	355	176	127	110
2925	85	13,4	370	180	140	110
	75	6,5	440	190	140	120
	70	2,3	450	200	140	120
	0	0	450	200	160	130
2015	S.O.	76	0,0021	0,0014	0,00093	0,00077
		52	1,6	0,063	0,00093	0,00077
	S.O.	35	7,9	2	0,0083	0,003
	S.O. 0	0	39	10	3,2	1,85
1495	-	68,5	0,038	0,0012	0,0008	1,83 ≈ 0
	S.O.	49,3	2,7	0,0012	0,0008	0,09
	S.O.	29,9	16,7	5,34	2	0,68
	s.o. 75		28	8,1	3,5	1,5
	0	9,8	31	9,6	3,3	2,2
1665	+	51,2	1,5	0,67	0,021	0,009
	S.O.		37	16		
	S.O.	15,2			5,7	2,6
	0	0	90	25,4	10	6,6

On pourra voir dans le tableau ci-dessus que certains niveaux (hauts) de saturation ne sont pas liés à une humidité relative car ils sont obtenus par imbibition-séchage (cf. paragraphe 2.1.5). Ils sont notés s.o.

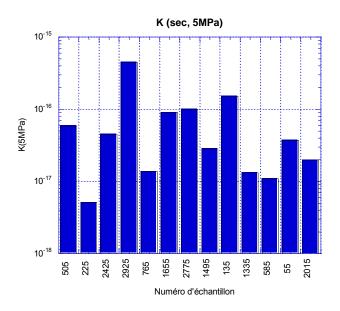


Figure 5-10 : Répartition des perméabilités sèches

La figure 5-10 donne une synthèse de l'ensemble des perméabilités mesurées sur matériau sec et à faible confinement (5 MPa). La perméabilité moyenne est de 67  $\mu$ D mais avec un minimum de 5,1  $\mu$ D et un maximum de 450  $\mu$ D. Comme pour la porosité, la perméabilité au gaz montre de larges dispersions rendant l'étude systématique assez complexe. On ne trouvera pas non plus dans la figure 5-11 de corrélation particulière entre la perméabilité et la profondeur à laquelle se situait l'échantillon prélevé — on pourra même y observer une tendance contraire à la logique (valeur de K augmentant avec la profondeur).

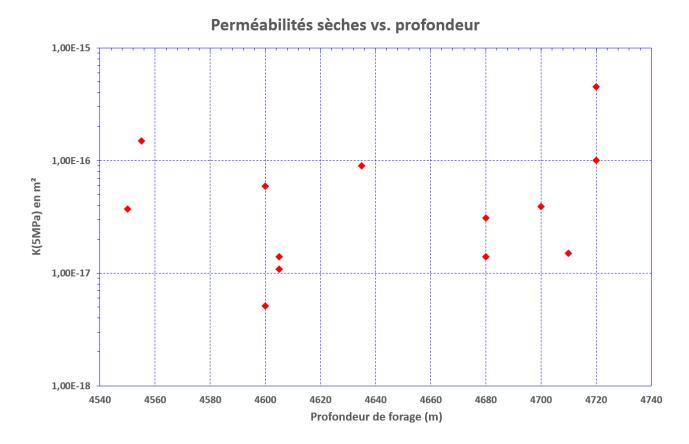


Figure 5-11. Répartition des perméabilités avec la profondeur

### 5.3.2 Analyse des résultats

On a affaire ici à un problème complexe car :

Les propriétés des échantillons sont (assez) hétérogènes i.e. on ne pourra faire qu'une étude globale et cela multiplie les mesures à faire.

Il faut tenir compte du confinement.

Il faut tenir compte de la saturation.

Il faut donner des résultats « rapidement » et « aisément » exploitables par l'ingénieur de terrain qui ne peut disposer que d'un nombre réduit de tests de laboratoire. On peut penser à des résultats de : porosité, porosité mercure, perméabilité sèche sous faible confinement et (peut-être) de perméabilité sèche sous haut niveau de confinement.

Il faut donc avec une famille de résultats limités pouvoir cibler le comportement moyen du matériau. C'est notre objectif principal.

### 5.3.2.1 Stratégie employée

On peut envisager plusieurs moyens d'analyse qui reposeraient sur la perméabilité relative et sa variation en fonction de la saturation et du confinement :  $K_{rg}(S_w, Pc)$  qui serait calculée par le rapport  $K(S_w, Pc) / K(0 \text{ ou sec}, Pc)$ . L'exploitation de ces familles  $K_{rg}(S_w, Pc)$  impose de connaître K(0, Pc), soit une autre famille de résultats (et dépendante de chaque échantillon). Le plus simple selon nous est de ramener la perméabilité relative qui serait définie par  $K_{rg}(S_w, P_c) = K(S_w,$  $Pc)/K_g(S_w,$ 5 *MPa*) ou alternativement  $K_{rg}(S_w, Pc) = K(S_w, Pc) / K(0, 5 MPa)$ . La deuxième expression nous semble plus judicieuse car dans le calcul de  $K_{rg}$  l'influence de la saturation (et aussi du confinement) n'est présente que dans  $K(S_w, Pc)$ . La donnée de  $K_{rg}(S_w, Pc)$  permet de retrouver la perméabilité effective par le seul intermédiaire K(0, 5 MPa) qui, rappelons-le, est la donnée la plus probable que pourrait obtenir l'ingénieur terrain sur le plan des transferts de gaz. D'un point de vue exploitation, il est aussi plus « aisé » de faire apparaître l'influence conjointe du confinement et/ou de la saturation avec ce choix de  $K_{rg}$  – qui ne variera pas de 0 à 1 comme usuellement mais de 0 à K(0, Pc)/K(0, 5 MPa). Rappelons enfin que la véritable information exploitable « in fine » est la perméabilité effective que l'on utilisera dans les calculs prédictifs.

Comme cela a été signalé auparavant, les échantillons sont extraits à grande profondeur donc soumis à une contrainte très élevée estimée à plus de 90 MPa. Nous allons donc plus particulièrement axer la présentation de nos résultats sur la perméabilité obtenue à 60 MPa, sachant que les résultats à pression inférieure sont disponibles. On va ainsi plus généralement travailler sur  $K_{rg}(S_w, 60 MPa)$  donc sur le rapport noté  $K(S_w, 60 MPa)/K(0, 5 MPa)$ .

### 5.3.3 Influence du confinement sur matériau sec

C'est un point clef car on peut imaginer que si le confinement donne un effet sensible en l'absence d'eau interstitielle alors cet effet sera exacerbé par la présence d'eau entrainant des risques de « permeability jail » pour des saturations de plus en plus faibles. Pour évaluer son importance, nous avons privilégié le rapport  $K(60 \ MPa)/K(5)$  mais les trois niveaux de confinement exploités présents dans les figure 5-12 et figure 5-13 font intervenir la porosité ou la perméabilité sèche  $K(0, 5 \ MPa)$  comme argument car ce sont des données considérées comme propriétés de base .

## Effets de la porosité sur la variation K(Pc)/K(5MPa) 1 0,1 K(Pc)/K(5) × 0,01 Ĉ K(15)/K(5) K(30)/K(5) K(60)/K(5) △ ⊹ 0,001 0,0001 2 4 6 8 10 12 porosité (%)

Figure 5-12 : Variation des rapports K(Pc)/K(5) avec la porosité (matériau sec).

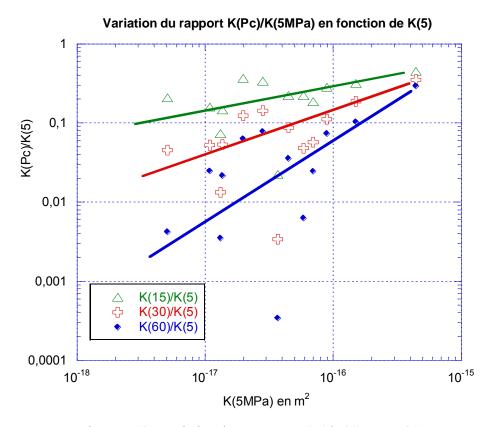


Figure 5-13 : Variation des rapports  $K(P_c)/K(5)$  avec K(5)

L'examen des figure 5-12 et 5-13 donne les mêmes informations : le grès étudié est sensible au confinement puisque tous les rapports  $K(P_c)/K(5)$  sont significativement inférieurs à 1. Nous avons choisi de représenter ces rapports soit en fonction de la porosité, soit en fonction de K(5) qui sont deux propriétés faciles à mesurer. Il y a, en moyenne et à la dispersion près, un écart de plus en plus grand entre les rapports K(15)/K(5), K(30)/K(5) et K(60)/K(5) quand la porosité diminue (ou quand K(5) diminue). On peut ainsi déduire de la sensibilité au confinement soit que le matériau est fissuré, soit que l'écoulement se produit dans des zones (type joints de grain) que la pression de confinement peut fermer. Ceci est d'autant plus vrai que la perméabilité (sous confinement léger) est faible, correspondant pour ce matériau à une faible porosité. On peut ainsi se trouver entre deux cas extrêmes : écoulement exclusivement fissural (ou dans les joints) i.e. faible porosité et grande sensibilité à  $P_c$  ou écoulement dans des pores capillaires de grande taille, de porosité élevée entraînant une faible sensibilité au confinement. La figure 5-9 montre qu'on est dans un cas intermédiaire puisque il y a une dessiccation prononcée dès 98% de HR

(donc beaucoup de pores de rayon supérieur à 53 nm) mais aussi une saturation résiduelle forte à plus faible humidité traduisant la présence de nano-pores ou de fissures très peu ouvertes.

Sans pour l'instant détailler une possible relation phénoménologique, on peut dès à présent considérer que l'on pourrait exprimer K(60)/K(5) comme une fonction de K(5).

#### 5.3.4 Perméabilités relatives « traditionnelles »

La figure 5-14 ci-dessous donne les perméabilités relatives usuelles ou traditionnelles, qui englobent à la fois la perméabilité rapportée à une saturation et à un confinement donnés et la perméabilité à l'état sec au même confinement. L'exploitation de ces résultats sous forme de perméabilité effective impose donc de connaître à la fois  $K_{rg}(P_c)$  et  $K(0, P_c)$ . On lui préfèrera un peu plus loin une autre perméabilité relative rapportée à la perméabilité « initiale » K(0, 5), soit une seule valeur par éprouvette. On peut dès à présent remarquer, dans cette figure, qui reprend la totalité des résultats disponibles actuellement, que la perméabilité relative (dépendante du confinement) reste dans une fourchette de 1 à 0,1 dans une gamme de saturations d'étendue [0 - 0,4]. Ensuite il y a une chute très brutale de  $K_{rg}$  qui perd plusieurs ordres de grandeur entre 0,4 et 0,8 de saturation. Il est difficile de statuer sur l'effet du confinement, il se traduit ici par un élargissement du fuseau des points de perméabilités relatives et on peut encore le situer vers  $S_w = 0.4$ . On pourrait donc conclure partiellement sur un faible effet du confinement aux faibles saturations [0, 0,4] et à un effet plus marqué aux plus fortes saturations. Cet aspect se comprend assez bien intuitivement par la seule redistribution de l'eau porale dans un espace poreux qui se réduit de plus en plus au fur et à mesure que  $S_w$  augmente. On peut aussi penser que le confinement ferme des espaces (de type fissure) qui sont de moins en moins nombreux quand  $S_w$  augmente et qui se traduit par une perméabilité d'autant plus faible.

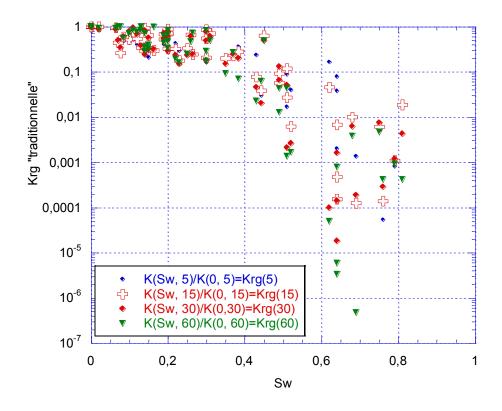


Figure 5-14. Perméabilité relative « traditionnelle » au gaz de l'ensemble des matériaux pour tous les confinements

### 5.3.5 Perméabilités relatives ramenées à la valeur initiale K(0, 5)

Comme indiqué auparavant, nous allons analyser la perméabilité des grès en rapportant la perméabilité effective  $K(S_w, P_c)$  à K(0, 5 MPa). Ceci présente l'avantage de pouvoir comparer aisément entre elles les différentes courbes de perméabilité relative (une par confinement) et d'établir plus aisément des critères associés à la coupure hydraulique (permeability jail) en fonction de la gamme initiale de perméabilité K(0, 5 MPa) (voir par exemple la figure 5-15). Ceci est selon nous plus aisément exploitable par l'opérateur sur le terrain.

### 5.3.5.1 Critère pour le « permeability jail »

Ceci est assez arbitraire et doit être ramené (en termes de perméabilité relative) à la perméabilité initiale sèche K(0,5). On peut classer les échantillons en deux familles :

- K(0,5) inférieure à 100 µD (10 à 100 µD) alors  $K_{rg}$  doit être inférieure à 10<sup>-2</sup> qui nous donnerait une perméabilité effective de 0,1 à 1 µD.
- K(0,5) comprise entre 100 et 1000  $\mu$ D, nous proposons logiquement  $K_{rg}$  inférieure à  $10^{-3}$  pour rester dans la même fourchette de perméabilité effective. Ces critères seront indiqués sur les figures suivantes. Ceci est un nouvel avantage d'une représentation telle que celle proposée pour la perméabilité relative qui, pour chaque échantillon, est rapportée à une valeur unique K(0,5).

À faible confinement ( $P_c = 5$  MPa et  $P_c = 15$  MPa, cf. Figure 5-15 et Figure 5-16), nos critères n'indiquent aucune « permeability jail » pour les échantillons les plus perméables (et jusqu'à 80% de saturation en eau) alors que pour la gamme K(0,5) inférieure à 100  $\mu$ D on peut estimer qu'à 80% de  $S_w$  tous les échantillons sont « étanches » au gaz. Il faut un confinement d'au moins 30 MPa (Figure 5-17) pour que les échantillons les plus perméables deviennent « étanches » pour une saturation d'au moins 80%. Il faut 70% de saturation au moins pour qu'à 60 MPa (Figure 5-18), ces mêmes échantillons le soient également. Très logiquement, le couplage confinement saturation se décale vers les saturations plus faibles quand le confinement augmente pour obtenir la coupure hydraulique. Pour le gaz il s'établit, selon les critères choisis, entre 0,7 et 0,8 environ. Rappelons que le critère est celui d'un écoulement non significatif pour un temps normal (c'est-à-dire pas trop long). Si on distingue l'origine (en termes de perméabilité) des échantillons, on peut distinguer l'influence de la perméabilité initiale (Figure 5-18). On commence à voir une tendance qui sera renforcée sur les confinements plus élevés et qui confirme la moindre sensibilité du matériau plus perméable envers l'augmentation de saturation.

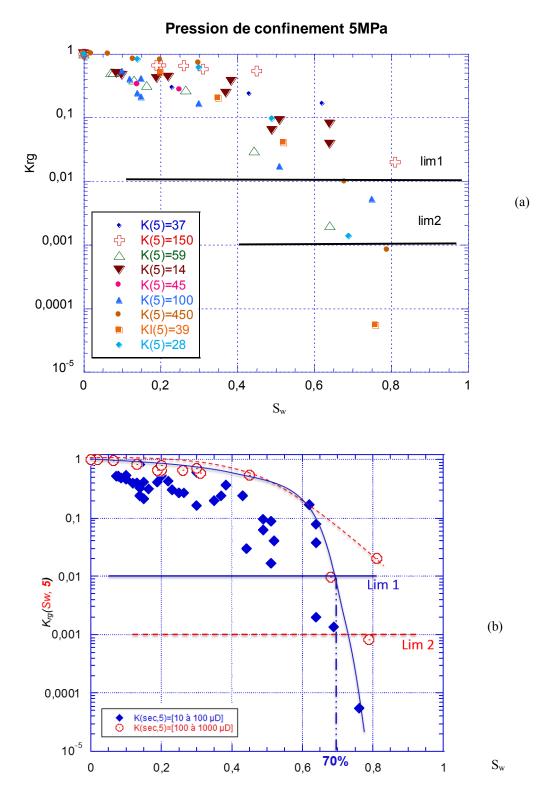


Figure 5-15 Perméabilité relative à 5 MPa, la perméabilité de référence est K(sec, 5 MPa) donnée : pour chaque échantillon (a) ou par catégorie d'échantillons (b) dans la légende de la figure en  $\mu D$ .

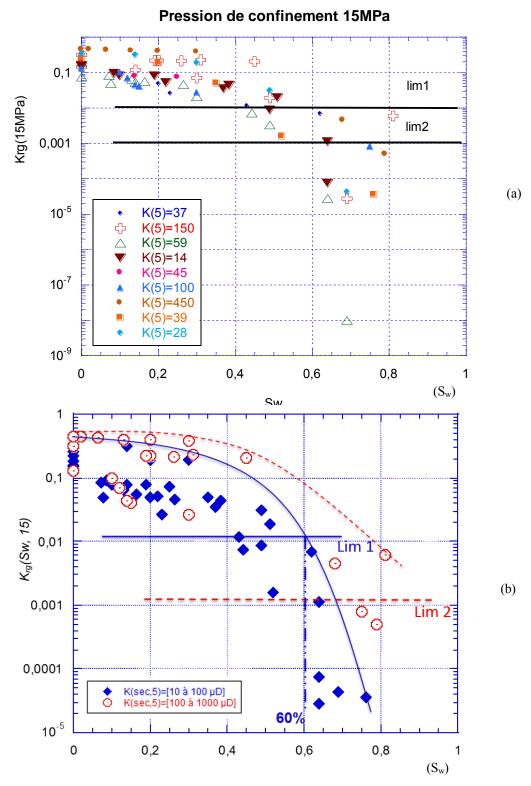


Figure 5-16. Perméabilité relative à 15 MPa, la perméabilité de référence est *K(sec, 5 MPa)* donnée : pour chaque échantillon (a) ou par catégorie d'échantillons (b) dans la légende de la figure en μD.

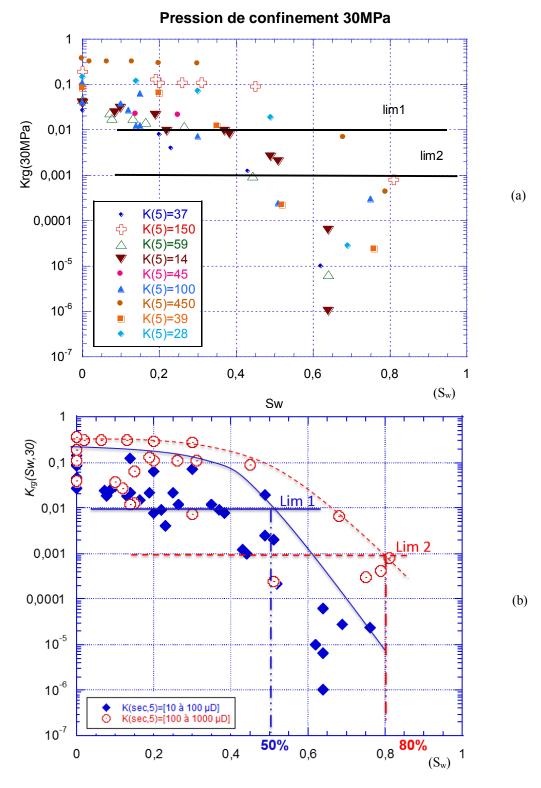


Figure 5-17. Perméabilité relative à 30 MPa, la perméabilité de référence est *K(sec, 5 MPa)* donnée : pour chaque échantillon (a) ou par catégorie d'échantillons (b) dans la légende de la figure en μD.

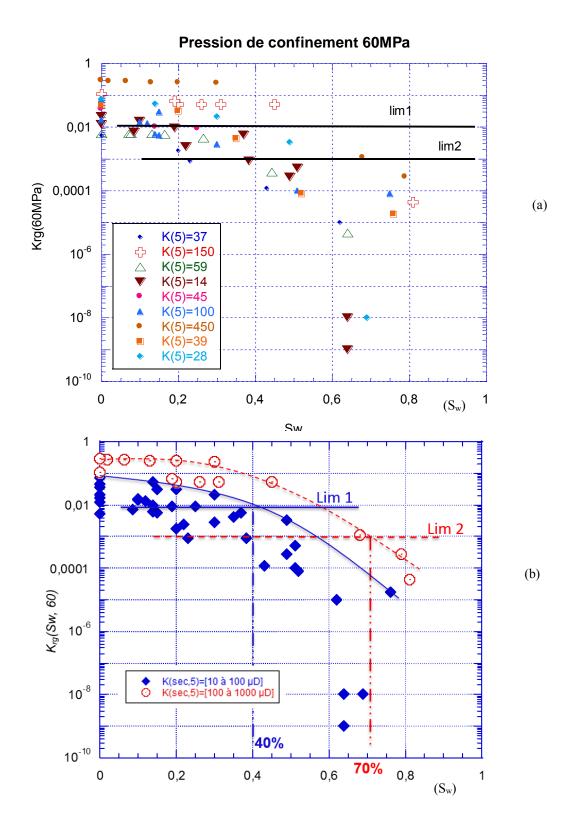


Figure 5-18. Perméabilité relative à 60 MPa, la perméabilité de référence est *K(sec, 5 MPa)* donnée : pour chaque échantillon (a) ou par catégorie d'échantillons (b) dans la légende de la figure en μD.

Les figures 5-14 à 5-18 montrent à la fois le très net effet du confinement, couplé à la perméabilité initiale à l'état sec. C'est pour cette raison que nous avons pris comme référence K(sec, 5 MPa) qui est beaucoup plus objective pour évaluer à la fois les effets de  $P_c$  et de la saturation. Les seuils de « permeability jail », exprimés en fonction de la saturation, se décalent fortement vers les faibles saturations quand le confinement augmente; ceci est en parfaite concordance avec les informations tirées du réseau poreux par la figure 5-8 et par la sensibilité initiale au confinement. Il apparaît aussi très nettement l'effet de la perméabilité initiale avec deux groupes qui se distinguent : « faible » perméabilité initiale (10 – 100 μD) et perméabilité initiale « moyenne » (100 – 1000 μD). Pour ces derniers, il est clair qu'à un confinement donné, la saturation faible (jusqu'à au moins 50%) n'influe pas sur la perméabilité relative. Il faut monter à des hauts niveaux de saturation pour obtenir une très faible perméabilité au gaz, mais, dans ce cas, la notion de « jail » disparaît car ce phénomène s'observe pour tous les milieux poreux. On peut au contraire observer que pour les faibles perméabilités initiales, on a une sensibilité très grande envers le confinement se traduisant par des seuils bas de saturation entraînant l'imperméabilité au gaz. On peut ainsi voir, dans la figure 5-18 que la limite 1 est atteinte pour des saturations aussi faibles que 40% pour les échantillons initialement peu perméables. On peut même supposer que ce seuil serait plus faible in-situ car le confinement y est plus élevé (a priori) vue la profondeur d'où ceux-ci sont extraits. Pour résumer, on a donc :

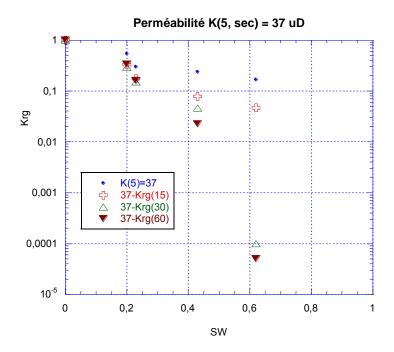
- À faible confinement, il faut aller au-delà de 80% de saturation pour que tous les échantillons soient étanches au gaz ;
- Au confinement maximum de 60 MPa, les échantillons les moins perméables initialement sont étanches au gaz dès 40% de saturation ;
- Au confinement maximum de 60 MPa, les échantillons les plus perméables initialement sont étanches au gaz au-delà de 70% de saturation (et 80% à  $P_c$  = 30 MPa);

L'augmentation du confinement diminue systématiquement la saturation seuil au-delà de laquelle le matériau est imperméable au gaz. Par exemple, pour les moins perméables ce  $S_w$  seuil vaut : 70% à 5 MPa, 60% à 15 MPa, 50% à 30 MPa et 40% à 60 MPa ; pour les plus perméables ce seuil de  $S_w$  vaut : 80% à 30 MPa et 70% à 60 MPa.

Il y donc un effet très net du confinement pour tous les grès étudiés mais qui dépend relativement de la perméabilité initiale du matériau. Les figures ci-dessous vont en donner l'exemple. On peut en effet observer dans la figure 5-19 que, pour un échantillon à faible

perméabilité initiale sèche, l'influence du confinement se fait sentir dès les faibles saturations, ce qui n'est pas le cas pour un échantillon à forte perméabilité initiale pour lequel, même à forte saturation, le confinement joue peu. C'est également très net dans la figure 5-20 et le confinement pour l'échantillon le plus perméable ne semble impacter la perméabilité qu'à un haut niveau de saturation. On peut aussi voir dans ces deux figures que, pour les échantillons les plus perméables, la perméabilité varie peu jusqu'à une saturation qu'on situera aux alentours de 45 - 50%.

On pourra ensuite observer dans la figure 5-21 l'intérêt du changement de référence pour représenter la perméabilité relative. On est ici en présence d'un échantillon faiblement perméable (perméabilité initiale de  $28 \mu D$ ). La première partie de cette figure représente la perméabilité relative « traditionnelle », la deuxième porte sur la perméabilité relative dont la référence est la perméabilité initiale à 5 MPa de confinement ( $28 \mu D$ ), valeur unique qu'il suffit de multiplier par  $K_{rg}$  pour obtenir la perméabilité effective introduite dans les calculs et simulations. L'effet du confinement apparaît plus nettement avec cette référence unique que nous pensons plus commode d'utilisation et plus parlante pour l'ingénieur de terrain.



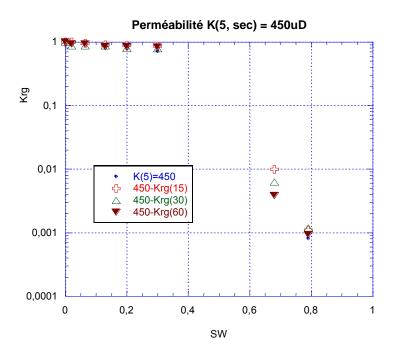
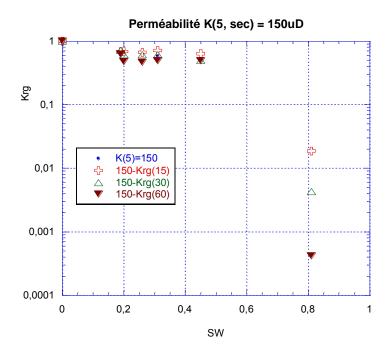


Figure 5-19. Comparaison de l'influence du confinement sur la perméabilité relative de deux échantillons à perméabilité initiale contrastée



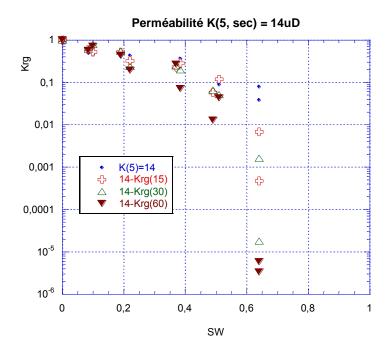
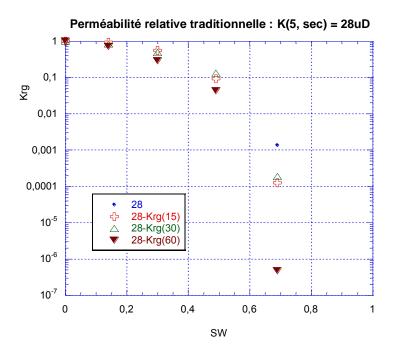


Figure 5-20. Comparaison de l'influence du confinement sur la perméabilité relative de deux échantillons à perméabilité initiale contrastée



# Perméabilité relative en relation avec la perméabilité initiale - 28μD

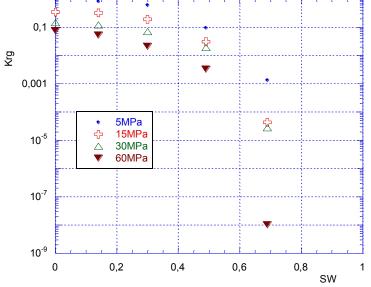


Figure 5-21. Comparaison des perméabilités relatives traditionnelles ou rapportées à la perméabilité sèche initiale

# 5.3.6 Nouvelle tentative d'analyse et de représentation de l'effet de la saturation et du confinement

Dans les paragraphes précédents, on a pu observer quelques tendances « lourdes » sur la sensibilité du grès étudié à l'effet conjoint du confinement et de la saturation en eau. À l'état sec, cette sensibilité se traduit par la comparaison de  $K(P_c)/K(5)$  avec 1 qui traduirait une non influence du confinement. Plus on se rapproche de 0, plus le matériau est sensible à  $P_c$ . Dans la figure 5-13, on voit nettement la relation avec K(5) qui se traduit par une plus grande sensibilité au confinement à l'état sec quand K(5) est faible (c'est aussi vrai envers la porosité). La figure 5-13 ne fait qu'exprimer la sensibilité au confinement à l'état sec et il serait donc judicieux d'intégrer dans cette sensibilité l'effet de la saturation. On va se limiter dans cette analyse au confinement maximal qui est le plus intéressant in-situ soit 60 MPa. L'idée est de représenter la perméabilité relative à 60MPa rapportée à K(5 MPa) soit  $K(S_w, 60)/K(0, 5)$ , en fonction de la sensibilité à l'état sec, soit  $K(0, P_c)/K(0, 5)$  et de la saturation. Pour faciliter la lecture ou l'analyse d'une représentation qui serait « tridimensionnelle », on se propose de travailler par tranche de saturation de 10% et d'obtenir ainsi une vue d'ensemble du comportement du matériau. On trouvera cette vue d'ensemble dans la figure 5-22 ci-dessous. Différents repères permettent de l'analyser tel le segment de droite en trait fin noir- en haut à gauche de la figure – qui représente l'égalité  $K(S_w, 60)/K(0, 5) = K(sec, 60)/K(0, 5)$ . Ce même segment est tracé à partir du point 1 qui est la valeur maximale de K(sec, 60)/K(0, 5) obtenue pour l'ensemble des échantillons. Ainsi, si pour une tranche de saturation donnée et une valeur initiale de K(sec, 60)/K(0, 5), on obtient un point  $[x = K(sec, 60)/K(0, 5); y = K(S_w, 60)/K(0, 5)]$ 5)] situé sur cette droite ou à sa proximité, cela traduit que pour cette tranche de saturation la perméabilité effective ( $K(S_w, 60)$ ) s'écarte peu de sa valeur à l'état sec. D'un autre côté, on peut immédiatement repérer, en fonction de la sensibilité au confinement, pour quelle tranche de saturation on a la coupure hydraulique – nous l'avons situé au niveau de la limite 2 précédente (droite rouge horizontale « Lim 2 »)

La figure 5-22 permet donc d'affiner l'analyse en traduisant la sensibilité de  $K_{rg}(60 \text{ MPa})$  à la sensibilité initiale au confinement, i.e. le rapport K(sec, 60)/K(sec, 5). Bien que le nombre de résultats ne soit pas encore suffisant, les premières tendances apparaissent :

- Pour les échantillons dont le rapport K(sec, 60)/K(sec, 5) n'est pas trop petit, i.e. de sensibilité modérée au confinement, la perméabilité relative  $K_{rg}(60 \text{ MPa})$  suit ce rapport, elle est donc peu sensible à la saturation et uniquement au confinement. Il faut monter à de hauts niveaux de saturation pour pouvoir atteindre la limite 2.
- Si le rapport K(sec, 60)/K(sec, 5) diminue (entre  $5.10^{-3}$  et  $5.10^{-2}$ ), la perméabilité relative devient de plus en plus sensible à la saturation et s'écarte d'autant plus de K(sec, 60)/K(sec, 5) que ce rapport est petit.
- Quel que soit le rapport K(sec, 60)/K(sec, 5), il existe un domaine de saturation (entre 60 % et au-delà) pour lequel  $K_{rg}$  est toujours très faible entre  $10^{-7}$  et  $10^{-3}$  pour les très faibles valeurs du rapport K(sec, 60)/K(sec, 5). Une saturation dans la gamme 30 40% peut suffire pour induire la coupure hydraulique.

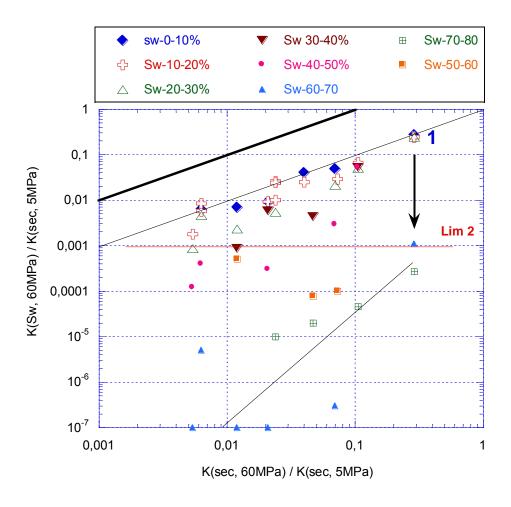


Figure 5-22. Influence de *K(sec, 60 MPa) / K(sec, 5 MPa)* sur la perméabilité relative à 60 MPa. Représentation en « tranches » de saturation

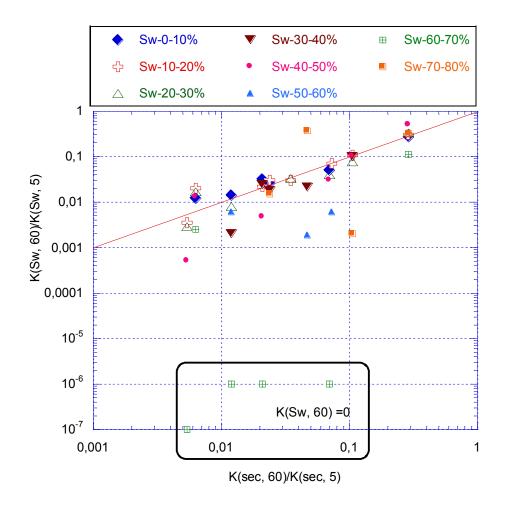


Figure 5-23. Évaluation de la sensibilité au confinement en fonction de la sensibilité initiale

La figure 5-23 a été tracée pour évaluer la sensibilité au confinement du matériau dans un état de saturation partielle. On représente cette sensibilité par le rapport  $K(S_w, 60)/K(S_w, 5)$  qui est pertinent car les deux éléments sont relatifs à la même saturation. Pour évaluer si la saturation modifie ce rapport, on le représente en fonction de la sensibilité initiale K(sec, 60)/K(sec, 5). Le segment rouge correspond, comme précédemment, à l'égalité des rapports (secs et saturés). Les points situés sur ce segment indiquent qu'il n'y a aucun effet de la saturation sur la sensibilité au confinement. Les points situés au-dessus de ce segment traduisent que la diminution de la perméabilité relative est plus due à l'augmentation de la saturation qu'à celle du confinement (moins de sensibilité au confinement qu'à l'état sec) ; les points en dessous de ce segment montrent un gain de sensibilité au confinement. Cette représentation est assez instructive également car elle montre que, sauf dans certains cas particuliers – correspondant à un haut niveau de saturation – la sensibilité vis-à-vis du

confinement à l'état partiellement saturé reste peu ou prou la même que celle à l'état sec. C'est une illustration supplémentaire du rôle crucial (et indicatif) de l'importance de la sensibilité du confinement à l'état sec qui pilote la sensibilité à l'état saturé.

### 5.4 Conclusion

L'acquisition de nombreux résultats sur les perméabilités relatives a fait apparaître de fortes corrélations entre la perméabilité initiale et le confinement. Nous avons, pour établir des bases de comparaison plus objectives, choisi de définir une perméabilité relative, à confinement  $P_c$  et saturation en eau  $S_w$ , par  $K_{rg}(S_w, P_c) = K_{eff}(S_w, P_c)/K(sec, 5MPa)$ . La donnée de  $K_{rg}$  et K(5) suffit alors à obtenir  $K_{eff}$  qui est la donnée utile sur le terrain.

On a ainsi pu montrer que la sensibilité au confinement à l'état sec est d'autant plus grande que la perméabilité initiale (ou la porosité) est faible (Figure 5-13).

On peut distinguer des familles d'échantillons de « forte » perméabilité pour lesquels le confinement joue peu pour la perméabilité relative qui ne devient très faible qu'aux hauts niveaux de saturation et pour lesquels le phénomène de « permeability jail » devrait être marginal. L'ordre de grandeur de ces perméabilités initiales (état sec) est de 100 à 1000 µD.

La famille d'échantillons dans la gamme de perméabilité initiale 10 à 100  $\mu D$  est en revanche beaucoup plus sensible au confinement et à la saturation et on peut rendre le matériau imperméable au gaz à des saturations inférieures à 40% et des confinements de 60 MPa.

Les figures 5-15 à 5-18 sont très claires en justifiant les remarques précédentes et en permettant de dégager, selon les familles de perméabilité, les saturations et confinement critiques selon un critère choisi de perméabilité relative faible,  $10^{-2}$  ou  $10^{-3}$  par exemple.

La figure 5-22 complète très utilement ces observations en prenant comme base des « gammes de saturation » et en permettant sur un seul schéma d'observer à la fois l'influence du confinement et de la saturation sur la perméabilité relative à 60 MPa. Cette perméabilité relative est donnée en fonction de K(60 MPa, sec)/K(5 MPa, Sec) qui permet de prendre en compte la seule sensibilité initiale au confinement (sans intervention de la saturation). On voit nettement que si cette sensibilité initiale est faible, la saturation (modérée) ne joue pas sur la perméabilité relative qui suit alors exclusivement K(60, Sec)/K(5, Sec). En parallèle, il est très

net qu'il faut atteindre une certaine sensibilité initiale pour différencier l'effet de la saturation sur  $K_{rg}(60)$ . Ceci est valable pour les faibles saturations et on peut remarquer qu'aux hauts niveaux, celle-ci l'emporte naturellement pour rendre l'échantillon imperméable au gaz.

La sensibilité initiale au confinement, corrélée avec la seule perméabilité initiale ou la porosité globale, permet dès lors de dégager des gammes de saturation pour lesquelles on aura « permeability jail » à 60 MPa.

## Chapitre 6. Conclusions et Perspectives

### **6.1 Conclusions**

Dans le contexte des réservoirs dits non conventionnels, la perméabilité de la roche est une donnée essentielle pour évaluer le potentiel d'un site. La morphologie particulière des « grès tight » (faible porosité, faible perméabilité) les rend particulièrement sensibles à la saturation liquide et au chargement mécanique. Dans certains cas, la conjonction entre saturation liquide et confinement hydrostatique peut aboutir à un phénomène appelé « permeability jail » caractérisant des conditions dans lesquelles ni l'eau ni le gaz ne sont mobiles. Ce travail de thèse visait à caractériser des échantillons de grès tight provenant d'un forage situé en Allemagne. La caractérisation a porté sur la description de la structure pétro-physique des échantillons par le biais d'observations aux microscopes optique et électronique à balayage, de mesure de la porosité accessible à l'eau et d'essais de porosimétrie par intrusion mercure. Des méthodes de prédiction de la perméabilité au gaz et de la perméabilité relative reposant sur l'interprétation des courbes de porosimétrie mercure ont été mises en œuvre et les résultats comparés aux mesures expérimentales. Enfin, une campagne expérimentale complète a visé à étudier l'influence de la saturation liquide et du chargement mécanique sur l'évolution des propriétés de transfert.

La microstructure (minéralogie et structure poreuse) est très variable d'un échantillon à l'autre. Pour certains échantillons, cette microstructure apparaît relativement homogène à l'échelle de la carotte, mais pour d'autres, la présence de veines liées à la diagenèse et à la sédimentation du matériau rendent délicates la généralisation des observations micrographiques à la carotte. Les observations microscopiques ont montré que l'état de cimentation, la régularité des grains et la teneur en minéraux annexes, sont très variables. Les grès ont ainsi été classés selon la nature de leur microstructure et leur degré de cimentation. On note que la perméabilité au gaz à l'état sec par exemple n'est pas directement dépendante de l'homogénéité du grès ou de son hétérogénéité. Ces observations ne dispensent donc pas d'une identification directe des propriétés pétro-physiques et de transport de gaz des grès.

Les mesures de porosimétrie par intrusion de mercure ont mis en évidence les différences de répartition de tailles de pore entre les échantillons. Les tailles de pore majoritaires varient de 1,3 à 0,68 µm pour les échantillons dont la porosité totale dépasse 7% et le pic de taille de pore est assez étroit. Lorsque la porosité totale diminue, les tailles de pores diminuent également et il ne se dégage pas de pic de répartition très net : il s'agit plutôt là des carottes d'origine fluviale ou lacustre présentant des teneurs plus élevées en argile. Les courbes de porosimétrie mercure ont également été interprétées au moyen de méthodes classiques d'évaluation des perméabilités intrinsèques et relatives (Kamath, Thomeer et Swanson). Des choix, plus ou moins arbitraires, ont dû être faits pour corriger les résultats bruts (mise en conformité), pour forcer la cohérence physique des paramètres de fittage, et pour permettre une comparaison directe des perméabilités relatives estimées et mesurées expérimentalement (la saturation résiduelle a été contrainte égale à 0). La méthode de Kamath semble la plus adaptée aux matériaux de cette étude. Les méthodes reposant sur l'utilisation de la porosité totale accessible à l'eau ou sur les diamètres principaux d'entrée de pore font apparaître de bonnes corrélations mais qui ne sont pas généralisables à tous les échantillons de l'étude.

Les effets couplés du confinement hydrostatique et de la teneur en eau étant complexes, un mode de représentation spécifique a été choisi pour établir des bases de comparaison plus objectives. La perméabilité relative a été ainsi définie, à confinement  $P_c$  et saturation en eau  $S_w$ , par  $K_{rg}(S_w, P_c) = K_{eff}(S_w, P_c)/K(sec, 5 MPa)$ . La donnée de  $K_{rg}$  et K(5) suffit alors à obtenir  $K_{eff}$  qui est la donnée utile sur le terrain. On a ainsi pu montrer que la sensibilité au confinement à l'état sec est d'autant plus grande que la perméabilité initiale (ou la porosité) est faible. On peut distinguer des familles d'échantillons de « forte » perméabilité (100 à 1000  $\mu$ D) pour lesquels le confinement joue peu pour la perméabilité relative qui ne devient très faible qu'aux hauts niveaux de saturation. La famille d'échantillons dans la gamme de perméabilité initiale 10 à 100  $\mu$ D est en revanche beaucoup plus sensible au confinement et à la saturation et on peut rendre le matériau imperméable au gaz à des saturations inférieures à 40% et des confinements de 60 MPa.

## 6.2 Perspectives et travaux futurs envisagés

Le phénomène physique de « permeability jail » (pour le gaz) qui a été mis en évidence dans le chapitre 5 est lié à l'augmentation de saturation en eau combinée à une pression de confinement qui en accélère plus ou moins l'apparition. C'est-à-dire que la saturation en eau, nécessaire à l'apparition du « jail » va diminuer quand le confinement augmente et ce d'autant

plus que la perméabilité initiale sèche est faible. À l'état sec, un grès tight est déjà sensible au confinement et cette sensibilité est également liée à la perméabilité initiale à l'état sec (plus elle est faible – plus la roche est sensible au confinement). Ce point est assez classique car le réseau poreux d'un grès très perméable est composé de pores larges [Dana, 2002 a ; Dana, 2002 b] qui vont de manière prépondérante être le lieu de l'écoulement gazeux. Même si quelques fissures sont présentes, leur fermeture par le confinement n'a qu'un impact faible sur la perméabilité. Une roche peu perméable, fissurée, sera en revanche sensible au confinement, car les fissures sont un lieu de passage d'une proportion importante de gaz, leur fermeture va fortement diminuer la perméabilité. Si ces mêmes fissures relient des gros pores entre eux, leur fermeture va encore plus impacter la perméabilité (comme on l'a observé cf. paragraphe 3.6). La saturation croissante va alors occuper des vides qui peuvent être cruciaux dans le processus d'écoulement et ainsi naitra la phase de « permeability jail » plus ou moins tardive. Dans ce problème, très appliqué, il est indispensable de cerner le matériau par de nombreuses expérimentations qui permettent d'obtenir les nombreux résultats exposés dans le chapitre 4, mais il est aussi très intéressant de comprendre ce qui, dans la structure poreuse du matériau – puisqu'évidemment tous les phénomènes hydrauliques en découlent - et dans son comportement, engendre le « permeability jail ». C'est une perspective importante, que nous allons détailler un peu plus loin, et qui va faire appel à des outils poromécaniques « dédiés ».

Un autre point n'a pas non plus été détaillé dans ce manuscrit et concerne les hauts niveaux de saturation en eau. Nous avons vu dans le chapitre 2 que l'utilisation de solutions salines saturées ne permettait pas d'obtenir (même à 98% d'humidité relative) les hauts niveaux de saturation qui vont rendre le matériau plus sensible au confinement i.e. le rendre imperméable au gaz même à confinement faible. Pour obtenir les saturations élevées évoquées dans le chapitre 5, il avait fallu sécher très peu le matériau en étuve et laisser la saturation s'équilibrer dans le matériau en le laissant reposer en enveloppe hermétique sous vide pendant plusieurs jours, comme décrit dans le paragraphe 2.1.5. Cette technique est utile pour mesurer ensuite les perméabilités relatives et effectives, mais est inapte à donner la moindre information sur le début de la courbe de succion (pression capillaire très faible – saturation en eau grande). Or c'est aussi dans cette courbe qu'on trouvera de nouvelles informations permettant de « comprendre » la structure poreuse à une échelle macroscopique. La deuxième partie concernant les perspectives liées à ce travail de thèse évoque ce problème spécifique avec la mise au point d'un nouvel essai par poussée de gaz.

### 6.2.1 Les essais poro-mécaniques et de mesure de porosité sous charge

Cette thèse sur les grès de Rotliegend a été précédée de quelques travaux sur d'autres grès tight dits de « Touat ». Ces grès sont plus homogènes et viennent d'un massif moins profond (entre 2 et 3000 mètres). Certaines observations microscopiques (par MEB) ont montré que le réseau poreux pouvait être constitué de fins chemins fissurés (joints de grain par exemple) reliant de plus larges pores (Figure 6-1(a)).

D'autres observations ont permis de découvrir un matériau plus riche en argile et des joints de grains mieux cimentés. L'absence de gros pores est aussi possible (Figure 6-1(b)).

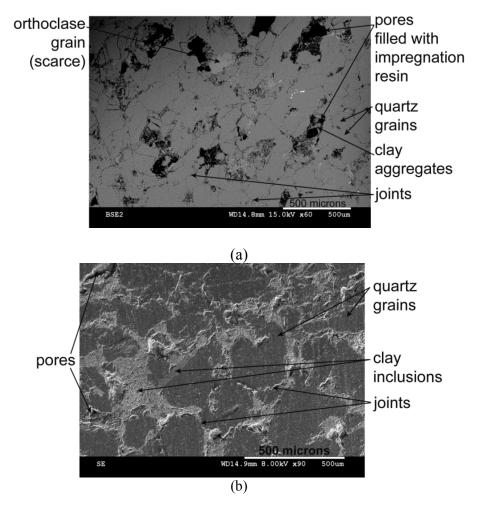
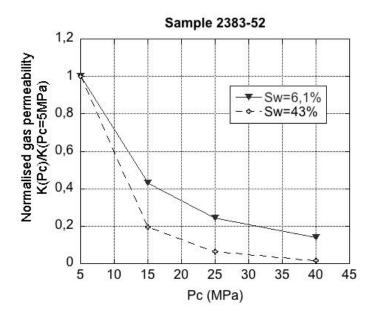


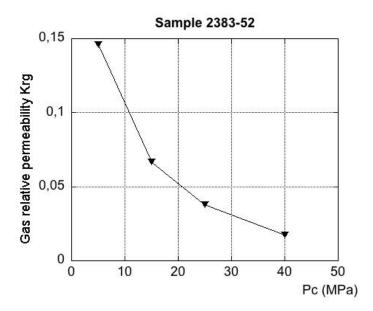
Figure 6-1. Observations microscopiques (par MEB) pour le grès de Rotliegend

De telles différences de structure laissent penser que l'on aura de forts contrastes de comportement hydraulique, i.e. impact conjoint du confinement et de la saturation sur la

perméabilité au gaz. C'est effectivement ce que l'on observe, même pour des échantillons parfois géographiquement proches. On peut voir dans les figures 6-2 et 6-3 le comportement contrasté de deux échantillons voisins. L'échantillon n.2383-52 (Figure 6.2 (a)), présente une perméabilité relative sensible au confinement. Cet effet est exacerbé par la saturation (on peut penser à une fermeture de pores clefs due à  $P_c$ ). L'échantillon n.2384-53 (Figure 6.3 (a)) a une perméabilité relative qui paraît insensible au confinement. Ces affirmations doivent néanmoins être rapportées à la saturation d'étude qui était de 41% - 43%.

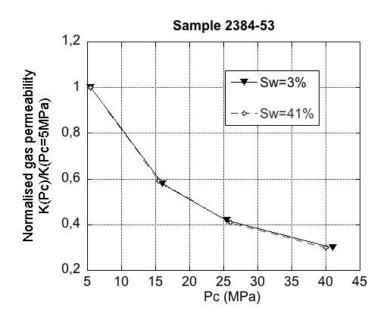


(a). Perméabilité normalisée à niveau de saturation  $S_w$  faible ou intermédiaire

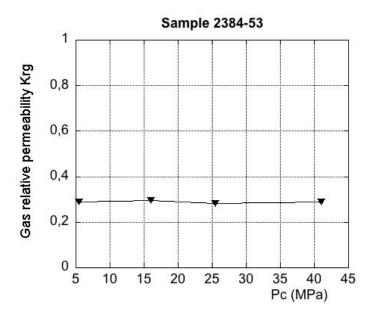


(b). Perméabilité relative à  $S_w = 43\%$  avec confinement croissant ( $K(43\%, P_c)/K(0, P_c)$ )

Figure 6-2. Perméabilité de l'échantillon Touat n. 2383-52



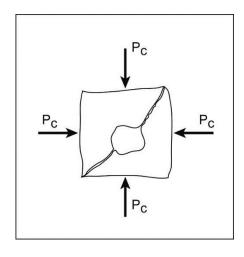
(a). Perméabilité normalisée à niveau de saturation  $S_w$  faible ou intermédiaire

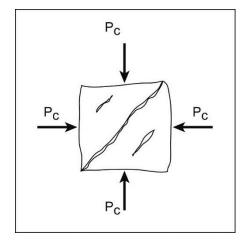


(b). Perméabilité relative à  $S_w = 41\%$  avec confinement croissant ( $K(41\%, P_c)/K(0, P_c)$ )

Figure 6-3. Perméabilité de l'échantillon Touat n.2384-53

On peut alors imaginer, à partir des figures 6-1 (a) et (b) des schémas de microstructure tels qu'illustrés dans la figure 6-4.





(a). Echantillon n.2383-52

(b). Echantillon n.2384-53

Figure 6-4 : Représentation simplifiée d'une possible microstructure

Le cas de la figure 6-4(a) pourrait être synonyme d'une forte dépendance de la perméabilité relative avec le confinement et le cas de la figure 6-4(b) pourrait être lié à une moindre dépendance. Les essais poromécaniques ont montrés, dans ce cas, le bien fondé d'un tel schéma par la mesure du module d'incompressibilité de la matrice solide des deux échantillons. On peut en voir le résultat ci-dessous (Figure 6-5).

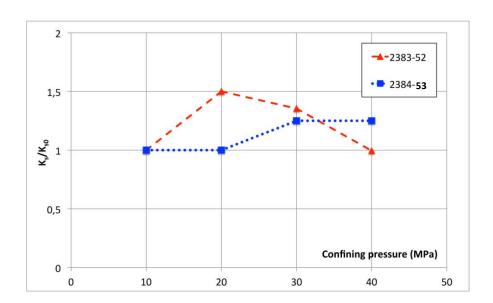


Figure 6-5. Rapport normalisé du module de la matrice solide  $K_s/K_{s0}$  pour les deux échantillons n.2384-53 et n.2383-52, à pression de confinement croissante.

On peut voir dans la figure 6-5 un effet « paradoxal » d'un raidissement de la matrice suivi d'un assouplissement sous un confinement croissant (échantillon n.2383-52) et d'un raidissement continu pour l'échantillon n.2384-53 (effet « logique »). Ce phénomène a pu être reproduit et visualisé pour d'autres matériaux ; l'enthousiasme doit cependant être pondéré par le fait qu'on trouve souvent (plus ou moins) un niveau de confinement qui entraîne cet assouplissement. Il y a en fait deux effets compétitifs qui vont jouer sur la rigidité de la matrice et que la figure 6-1 peut parfaitement expliciter : une fermeture de fissures entraînant le raidissement et/ou des vides piégés par cette même fermeture entraînant l'assouplissement. La mesure des modules ne peut qu'imparfaitement refléter l'origine du phénomène de « permeability jail ». De plus, déduire le module de cette matrice par des essais macroscopiques de variation de pression de pore, est lié à certaines hypothèses (discutables) d'homogénéité. On lui préfèrera ainsi une mesure plus directe de variation de porosité sous confinement qu'on comparera en parallèle à la déformation volumique de l'échantillon. On aura ainsi affaire à une observation plus objective d'un piégeage possible de certains pores. La technique utilisée est présentée dans le paragraphe 2.5. Cette technique permet d'observer des comportements différents selon les matériaux (Figure 6-6).

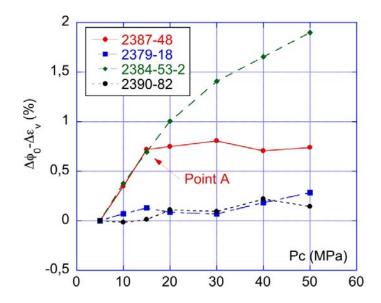


Figure 6-6. Différence entre la porosité mesurée au gaz et la déformation volumique en fonction du confinement. Un écart franchement positif indique que des pores sont piégés dans la matrice. (Cas du n.2384-53-2 et du n.2387-48)

Dans la figure 6-6,  $(\Delta\phi_0 - \Delta\epsilon_v)$  représente l'écart entre la porosité mesurée au gaz et la déformation volumique en fonction du confinement. Pour l'échantillon n.2387-48, on assiste à deux phases distinctes : jusqu'au point A, on peut estimer que l'on piège beaucoup de pores puisqu'au-delà de ce point, on ferme des fissures. Pour les échantillons n.2379 et n.2390 on ferme surtout des fissures et on piège peu de pores. L'échantillon n.2384 montre une prédominance dans le piégeage des pores.

On peut aussi représenter la variation de perméabilité normalisée en fonction de la variation relative de porosité, c'est la Figure 6-7.  $\Delta\phi_0$  est la variation de la porosité mesurée au gaz,  $\phi_0$  est la porosité mesurée au gaz. Dans cette figure on peut nettement observer la transition indiquée par le point A et la chute plus brutale de perméabilité après ce point correspondrait à une fermeture de fissures devenues prédominantes pour l'écoulement.

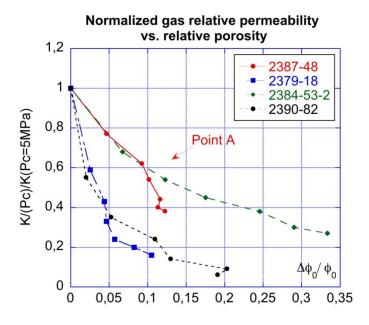


Figure 6-7. Variation de perméabilité normalisée (indicatrice de l'effet du confinement) en fonction de la variation relative de porosité

En conclusion partielle, on peut estimer que l'outil « mesure de porosité sous confinement » est d'une grande utilité pour comprendre le comportement hydraulique macroscopique du grès tight, plus utile même que l'outil « poromécanique ». Cette mesure de porosité sous charge peut également être réalisée sur des échantillons partiellement saturés. Intuitivement, on peut penser que cette technique peut apporter beaucoup en complément d'outils d'observation microscopique (micro-tomographe, bientôt opérationnel au laboratoire et MEB). C'est pour

cette raison que nous la plaçons au premier rang de nos perspectives dans les études futures sur ce type de matériau.

### 6.2.2 La désaturation par poussée

Les travaux menés dans cette thèse permettent de caractériser le comportement hydraulique d'échantillons de grès tight en fonction de leur saturation en liquide et du chargement mécanique appliqué. Comme cela a été rappelé dans le chapitre d'introduction de ce mémoire, ces données sont primordiales afin de juger le potentiel de production d'un gisement. Les incertitudes de mesures peuvent générer d'importants écarts entre la production réelle et celle qui était attendue pour assurer la rentabilité de l'exploitation. Une des pistes d'amélioration concerne l'obtention d'isothermes de désorption sous contraintes.

En effet, les isothermes de désorption utilisés dans ce travail et plus généralement dans l'industrie sont principalement issues, soit de l'interprétation d'essais de porosimétrie mercure (il est alors difficile de définir l'état de contrainte dans lequel ces courbes sont obtenues puisque la pression d'intrusion évolue en cours d'essai), soit par les méthodes de stabilisation sous humidité relative contrôlée (cf. paragraphe 2.1.5) sans pression de confinement. Cette étude, et de nombreuses études précédentes, ont insisté sur la sensibilité des roches de réservoirs compacts au confinement et sur la modification de leur structure poreuse et des diamètres d'entrée de pore (cf. paragraphe 4.5). Il est donc vraisemblable que les isothermes de désorption obtenues sous chargement mécanique seraient sensiblement différentes de celles obtenues à pression atmosphérique et les perméabilités relatives pourraient également être impactées. Ces considérations ont conduit à envisager, pour la poursuite de ce travail de thèse, la conception d'un dispositif permettant d'obtenir les isothermes de désorption et les courbes de perméabilité relative sous confinement.

De précédentes études se sont intéressées à cette question. La configuration qui est la plus souvent traitée est celle de deux fluides non compressibles et immiscibles ([Ramakrishnan, 1991] par exemple) comme l'huile et l'eau. Lorsque ces essais sont menés avec du gaz et de l'eau, les méthodes usuelles nécessitent l'établissement d'un état stationnaire généralement obtenu au moyen de céramiques semi-perméables ([Dana, 2002 a ; Dana, 2002 b]). Les temps de stabilisation sont extrêmement longs et il n'est pas possible de coupler ces essais à une mesure de perméabilité au gaz.

Le protocole expérimental envisagé s'appuie sur le dispositif et les méthodes d'interprétation proposées par Ramakrishnan [Ramakrishnan, 1991], et appliquées au cas eau/gaz.

Le protocole d'essai envisagé part d'un échantillon complètement saturé d'eau. L'échantillon est placé dans une cellule hydrostatique permettant d'appliquer un confinement représentatif des conditions in situ. Une surpression de gaz est générée sur la face amont de l'échantillon tandis que la face aval est au contact d'une réserve d'eau à pression atmosphérique (cf. Figure 6-8). Le différentiel de pression de gaz génère un déplacement de ce dernier qui va alors pousser une partie de l'eau contenue dans l'échantillon. L'échantillon va ainsi progressivement se dé-saturer jusqu'à atteindre un équilibre. À ce moment, seule la phase gaz est en mouvement et la pression du liquide est alors égale à la pression atmosphérique. La pression capillaire ainsi appliquée sur la face amont de l'échantillon est alors égale à la pression de gaz. Les points durs expérimentaux consistent alors à mesurer la perméabilité au gaz de l'échantillon partiellement dé-saturé et à déterminer sa saturation moyenne. Le protocole est ensuite répété à différentes pressions d'injection. À chaque palier, un équilibre est atteint mais la saturation dans l'échantillon n'est pas homogène puisqu'une face est à une pression capillaire  $p_{cap} = P_{gaz}$  et l'autre est à une pression capillaire nulle. La méthode d'interprétation proposée par Ramakrishnan permet de passer des mesures réalisées sur des échantillons dont la saturation n'était pas homogène à la définition des isothermes de désorption et aux courbes de perméabilité relative. L'interprétation proposée avait toutefois été écrite pour deux fluides incompressibles et une adaptation est donc nécessaire.

Certaines difficultés expérimentales et théoriques demandent encore à être résolues. Néanmoins, les résultats attendus apporteraient un éclairage intéressant quant à la compréhension du comportement du réseau poreux sous confinement (en comparant les résultats obtenus pour différents confinements) et une précision accrue et utile pour l'estimation des ressources exploitables d'un gisement.

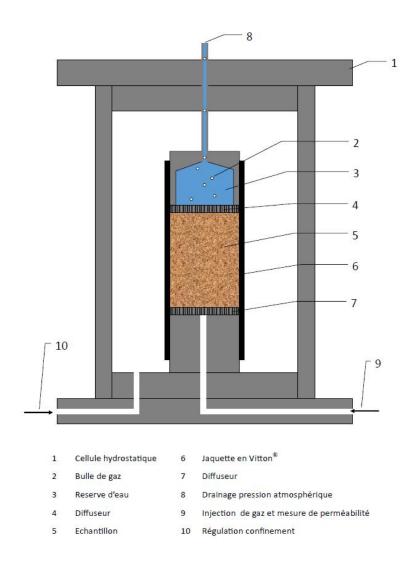


Figure 6-8. Schéma de principe de l'essai de dés-saturation par poussée.

## Références

- [Byrnes, 1993] Byrnes A. P. and Keighin W.C., Effect of confining stress on pore throats and capillary pressure measurements, selected sandstone reservoir rocks (abstract), AAPG Annual Meeting Program, Vol. 2: 82, New Orleans, Louisiana, April 25-28, 1993.
- [Comisky, 2007] Comisky J, Newsham K, Rushing J, et al. A comparative study of capillary-pressure-based empirical models for estimating absolute permeability in tight gas sands [C]//SPE Annual Technical Conference and Exhibition. 2007.
- [Coskuner, 2006] Coskuner G. Completion operations in low permeability deep basin gas reservoirs: To use or not to use aqueous fluids, that is the question [J]. Journal of Canadian Petroleum Technology, 2006, 45(10).
- [Cossé, 1988] Cossé R. Techniques d'exploitation pétrolière: Le Gisement [M]. Editions Technip, 1988. [Coussy, 2004] Coussy O. Poromechanics [M]. Wiley, 2004.
- [Chen, 2009] Chen X., Effet du chauffage sur le comportement mécanique et poro-mécanique de matériaux cimentaires Propriétés hydrauliques et changements morphologiques, thèse de Doctorat, Ecole Centrale de Lille, France, 2009.
- [Chen 2012] Chen W., Liu J., Brue F., Skoczylas F., Davy C.A., Bourbon B., Talandier J., Water retention and gas relative permeability of two industrial concretes, Cement and Concrete Research, Volume 42, Issue 7, July 2012, Pages 1001-1013, ISSN 0008-8846.
- [Dana, 1999] Dana E, Skoczylas F. Gas relative permeability and pore structure of sandstones [J]. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, 1999, 36(5): 613-625.
- [Dana, 2002 a] Dana E, Skoczylas F. Experimental study of two-phase flow in three sandstones. I. Measuring relative permeabilities during two-phase steady-state experiments [J]. International journal of multiphase flow, 2002, 28(11): 1719-1736.
- [Dana, 2002 b] Dana E, Skoczylas F. Experimental study of two-phase flow in three sandstones. II. Capillary pressure curve measurement and relative permeability pore space capillary models [J]. International journal of multiphase flow, 2002, 28(12): 1965-1981.
- [Duan, 2011] Duan Z, Agostini F, Liu J, et al. In situ concrete structures moisture measurement using a pulse test method [C]//Leung C, WAN K T. Proceeding of International RILEM Conference on Advance in Construction Materials Through Science and Engineering. 2011, 22.

- [Dubois, 2006] Dubois M K, Byrnes A P, Bhattacharya S, et al. Hugoton Asset Management Project (HAMP): Hugoton geomodel final report [J]. KGS Open File Report, 2006.
- [Fu, 2012a] Fu X, Brue F, Agostini F, et al. Influence de la pression de confinement, de la porosité et de la saturation sur la perméabilité au gaz des grès tight [C]. Transfert 2012, Lille. 2012.
- [Fu, 2012b] X. Fu, F. Agostini, L. Jeannin, C.A. Davy, F. Skoczylas. Effect of mechanical loading and water saturation on the gas recovery of tight gas: experimental study [C]. SCA 2012, Aberdeen, August 2012.
- [Greenspan, 1977] Greenspan L. Humidity fixed points of binary saturated aqueous solutions [J]. Journal of Research of the National Bureau of Standards, 1977, 81(1): 89-96.
- [Jeannin, 2011] Jeannin L., Davy. C. A, Skoczylas. F.,Portier. E., Fu. X., Agostini. F., Hydraulic Cut-Off And Gas Recovery Potential of Sandstones From Tight Gas Reservoirs: a Laboratory Investigation [C]. 45th U.S. Rock Mechanics / Geomechanics Symposium, San Francisco, California, 2011, 11-348.
- [Jones, 1980] Jones F O, Owens W W. A laboratory study of low-permeability gas sands [J]. Journal of Petroleum Technology, 1980, 32(9): 1631-1640.
- [Kamath, 1992] Kamath J, Boyer R E, Nakagawa F M. Characterization of core scale heterogeneities using laboratory pressure transients [J]. SPE formation evaluation, 1992, 7(3): 219-227.
- [Klinkenberg, 1941] Klinkenberg L J. The permeability of porous media to liquids and gases [J]. Drilling and production practice, 1941.
- [Land, 1968] Land C. Calculation of imbibition relative permeability for two-and three-phase flow from rock properties [J]. Old SPE Journal, 1968, 8(2): 149-156.
- [Lion, 2004] Lion M. Influence de la température sur le comportement poromécanique ou hydraulique d'une roche carbonatée et d'un mortier. Études expérimentales [D]. Université des Sciences et Technologie de Lille-Lille I, 2004.
- [Liu, 2011] Liu J. Etude expérimentale de la perméabilité relative des matériaux cimentaires et simulation numérique du transfert d'eau dans le béton [D]. Ecole Centrale de Lille, 2011.
- [Naik, 2008] Naik G C. Tight Gas Reservoirs-An Unconventional Natural Energy Source for the Future [J]. Accessado em, 2003, 1(07): 2008. www. sublette-se. org/files/tight\_gas. pdf.
- [Ostensen, 1983] Ostensen R W. Microcrack permeability in tight gas sandstone [J]. Old SPE Journal, 1983, 23(6): 919-927.

- [Ramakrishnan, 1991] Ramakrishnan T S, Cappiello A. A new technique to measure static and dynamic properties of a partially saturated porous medium [J]. Chemical engineering science, 1991, 46(4): 1157-1163.
- [Rockland, 1960] Rockland L B. Saturated salt solutions for static control of relative humidity between 5° and 40° C [J]. Analytical Chemistry, 1960, 32(10): 1375-1376.
- [Rushing, 2008] Rushing J, Newsham K, Blasingame T. Rock Typing: Keys to Understanding Productivity in Tight Gas Sands [C]//SPE Unconventional Reservoirs Conference. 2008.
- [Russel, 1982] Rossel N C. Clay mineral diagenesis in Rotliegend aeolian sandstones of the southern North Sea [J]. Clay Minerals, 1982, 17(1): 69-77.
- [Shanley, 2004] Shanley K W, Cluff R M, Robinson J W. Factors controlling prolific gas production from low-permeability sandstone reservoirs: Implications for resource assessment, prospect development, and risk analysis [J]. AAPG bulletin, 2004, 88(8): 1083-1121.
- [Skoczylas, 2003] Skoczylas F, Coussy O, Lafhaj Z. Sur la fiabilité des mesures des perméabilités hétérogènes par injection de gaz. Micropulse tests [J]. Revue française de génie civil, 2003, 7(4): 451-469.
- [Spencer, 1989] Spencer C W. Review of characteristics of low-permeability gas reservoirs in western United States [J]. AAPG Bulletin, 1989, 73(5): 613-629.
- [Ye, 2011] Ye S, Lü Z, Li R. Petrophysical and capillary pressure properties of the upper Triassic Xujiahe Formation tight gas sandstones in western Sichuan, China [J]. Petroleum Science, 2011, 8(1): 34-42.
- [Swanson, 1981] Swanson B F. A simple correlation between permeabilities and mercury capillary pressures [J]. Journal of Petroleum Technology, 1981, 33(12): 2498-2504.
- [Thingy, 2010] AD THINGY. "An information hub for all things related to resource exploration and production, Resource Geology", [en ligne] (2010), http://bancroftandpiedmont.blogspot.fr/2010/08/unconventional-gas.html [page consultée en 2013].
- [Thomeer, 1960] Thomeer J H M. Introduction of a pore geometrical factor defined by the capillary pressure curve [J]. Journal of Petroleum Technology, 1960, 12(3): 73-77.
- [Thomeer, 1983] Thomeer J H. Air permeability as a function of three pore-network parameters [J]. Journal of Petroleum Technology, 1983, 35(4): 809-814.
- [Total, 2013] Total. Des Gisements Spécifiques. [en ligne]. http://total.com/fr/energies-savoir-faire/petrole-gaz/exploration-production/secteurs-strategiques/gnc/presentation/gisements-specifiques [page consultée en 2013].

- [Vairogs, 1971] Vairogs J, Hearn C L, Dareing D, et al. Effect of rock stress on gas production from low-permeability reservoirs [J]. Journal of Petroleum Technology, 1971, 23(9): 1161-1167.
- [Ward, 1987] Ward J, Morrow N. Capillary pressures and gas relative permeabilities of low-permeability sandstone [J]. SPE Formation Evaluation, 1987, 2(3): 345-356.

### Coupure Hydraulique et Potentiel de Production en Gaz de Réservoirs de Grès « Tight » : Étude Expérimentale

Résumé: Les réservoirs dits « tight gas » sont constitués de grès de faible perméabilité ayant des propriétés pétro-physiques susceptibles de nuire à la productivité du gisement. Leur perméabilité intrinsèque est faible (inférieure à 0,1 mD soit  $10^{-16}$  m<sup>2</sup> sans chargement hydrostatique), leur porosité connectée est inférieure à 10% et ils présentent une forte sensibilité aux contraintes in situ comparé aux réservoirs conventionnels. De plus, une importante zone de transition est observée in situ, dans laquelle le matériau est partiellement saturé d'eau et qui peut s'étendre sur plusieurs centaines de mètres audessus de la nappe phréatique. Dans cette zone, dans laquelle la saturation est de l'ordre de 40 à 50%, ni l'eau ni le gaz ne sont suffisamment mobiles pour permettre une extraction industrielle : c'est ce que l'on appellera le « permeability jail ». Cette étude vise principalement à caractériser l'influence du chargement mécanique (via l'utilisation de différentes pressions de confinement) et de la nature des roches (roches provenant de différents puits et prélevées à différentes profondeurs) sur les courbes de perméabilité relative au gaz et les caractéristiques poro-mécaniques de ces roches. La porosité accessible à l'eau a été mesurée après séchage à 60°C puis saturation en eau sous vide et a effectivement mis en évidence des porosités faibles de 2 à 12%. La perméabilité intrinsèque au gaz a mis en évidence de fortes disparités sans lien avec la porosité des échantillons. Une grande sensibilité de la perméabilité relative au confinement a également été observée dès l'application de pressions de confinement de 15 à 30 MPa. Deux familles d'échantillons ont ainsi été identifiées. Les échantillons les plus perméables (perméabilité compris entre 100 – 1000 μD), sont peu sensibles au confinement et leur perméabilité relative ne chute qu'à partir de saturations de l'ordre de 50%. Les échantillons les moins perméables apparaissent beaucoup plus sensibles à la fois au confinement et à la saturation. Des méthodes classiquement utilisées dans le domaine pétrolier reposant sur l'interprétation d'essais de porosimétrie par intrusion mercure, ont également été mise en œuvre pour évaluer les perméabilités relatives et les comparer aux mesures expérimentales.

**Mots clés :** réservoir non conventionnel, grés, perméabilité relative, perméabilité au gaz, saturation en eau, confinement hydrostatique, porosimétrie mercure, coupure hydraulique.

## Hydraulic cut-off and gas recovery potential of sandstones from Tight Gas Reservoirs: a laboratory investigation

**Abstract:** So-called tight gas reservoirs are constituted of low permeability sandstones, which petro-physical properties may interfere with proper gas recovery. They have a low absolute permeability (below 0.1 mD i.e. 10<sup>-16</sup> m<sup>2</sup> under ambient conditions), a connected porosity lower than 10%, and a strong sensitivity to in situ stresses as compared to conventional reservoirs. Moreover, an important transition zone is observed in situ, where partial water saturation is present, and which may extend over several hundred meters over the free water table. In such zone, where water saturation is on the order of 40-50%, neither gas nor water seems sufficiently mobile for industrial extraction: this is the permeability jail. Our aim is to assess their actual petro-physical properties, namely porosity, gas permeability under varying hydrostatic stress and water saturation level, in relation with sandstone microstructure. Accessible water porosity was measured after drying at 60 ° C and water vacuum saturation and has effectively highlighted a low porosity of 2 to 12%. The intrinsic permeability to gas did not appeared related to the porosity of samples. A high sensitivity of gas permeability to confinement was observed. Two families of samples were identified. The more permeable samples (permeability between 100-1000 μD), are relatively insensitive to confinement and their relative permeability decrease for water saturation higher than 50%. Less permeable samples appear much more sensitive to mechanical loading and saturation. Methods classically used in oil and gas industry based on the interpretation of mercury intrusion porosimetry tests have also been used to evaluate relative permeability and compared with experimental measurements.

**Key words:** unconventional reservoir, sandstone, relative permeability, gas permeability, water saturation, hydrostatic confinement, mercury intrusion porosimetry, hydraulic cut-off.