

Pétrophysique et micromécanique des grès "tight" en relation avec leur microstructure

Yi Wang

▶ To cite this version:

Yi Wang. Pétrophysique et micromécanique des grès "tight" en relation avec leur microstructure. Génie civil. Ecole Centrale de Lille, 2016. Français. NNT: 2016ECLI0017. tel-01490256

HAL Id: tel-01490256 https://theses.hal.science/tel-01490256

Submitted on 15 Mar 2017 $\,$

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.

CENTRALE LILLE

THESE

Pr ésent ée en vue

D'obtenir le grade de

DOCTEUR

En

Sp écialit é : G énie Civil

Par

Yi WANG

DOCTORAT DELIVRE PAR CENTRALE LILLE

Titre de la thèse :

P étrophysique et microm écanique des gr ès « tight » en relation avec leur microstructure

Soutenue le 08 décembre 2016 devant le jury d'examen :

Pr ésident	Jian-Fu SHAO, Professeur, Polytech'Lille			
Rapporteur	Luc DORMIEUX, Professeur, Ecole des Ponts Paris Tech			
Rapporteur	B éatrice LEDESERT, Professeur, Universit é de Cergy-Pontoise			
Examinateur	Laurent JEANNIN, Ing énieur de Recherche, ENGIE EPI			
Encadrant de th <i>è</i> se	Fr él éric SKOCZYLAS, Professeur, Centrale Lille			
Co-Encadrant de thèse	Franck AGOSTINI, Ma îre de conf érences, Centrale Lille			

Th èse pr épar ée dans le Laboratoire de m écanique de Lille (LML CNRS FRE 3723) Ecole Doctorale SPI 072 (Lille I, Lille III, Artois, ULCO, UVHC, Centrale Lille)

Remerciements

D'abord je voudrais exprimer mes plus vifs remerciements à mon directeur de thèse, Monsieur Fr éd éric Skoczylas, pour m'avoir proposé un sujet de thèse très intéressant et très riche et pour m'avoir fait confiance tout au long de ce travail. Ensuite je tiens à remercier mon co-encadrant de thèse, Monsieur Franck Agostini, pour sa patience ainsi que ses conseils très pertinents. Leurs connaissances et leur rigueur scientifique, dont j'ai bénéficié tout au long de mes recherches, m'ont permis de mener à bien les diff érents sujets abord és dans ce ménoire. Ici encore je voudrais exprimer aussi ma gratitude à Monsieur Luc Dormieux et Monsieur Laurent Jeannin pour leur guide sur la partie mod disation dans ce travail.

Ensuite je souhaite remercier Monsieur Jianfu Shao pour m'avoir fait l'honneur présider le jury de soutenance. Je tiens à remercier Monsieur Luc Dormieux et Madame Béatrice Ledesert qui ont accept é la lourde t âche de rapporter ma thèse et je voudrais remercier également Monsieur Laurent Jeannin pour avoir participé à l'évaluation de ce travail. J'apprécie beaucoup les critiques et les conseils de tous les membres du jury.

Cette thèse s'est déroul ée au sein du laboratoire de Génie Civil de Centrale Lille. Je tiens à remercier tous les personnels de notre laboratoire, Thierry Dubois, Laurent Leconte, Marie-Claude Willemetz, Ludovic Potier, Catherine Davy, Brigitte Warocquier et Nadine Desseyn, pour leur aide. J'exprime aussi ma sympathie aux doctorants (ou docteurs) de notre laboratoire, Yan Pei, Zhibo Duan, Wei Chen, Haifeng Yuan, Cong Hu, Yao Zhang, Yang Song, François Bignonnet, Nicolas Gay, Baptiste Marchand, Charles Ciccarone, Jiangfeng Liu, Xiaojian Fu, pour leur amiti é

Ce travail de thèse s'inscrit dans le cadre d'une convention industrielle, qui est une collaboration à la fois avec ENGIE EPI et Centrale Lille. Je tiens à remercier ces organismes pour leur soutien scientifique. Aussi, je remercie le CSC du gouvernement chinois qui m'a donné le soutien financier.

Enfin, j'ai un grand merci à mon p re Zhonglin Wang, ma m re Huiping Gao et ma copine Ni Yong, qui m'ont soutenue tout au long de ces trois ans, je dédie cette thèse à eux.

Table des matières

Chapitre 1.	Probl ématique et r éservoirs «tight »	1
1.1 Cor	ntexte	1
1.2 Les	r śervoirs de gr ès «tight »	4
1.2.1	Caract éristiques des r éservoirs de gr ès «tight »	4
1.2.2	Formation des r évervoirs de gr ès «tight »	5
1.3 Pro	pri é és p érophysiques de gr ès «tight »	7
1.3.1	Porosit é	7
1.3.2	Perm éabilit é	8
1.4 Pro	pri ét és poro-m écaniques	11
1.5 Stra	at égie appliqu ée pour cette étude	13
Chapitre 2.	M éthodes exp érimentales	15
2.1 Me	sure de la porosité accessible à l'eau et la densité apparente	15
2.2 Cor	nditionnement des échantillons	16
2.3 Por	osim étrie par intrusion de mercure (PIM)	17
2.4 Ana	alyse de la surface sp écifique (SBET)	19
2.5 Pyc	nomètrie à l'hélium	20
2.6 Mic	croscopie optique	21
2.7 Me	sure de la perm ábilit é	22
2.7.1	Mesure de la perm cabilit é apparente au gaz	22
2.7.2	Mesure de la perm cabilit é effective et la perm cabilit é relative	24
2.8 Me	sure du volume de pores accessible au gaz	24
2.9 Me	sure des propri ét és poro-m écaniques	25
Chapitre 3.	Caract érisation du r éseau percolant des gr ès «tight »	29
3.1 Car	act érisation initiale des échantillons	29
3.2 Mic	croscope optique	32
3.3 Pyc	nomètre à l'hélium	34
3.4 Ana	alyse de la surface sp écifique (SBET)	35
3.5 Car	act érisation du réseau poreux par porosim érie par intrusion de mercure (PIM)	37
3.5.1	Interpr tation directe des donn és de PIM	37
3.5.2	Estimation de la perm cabilit é par les donn ées de PIM	41
3.6 Cor	nclusion	49
Chapitre 4. leur structure	Propri ét és de transfert et porom écaniques des gr ès «tight » à l'état sec en relation ave poreuse	ж 51

4.1 Etude	e exp érimentale des propri é és de transfert et porom écaniques (effet du chargement
m canique).	
4.1.1	Introduction
4.1.2	Effet du chargement m canique sur la perm cabilit é au gaz
4.1.3	Effet du chargement m canique sur la porosit é56
4.1.4	Propri & & poro-m & aniques67
4.1.5	Conclusion70
4.2 Mode	èles micromécaniques du coefficient de Biot et de la perméabilité à l'état sec71
4.2.1	Introduction
4.2.2	Approche microm écanique des propri ét és poro-m écaniques71
4.2.3	Approche microm écanique de la perm éabilit é83
4.2.4	Conclusion90
Chapitre 5.	Analyse de l'effet couplé du chargement mécanique et de la teneur en eau sur les
propri é és de tr	ansfert des gr & «tight »
5.1 Introd	duction
5.2 Perm	éabilit érelative usuelle (effet de la teneur en eau)92
5.3 Effet	du chargement mécanique sur la perméabilité à l'état partiellement saturé94
5.4 Perm	éabilit érelative ramen ée à la valeur initiale k (sec, 3 MPa)96
5.4.1	Crit àre pr diminaire du «permeability jail »96
5.4.2	Nouveau critère du «permeability jail»99
5.5 Conc	lusion107
Chapitre 6.	Conclusions et perspectives108
6.1 Conc	lusions
6.2 Persp	ectives
R & érences	

Chapitre 1. Problématique et réservoirs «tight »

1.1 Contexte

La demande énerg étique mondiale est en constante augmentation depuis le début de l'ère industrielle. Parmi les sources d'énergie primaire, le gaz naturel est confronté à une rar éfaction des gisements dits conventionnels (i.e. qui sont facilement exploitables avec les moyens actuels et donc économiquement intéressants). Cela pousse donc l'industrie gazière à se tourner vers les réservoirs non-conventionnels, plus difficiles à produire et présentant donc une moins bonne rentabilit é économique [1, 2]. Le gaz non-conventionnel est g én éralement d éfini comme étant le gaz contenu dans des roches ayant des propri étés p érophysiques (faible perm éabilit é et faible porosit é) peu compatibles avec une exploitation économiquement viable.

Les réservoirs de gaz conventionnel et non-conventionnel peuvent être class és selon leur perm éabilit é La Figure 1-1 montre le triangle de ressources [3] dont le sommet correspond aux réservoirs de gaz conventionnel. Leur perm éabilit é est comprise entre 1 mD et 1000 mD (1 mD = 10^{-15} m²). Les réservoirs dits non-conventionnel présentent g én éralement une perm éabilit é inf érieure à 0,1 mD.



Figure 1-1 Triangle de ressource [3]

Les gaz non-conventionnels sont g én éralement class és en trois cat égorie (cf. Figure 1-2) [4]:

• Gaz de schiste (Shale gas) : il s'agit de gaz rest épi ég é dans la roche mère, Le r éservoir est donc constitué d'une roche s édimentaire à grains fins, argileuse à structure lit ée et

très peu perméable qui nécessite un traitement de stimulation (fracturation hydraulique par exemple) pour êre exploit é.

- Gaz de réservoirs compacts (Tight gas): le gaz a migré depuis sa roche mère mais est pi ég édans une roche peu poreuse et perméable, de type calcaire ou grès.
- Gaz de charbon (Coal Bed Methane): le gaz n'est pas stocké dans la porosité du matériau mais adsorbé dans des couches de charbon. Il s'agit de ce que les mineurs appelaient le «grisou ».





Bien qu'il soit difficile à exploiter, le gaz non-conventionnel présente un grand int é â du point de vue des quantit és disponibles. Il représente presque la moiti é des ressources mondiales de gaz techniquement r écup étable, environ 342 trillion m³ (cf. Figure 1-3). Parmi les trois types de gaz non-conventionnel, le gaz «tight » présente un important potentiel de croissance de production. Aux Etats-Unis par exemple, la production issue des r éservoirs «tight » a atteint environ 20 bcf par jour en 2016 (bcf: milliard de pieds cubes, 1 bcf = $28 \cdot 10^6$ m³) [6], ce qui correspond à plus de la moiti é de la production totale en gaz non-conventionnel.



Figure 1-3 Ressource mondiale de gaz techniquement r écup érable [7]



Figure 1-4 Capacit éde production de gaz aux Etats-Unis [6]

La production de gaz «tight » devrait continuer à augmenter dans les années à venir. Assurer cette croissance représente de nombreux d'élis et de nombreuses incertitudes perdurent. Le terme «réserve prouvée » correspond aux réserves connues qu'il est possible d'exploiter dans les conditions techniques et économiques actuelles. Par opposition, les «réserves possibles » sont celles dont la probabilité d'être économiquement exploitable n'est que de 10% (50% pour les «réserves probables »). Afin de fiabiliser les estimations des différents types de réserves, une caractérisation précise des propriétés propriétés proprise et de transfert des réservoirs «tight » est indispensable. Les incertitudes liées à la porosité du matériau (correspondant à sa capacité à stocker un volume important de gaz) ou à sa perméabilité (lié à la facilité et la vitesse avec laquelle il est possible d'en extraire le gaz) pourraient mettre en péril la viabilité économique d'un projet [2].

Ainsi, ce travail de thèse consiste à identifier les propriétés pérophysiques et de transfert de roches provenant d'un réservoir de grès «tight » en Afrique du nord exploité par ENGIE E&P International. Plus largement, il s'agira d'identifier les liens entre les propriétés de transfert, les propriétés pro-mécaniques, la sensibilité au chargement mécanique ou à la teneur en eau, et quelques indicateurs comme la porosité la distribution des tailles de pores, la perméabilité intrinsèque, les caractéristiques pétrographiques... Le but est de pouvoir prédire le comportement de matériaux différents de ceux étudiés ici, en utilisant des données d'entrée « facilement » accessibles, fournissant ainsi des outils permettant d'évaluer la qualité d'un nouveau réservoir sans passer par une caractérisation exhaustive, longue et couteuse du matériau constituant ce réservoir.

1.2 Les r éservoirs de gr ès «tight »

1.2.1 Caract éristiques des r éservoirs de gr ès «tight »

Les r éservoirs de gr ès «tight » font partie des r éservoirs dits «non-conventionnels », c'est-à-dire qu'ils nécessitent le recours à des traitements de stimulation massive ou des processus et des technologies de r écup ération sp éciales [1] pour êre produits.

Compar é à un r éservoir conventionnel, un r éservoir de gr ès «tight » se caract érise par :

- Une faible perm ábilit é intrins èque et une importante sensibilit é à la contrainte in situ. La perm ábilit é in-situ d'un r éservoir de gr ès «tight » est inf érieure à 0,1 mD, et peut atteindre 0,001 mD pour les r éservoirs «ultra tight »[1].
- Les gr & «tight » pr ésentent également une sensibilit é à la saturation liquide (cf. section 1.3.2) et des pressions capillaires significativement diff érentes des gr & conventionnels. La cons équence la plus remarquable est la pr ésence, in situ, d'une zone de transition importante due aux effets capillaires pouvant s'étendre sur plusieurs centaines de mètres au-dessus du niveau de la nappe phr éatique. Dans cette zone, la mobilit é des phases liquides et gazeuses est extr êmement réduite, c'est que nous appelons le «permeability jail » (cf. section 1.3.2).

Outre leurs propriétés pérophysiques, les réservoirs conventionnels et les réservoirs de grès «tight » diffèrent également en termes de composition minéralogique, volume, et tailles de pores, rayon d'accès aux pores, connectivité du réseau etc...[8], Le Tableau 1-1 résume les principales différences entre ces deux types de réservoirs.

Tableau 1-1 Comparaison des r éservoirs conventionnel et de gr ès «tight »[8]

Propri é é	R éservoir conventionnel	R servoir de gr s «tight »
------------	--------------------------	----------------------------

Composition de roche du r éservoir	Teneur important en quartz et faible teneur en feldspath	Teneur en feldspath relativement importante	
Type de pore	M dange des pores primaires et secondaires	Principalement des pores secondaires	
Connectivit éet type de pores de seuil	Pore de seuil court, bonne connectivit é	Pore de seuil feuillet é, serpentant et schisteuse, mauvaise connectivit é	
Sensibilit éau confinement	Faible	Importante	

La Figure 1-5 illustre les différences de morphologie des réseaux poreux de ces deux types de réservoirs et permet de comprendre leurs différences de comportement. A gauche, dans un réservoir conventionnel, le volume poreux, représenté par l'époxy bleu, est important et bien connecté, ce qui permet au gaz de s'écouler facilement. En revanche, pour le grès «tight » (Figure 1-5 à droite), on observe un faible volume poreux, faiblement connecté par de fins joints de grains. En conséquence la porosité et la perméabilité de ce dernier sont beaucoup plus faibles et plus sensibles au confinement.



Figure 1-5 Lames minces d'un grès conventionnel (à gauche) et d'un grès «tight » (àdroite) [1]

1.2.2 Formation des r servoirs de gr ès «tight »

Le r éservoir de gr ès «tight » est form é à la base des trois composants [9] :

• Le grain : Les grains se r d'àrent aux composants solides de taille plus grande dans la roche qui forment les unit és de base à petite échelle du r éservoir de gr ès «tight ». La composition originale du grain est contrôlée par la composition de la source des sédiments (c'est-à-dire la provenance) ainsi que les processus chimiques et physiques dans lesquelles les s édiments sont cr és et transport és vers le bassin g éologique. Des grains de la plupart des r éservoirs de gr ès «tight » se composent principalement de quartz, feldspaths et des fragments de roche.

- La matrice : La matrice est le second composant commun dans un s édiment qui se r ét ère aux mat étiaux les plus fins d épos és entre les grains sup étieurs et g én étalement incluant l'argile. Les principaux minétaux d'argile observ és dans le r éservoir de gr ès «tight » sont la kaolinite, la smectite, l'illite et le chlorite.
- Le ciment : Le ciment se r d'ère g én éralement à tout min éral qui se forme pendant la diagen èse et se pr écipite apr ès le d ép êt des grains et des composants de la matrice. Le ciment joint les min éraux dans la roche et remplit le syst ème de pores, r éduit la perm éabilit é et la porosit é Les composants les plus communs de ciment dans le gr ès «tight » sont principalement la silice et le carbonate.

Le gr ès est une roche d dritique. Les caract dristiques d'un grès «tight » d épendent en premier lieu de la nature des d ép $\hat{\alpha}$ s (éoliens, fluviaux, marin, etc...) et de diff érents facteurs au moment du d ép $\hat{\alpha}$ tel que la granulom drie des grains, leur argilosit é, etc [2]. La structure initiale du mat ériau (la taille, distribution et forme des grains) d épend de ces facteurs [10].

De plus, le processus diagénétique transformant le dépât en roche sédimentaire joue un râle prépondérant dans les caractéristiques du réservoir. La topologie de l'espace poreux et donc sa porosité et sa perméabilité en dépendent. Différents processus interviennent dans la diagenèse. Ils peuvent être physiques, chimiques ou biologiques. Les principaux mécanismes influant sur les propriétés des réservoirs «tight » sont :

- La compaction mécanique : elle est dû à la contrainte verticale effective et entraine une réduction de la porosit éprimaire dans les grès peu profonds par réarrangement des grains [11, 12], par compression et rotation des grains et par rupture mécanique au cours de l'enfouissement [13]. Ce mécanisme est responsable de la perte de porosit é primaire pour des temp ératures < 80 °C et des profondeurs < 2 km [14].
- La dissolution : elle intervient au niveau des contacts intergranulaires et peut âre induite chimiquement ou par la pression. Ce m écanisme pilote la formation des pores secondaire dans le gr ès et est souvent accompagn ée d'une re-pr écipitation du mat ériau dissous sur la surface des grains. Ce m écanisme contribue au r éarrangement du squelette poreux et à la diminution de la porosit é[15].
- La cimentation : elle joue un r de important dans la r éduction de la porosit éet peut inhiber la compaction si elle intervient à un stade pr écoce de la diagen èse. Dans les gr ès riches en quartz, un ciment de quartz se développe au tour des grains ainsi que dans l'espace poreux. Nous pouvons le trouver sous forme de ciment «de bord » ou de ciment d'occlusion, comme l'illustre la Figure 1-6. Il contribue largement à la r éduction de la porosit éet de la perm éabilit é de la roche r éservoir durant le processus diag én étique [16-18].



Figure 1-6 Ciment «de bord »et ciment d'occlusion [19]

Dans le travail de Tounier [20], la min éralogie des gr ès «tight » de Touat que nous étudions dans cette thèse a été déterminée. Globalement, les gr ès étudi és sont compos és principalement de quartz (plus de 90%), et d'argiles (de 1 à 10%), en revanche les minéraux accessoires sont très rarement observ és.

1.3 Propri & és p & frophysiques de gr ès «tight »

1.3.1 Porosit é

La porosité d'un grès est un paramètre très important du point de vue de la productibilité du réservoir puisqu'elle est li ée à la capacité de stockage du matériau (pétrole, gaz ou eau). La porosité peut être définie de deux manières : la porosité totale et effective. La première correspond à l'ensemble des vides qui sont présents dans le matériau, elle est exprimée mathématiquement sous la forme :

$$\phi_{totale} = \frac{V_{totale} - V_{solide}}{V_{totale}} = \frac{V_{p,totale}}{V_{totale}}$$
(1.3.1)

 $O\dot{u}$ V_{totale} est le volume apparent d'un grès ;

 V_{solide} est le volume de la phase solide (grain) ;

 $V_{p,totale}$ est le volume poreux total.

Celui à laquelle nous nous int éressons dans cette thèse se r frère aux pores qui sont ouverts, donc la porosité effective s'écrit :

$$\phi_{eff} = \frac{V_{p,eff}}{V_{totale}} \tag{1.3.2}$$

avec $V_{p,eff}$ le volume poreux ouvert.

Nous distinguons différents types de porosité en fonction de leur origine. La porosité primaire désigne les pores créés entre les grains lors du d ϕ $\hat{\alpha}$ s édimentaires. La porosité secondaire appara $\hat{\tau}$ pendant les processus diag én étiques par dissolution des min éraux. La porosité qui s'est développ ét dans l'espace laissé par un min éral qui s'est dissout et re-précipité plus loin est appel ét porosité secondaire de redistribution. Dans les r éservoirs de grès «tight », le volume poreux est principalement compos é de pores secondaires. Ils apparaissent sous forme de pores intragranulaires (dans les grains dissous), de microfissures et de micropores intergranulaires (dans le ciment dissout ou la matrice argileuse). Les pores primaires sont rarement observ és dans les grès «tight »[8].

Dans une roche r servoir, les caract éristiques du r seau poreux sont gouvern és par [21] :

- L'uniformit é de la taille des grains. Elle d ésigne la distribution des tailles de grains. Si des petites particules de silt ou d'argile sont mélangées avec des grains de sable de taille plus grande, la porosit é effective sera consid érablement r éduite. L'uniformité dépend d'au moins quatre facteurs principaux : la gamme de taille de mat ériau, le type de d ép α, les caract éristiques actuelles et la dur ée du processus s édimentaire.
- Le degré de cimentation ou de consolidation. Les grès bien cimentés présentent souvent une faible porosité, tandis que les roches non consolidées présentent des porosités devées. Le mécanisme de cimentation a était décrit à la section 1.2.2.
- La compaction pendant ou apr ès le d épôt. La compaction tend à r éduire le volume poreux et à rapprocher les grains, en particulier pour les roches s édimentaires à grains fins. La compaction est un processus de lithification dans les argilites, les shales et les roches carbonat és à grains fins, cependant il est n égligeable dans les gr ès «tight ».

1.3.2 Perm éabilit é

La perm ábilit é d'ésigne l'aptitude d'un milieu poreux à se laisser traverser par un fluide sous l'effet d'un gradient de pression. La perm éabilit é intrins èque du mat ériau ne d'épend pas, th éoriquement, du fluide utilis é pour la mesurer. Elle est notamment pilot ée par la porosit é effective [21]. Selon Kennedy [22], Dans un système de pore, les restrictions dominent la perméabilité, c'est-à dire que le rayon d'accès au pore exerce plus d'effet que le corps de pore.

a) Loi de Darcy

En 1856, Darcy a établi une relation entre la vitesse de percolation d'un fluide dans un milieu poreux et le gradient de pression du fluide appel é loi de Darcy. Cette loi est bas é sur les hypothèses suivantes [23] :

- Les forces d'écoulement sont dues à la viscosité (les forces d'inertie sont négligées).
- Le milieu poreux est totalement satur épar une seule phase fluide.
- Les écoulements du fluide sont suppos és laminaires.
- Le fluide n'a pas d'interaction physico-chimique avec le mat ériau.

La loi de Darcy s'écrit :

$$v = \frac{K(P_1 - P_2)}{\mu L} \tag{1.3.3}$$

où vest la vitesse du fluide (m/s),

 μ est la viscosité dynamique du fluide (Pa·s),

K est la perm éabilit é du mat ériau (m^2),

L est la longueur de l'écoulement,

 P_1 et P_2 sont respectivement la pression du fluide au début et à la fin d'écoulement.

Ainsi la perméabilité s'exprime de la façon suivante :

$$K = \frac{\mu L Q}{A(P_1 - P_2)} \tag{1.3.4}$$

où Q est le d \oplus it volumique du fluide (m³/s),

A est la surface travers \notin par le fluide (m²).

b) Perm éabilit é intrins èque

La perm éabilit é not ée K, dans l'équation (1.3.4), est appel ée la perm éabilit é intrins àque et pour la mesurer il faut que la roche soit 100% satur ée par un seul fluide (huile, gaz, eau...) et que ce fluide n'interagisse pas avec la roche.

c) Perm éabilit és effective et relative au gaz

In situ, les roches r évervoirs sont souvent satur é de plusieurs fluides (dont de l'eau dans le cadre de ce travail de th èse). Certains pores sont remplis d'eau et d'autres de gaz. Lorsqu'un gradient de pression de gaz est appliqu é sur une roche partiellement satur é en eau, le gaz ne s'écoule que par les pores remplis de gaz. La perm éabilit é au gaz sera plus faible que la perm éabilit é satur é au gaz (c'est-àdire la perm éabilit é intrins àque) puisque certains chemins de percolation sont partiellement bloqu és par la présence d'eau. Cette perméabilité est appel é la perm éabilit é effective au gaz, not é $K_{eff,g}$.

La perm ábilit érelative au gaz ($K_{r,g}$) d'ésigne le rapport entre la perm ábilit éeffective au gaz et la perm ábilit éintrins àque:

$$K_{r,g} = \frac{K_{eff,g}}{K} \tag{1.3.5}$$

La perm éabilit é relative au gaz varie ainsi entre 1 (à l'état sec) et 0 (lorsque le mat ériau est satur é d'eau), et elle d épend principalement de la saturation en eau du mat ériau poreux [24].

d) «Permeability jail »

Le «Permeability jail », également appel é coupure hydraulique, est un concept permettant d'expliquer les propri ét és de transfert particuli ères dans les r éservoirs de gr ès «tight ». Il apparait dans les zones où la saturation en eau et le chargement m écanique font que les perméabilit és relatives au gaz et à l'eau sont si faibles qu'aucune des deux phases n'est mobile [25].

G én éralement le ph énom ène de «perm ábility jail » est observ é dans les formations à tr ès faible perm ábilit é (typiquement lorsque la perm ábilit é intrins àque au gaz inf érieure à 0,05 mD [26]). Usuellement, le «jail » est d'fini comme la zone où $k_{rg} < 2\%$ et $k_{rw} < 2\%$ [26]. Les perm ábilit é effectives au gaz et à l'eau y sont inf érieures à 0,001 mD. L'étendue de la plage de saturation pour laquelle apparait la coupure hydraulique varie selon le type de roche et la structure poreuse, mais apparait souvent pour des saturations en eau comprises entre 55% ~ 80% [26]. La Figure 1-7 permet de comparer l'allure des courbes de perméabilité relative au gaz et à l'eau pour des r servoirs conventionnels et des r servoirs à faible perm ábilit é sujets à la coupure hydraulique. Nous constatons, pour le r servoir conventionnel que, quelle que soit la saturation liquide, la perm ábilit é relative à l'une ou l'autre phase est toujours sup érieure à 2%. Par ailleurs les valeurs de saturation critique (la saturation en dessous de laquelle la phase reste immobile) en eau sont comparables. En revanche pour le r servoir de perm ábilit é faible, dans la gamme de saturation comprise entre 50 et 80%, ni l'eau ni le gaz ne présente de perm ábilit se relatives sup érieure à 2%. Il est donc impossible de produire le gaz et comme la perméabilité à l'eau est extrêmement faible, il est difficile de sortir le r éservoir de cette plage de saturation.



Figure 1-7 Perméabilité relative et pression capillaire en fonction de la saturation à l'eau dans les réservoirs traditionnels et les r éservoirs de faible perm éabilit é[25]

1.4 Propri ét és poro-m écaniques

Dans la théorie de la poro-mécanique initialement établie par Biot [27-29], un matériau poreux est constitu é de deux parties : son squelette (comprenant la matrice solide et les pores connect és) et le fluide (gaz ou liquide) qui r éside dans la porosit é connect ée [30] (cf. Figure 1-8). La matrice solide est constitu ée des grains solides et de la porosit é non-connect ée (pores occlus). Ainsi, les propri ét és poromécaniques d'épendent de la matrice solide, des pores connect és ou non et des fluides qui y sont pr ésents.



Figure 1-8 Description d'un milieu poreux saturé [30]

Cette théorie permet de décomposer le comportement de chacune des phases pour en déduire le comportement global du matériau. Le comportement du squelette, qui définit le matériau, n'est pas le même selon que le fluide saturant soit sous pression ou non. L'étude de deux états limites permet de déterminer l'interaction entre la phase fluide et le squelette. Lors de l'application d'une sollicitation extérieure (chargement méanique) la réponse du milieu poreux dépendra de l'état du système :

- Etat drain é: le milieu est un système ouvert permettant d'échanger de la matière (le fluide) avec l'extérieur et de donc dissiper des surpressions interstitielles.
- Etat non-drain é: le milieu est un système ferm é qui ne permet pas d'échanger de la matière avec l'extérieur. Les surpressions interstitielles ne peuvent pas se dissiper et vont influencer le comportement du squelette.

Afin d'étudier la contrainte dans le milieu poreux, K.Terzaghi a proposé une d'éfinition de la contrainte effective [31] à partir des observations expérimentales sur les matériau granulaires, dans laquelle nous considérons que les grains solides sont incompressibles, et la pression interstitielle est uniforme. La contrainte effective s'écrit :

$$\sigma_{eff} = P_c - P_i \tag{1.4.1}$$

où σ_{eff} est la contrainte effective impos é au milieu poreux ;

 P_c est la pression hydrostatique (chargement m écanique par confinement);

 P_i est la pression interstitielle.

Cependant la matrice solide de la plupart des milieux poreux telles les roches est compressible, pour ce fait Biot a généralisé ce comportement [27] en considérant que la matrice solide subissait également des d'éformations. L'effet de la pression interstitielle sur la contrainte effective est ajusté par un coefficient *b*, appel éle coefficient de Biot :

$$\sigma_{eff} = P_c - b \cdot P_i \tag{1.4.2}$$

Le coefficient de Biot, variant de 0 à 1, est un coefficient minorant les effets de la pression interstitielle. Il indique dans quelle proportion la pression interstitielle soulage le squelette des contraintes totales suite à la déformation de la matrice solide [30]. Nous pouvons dire que la relation de Terzaghi est un cas particulier de la relation de Biot lorsque b = 1. Zimmerman [32] montre la limite inférieure du coefficient de Biot li ée à la porosit é du milieu poreux:

$$\frac{3\phi}{2+\phi} \le b \le 1 \tag{1.4.3}$$

1.5 Strat égie appliqu ée pour cette étude

Afin de parvenir aux objectifs (cf. section 1.1) de cette étude, les moyens utilis és dans la thèse sont les expériences macroscopiques sur des échantillons de grès «tight » et la modélisation micromécanique (ou multi-échelles).

D'abord nous caractérisons les propriétés initiales des échantillons (la porosité initiale : à l'eau sans confinement/au gaz sous faible confinement, la perméabilité à l'état sec sous faible confinement, etc.) pour avoir des premi à informations sur les gr à éudi és. Parall dement la structure poreuse est caract éris é par l'observation de la microstructure (microscope optique) et par diff érentes méhodes usuelles : la porosimérie par intrusion de mercure, l'analyse de la surface spécifique (SBET) et le pycnomètre à l'h étium.

Ensuite nous mesurons exp érimentalement, à l'état sec, les propri é és p érophysiques (la porosit é et la perm éabilit é) sous diff érents niveaux de confinement, ceci montre la sensibilit édes échantillons à l'état de contrainte. Nous allons associer la variation de ces propri é és au changement de la microstructure (par exemple le piégeage physique d'élément du réseau poreux) et la variation des propri é és poro-m écanique. En outre, nous proposons un mod de microm écanique pour mod éliser l'évolution du coefficient de Biot et celle de la perméabilité afin de mieux comprendre les résultats obtenus exp érimentalement.

Par la suite nous étudions les propriétés pérophysique des échantillons à l'état partiellement saturé afin de coupler l'effet du confinement avec celui de la saturation en eau. Ce point est important pour une utilisation industrielle pour déterminer les conditions amenant les échantillons au «permeability jail » (ou la coupure hydraulique) envers l'écoulement gazeux. Nous allons également essayer de proposer un crit de du «permeability jail » pour nos échantillons de gr de «tight ».

Chapitre 2. M éthodes exp érimentales

2.1 Mesure de la porosit éaccessible à l'eau et la densit éapparente

D'une manière générale, la porosit é représente la proportion du volume de pore par rapport au volume total apparent de l'échantillon.

D'après la section 1.3.1, il existe diff érentes d'éfinitions de la porosit é selon que nous consid érons la totalit é des pores (y compris les pores occlus) ou uniquement les pores accessibles à un fluide. Le volume de pores accessibles d'épend également de la nature du fluide utilis ée et de sa capacit é à acc éder à des pores plus ou moins petits. Dans cette partie nous traiterons de la porosit é accessible à l'eau. Afin de mesurer le volume de pore accessible à l'eau, la méhode consiste à comparer la masse d'un échantillon dans deux états de référence : sec et totalement satur é en eau. La relation suivante permet de calculer la porosit é

$$\phi_{eau} = \frac{m_{sat} - m_{sec}}{\rho_{eau} V_{total}} \tag{2.1.1}$$

Afin d'obtenir la masse s che, l'échantillon est plac é en éuve ventil é à 60 °C et r éguli èrement pes é avec une pr écision de 0,001g (balance HADWAG PS 750/X). Lorsque l'écart entre deux pes és espac és de 3 jours est inférieur à 0,01g, la masse d'échantillon est consid é é stabilis é et correspond donc à la masse s che not é m_{sec} . Pour d éterminer la masse satur é (m_{sat}), l'échantillon est plac é dans une cloche herm étique, sous vide (cf. Figure 2-1) contenant de l'eau déminéralisée. Afin de garantir une saturation homog ène, le même crit ère de variation de masse est utilis é pour d éterminer la masse satur é.



Figure 2-1 Cloche et pompe àvide utilis és pour saturer l'échantillon

Le volume total apparent de l'échantillon est mesuré par pes é hydrostatique. L'échantillon saturé est pes é dans l'air puis dans l'eau. La différence entre les deux masses correspond à la masse d'eau d éplac ée dont le volume est égal au volume total apparent de l'échantillon.

Par ailleurs la densité apparente d'un échantillon est déterminée à partir de la masse s che et le volume apparent mesur é:

$$\rho_{app} = \frac{m_{\text{sec}}}{V_{total}} \tag{2.1.2}$$

2.2 Conditionnement des échantillons

La saturation en eau est définie comme 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 :

$$S_w = \frac{V_{eau}}{V_{pore}}$$
(2.2.1)

Où V_{eau} 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 :

$$S_{w} = \frac{\rho_{eau}V_{eau}}{\rho_{eau}V_{pore}} = \frac{m_{eau}}{m_{pore}}$$
(2.2.2)

Où m_{eau} est la masse d'eau présente dans l'échantillon ;

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

Afin d'obtenir une saturation donnée, une méthode inspir é des recommandations de la RILEM [33] a é é utilis é. Dans un premier temps l'échantillon est partiellement satur é en eau jusqu'à obtention de la masse d ésir é, correspondant à la masse qu'aurait l'échantillon si il avait la saturation souhait é. A ce stade, la saturation n'est pas homogène dans l'échantillon. Celui-ci est donc ensuite scell é au moyen de trois couches d'aluminium autocollant et recouvert d'une couche de paraffine (cf. Figure 2-2) afin de maintenir une teneur en eau constante. Afin d'acc d frer la cin étique d'homogénéisation de la saturation, l'échantillon est placé en enceinte climatique à 40 °C pendant un minimum de 15 jours. La perte de masse à la fin de la procédure est calcul é. La différence entre la saturation obtenue et la saturation d'ésir é ne devant pas d'épasser 5%.



Figure 2-2 conditionnement des échantillons : a) échantillon partiellement satur é b) échantillon scell épar trois couches d'aluminium c) échantillon recouvert d'une couche de paraffine.

2.3 Porosim érie par intrusion de mercure (PIM)

La porosimétrie par intrusion de mercure est l'une des méthodes les plus utilisées pour la d ∉ermination de la distribution de la taille de pores. Cette technique consiste à injecter graduellement du mercure dans un échantillon pr éalablement vidang é par augmentation de la pression du mercure. La relation entre la saturation du mercure et la pression peut permettre de d €inir la courbe de pression capillaire qui est li ée à la structure des 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) (cf. Figure 2-3) qui permet de mesurer des diamètres d'accès aux pores allant de 0.003 à 1000 µm, pour des pressions d'intrusion comprises entre 0 et 200 MPa.



Figure 2-3 MICROMERITICS Autopore IV 9500

La taille de la cellule est de $15 \times 15 \times 15$ mm³ ce qui ne permet de tester que des échantillons de l'ordre de 2 à 3 cm³. Etant donn ée la faible porosit é des gr ès «tight », le volume total de mercure inject é dans certains échantillons est tr ès faible et ceci a pu nuire à la qualit é de la mesure sur les échantillons les plus compacts.

L'interprétation des mesures de PIM (Porosimétrie par Intrusion de Mercure) repose sur l'hypothèse que le réseau poreux est vu comme un assemblage de pores cylindriques de différents diamètres. La pression de mercure p_{cap} est relié au rayon de pore r qu'il parvient à remplir par l'équation de Laplace :

$$p_{cap} = \frac{2\gamma\cos\theta}{r} \tag{2.3.1}$$

Où γ est la tension superficielle du mercure dans le vide qui est de 0.485 N/m ;

 θ est l'angle de contact qui est de 130°;

La distribution de la taille des pores est alors d'éduite du volume de mercure inject é à une pression donn é. R éellement, nous remarquons que la taille de pore mesur ée correspond à la taille maximale de l'accès au pore plut êt que la vraie taille de pore. La Figure 2-4 illustre que, par rapport à l'hypothèse de PIM, dans la configuration r éelle du r éseau poreux, les pores sont souvent dans la forme de la bouteille d'encre. Donc par exemple le volume du pore de la taille *d* est attribué à la taille de l'accès d_p . Ainsi, bien que la distribution r éelle du r éseau poreux ne soit pas accessible par PIM, les mesures par ce moyen permettent de donner une bonne estimation de la connectivit é des pores dans l'échantillon et de la distribution des ouvertures de pore qui sont étroitement li és à la perm éabilit é[34].



Figure 2-4 Illustration de la configuration réelle (a) et l'hypothèse de PIM (b)

2.4 Analyse de la surface sp écifique (SBET)

La mesure est ráilis é au laboratoire de G énie Civil de l'Ecole Centrale de Lille en utilisant un ASAP 2020 (marque MICROMERITICS) (cf. Figure 2-5). Cette analyse permet de d éterminer la surface sp écifique qui est la superficie r éelle de la surface du r éseau poreux par opposition à sa surface apparente, ainsi que le volume des pores et la distribution de la taille des pores. L'estimation de ces derniers est faite à partir de la quantité d'azote adsorbé en relation avec sa pression à la temp érature d'ébullition de l'azote liquide et sous une pression atmosphérique normale. Puis les informations sont interpr é és selon le mod de de Brunauer, Emmett et Teller [35] qui consiste à relier le volume des mol écules adsorb és à la surface des pores du solide. L'avantage principal de cette m éhode par rapport à la porosimétrie par l'intrusion de mercure est une plus grande capacit é à quantifier des pores fins [36], c'est-àdire des micro- ou des m éso- pores de la taille plus petite que 3 à 6 nm qui ne sont pas mesurable par l'essai de PIM.



Figure 2-5 MICROMERITICS ASAP 2020

2.5 Pycnom àrie à l'h dium

Les essais de pycnomàrie à l'h dium ont d ér áilis és par l'Unité de Catalyse et Chimie du Solide de l'Ecole Centrale de Lille au moyen d'un «AccuPyc 1330 » (marque MICROMERITICS) (cf. Figure 2-6). Cet essai consiste à mesurer une différence de pression après introduction d'un certain volume d'hélium dans une enceinte de volume donné contenant l'échantillon à tester. La faible taille des molécules d'hélium leur permet d'accéder aux pores les plus petits. Les mesures par pycnom drie à l'hélium permettent de mesurer la densité absolue du matériau.



Figure 2-6 MICROMERITICS AccuPyc 1330

Une porosit éaccessible à l'hélium ϕ_{he} peut ensuite âre d dermin ée au moyen de l'expression suivante [37] :

$$\phi_{he} = \frac{V_{p,helium}}{V_{totale}} = 1 - \frac{V_{solide}}{V_{totale}} = 1 - \frac{\rho_a}{\rho_s}$$
(2.5.1)

Où ρ_a est la densité apparente de l'échantillon ;

 ρ_s est la densité de la matrice solide de l'échantillon.

2.6 Microscopie optique

Des observations par microscopie optique ont été réalisées au moyen d'un microscope KEYENCE VH-Z100UR (cf. Figure 2-7) au laboratoire de Génie Civil de l'Ecole Centrale de Lille. Les grossissements utilisés varient de x100 à x1000. Les échantillons observés ont été préalablement imprégnés au moyen d'une résine époxy à très faible viscosité puis polis afin de faciliter l'observations des interfaces entre les grains, comme le montre la Figure 2-8.

Ces observations permettent principalement d'évaluer les tailles de grains, leur angularit é la qualit é des interfaces et de mettre en évidence la présence de d'éauts macroscopiques (par exemple veines contenant des argiles).



Figure 2-7 KEYENCE VH-Z100UR



Figure 2-8 Echantillon pr épar é(n.2335)

2.7 Mesure de la perm éabilit é

2.7.1 Mesure de la perm éabilit éapparente au gaz

La mesure de la perm ábilit é apparente (non corrig é de l'effet Klinkenberg [38] par rapport à la perm ábilit é intrins àque) au gaz est r ális é par une méthode d'écoulement en régime quasipermanent largement utilis é au laboratoire [39, 40]. Cette technique est particuli à ement adapt é aux mat ériaux pr ésentant une perm ábilit é apparente sup érieure à 10^{-19} m² [41]. La perm ábilit é au gaz de gr ès «tight », même si elle est consid é é comme faible par rapport à un gr ès classique, reste cependant suffisamment dev é pour être mesuré par cette méthode d'écoulement en régime quasi-permanent.

Au laboratoire la mesure est r éalis ée dans une cellule hydrostatique dans laquelle le confinement est assur é par de l'huile hydraulique. L'échantillon est isolé de l'huile par une jaquette Vitton[®]. Un r éservoir tampon dont le volume est étalonn é et un manom ètre sont connect és à l'extérieur de la cellule entre la source de gaz et l'échantillon (cf. Figure 2-9).

Le gaz (ici de l'Argon) est inject é en amont de l'échantillon à une pression d'injection not é P_1 et la pression de drainage (en aval de l'échantillon) est la pression atmosph érique P_0 . Lors d'une mesure de perm éabilit é apparente, les vannes V_1 , V_3 et V_4 sont ouvertes et V_2 ferm é (cf. Figure 2-9). Le flux de gaz dans l'échantillon est ainsi considéré unidimensionnel. Dans un premier temps, la méthode consiste à laisser s'établir un régime permanent d'écoulement sous la pression d'injection P_1 . La source de gaz est ensuite isol é de la cellule de mesure (fermeture de la vanne V_4). La mesure de la chute de pression (ΔP_1) dans le r éservoir tampon en fonction du temps (Δt) permet de mesurer le d ébit volumique de gaz. Afin que l'interprétation en régime quasi-permanent soit possible la variation de pression dans le tampon doit être petite par rapport à la pression d'injection ($\Delta P_I < P_I/100$) [42].



Figure 2-9 Dispositif de mesures de la perm éabilit éen r égime quasi-permanent

Durant le temps de mesure Δt , l'écoulement de gaz est considéré comme stationnaire à une pression moyenne $P_{moy} = P_1 - \Delta P_1 / 2$ et le débit volumique moyen est donn épar:

$$Q_{moy} = \frac{V_t \Delta P_1}{P_{mov} \Delta t}$$
(2.7.1)

$O\dot{u}$ V_t est le volume du r éservoir tampon.

En utilisant la loi de Darcy pour les fluides compressibles, en écoulement 1D la perméabilité apparente est obtenue par la relation [43]:

$$k_{a} = \frac{\mu Q_{moy}}{A} \frac{2LP_{moy}}{\left(P_{moy}^{2} - P_{0}^{2}\right)}$$
(2.7.2)

Où μ est la viscosit édynamique du gaz (pour l'Argon, μ =2,2·10⁻⁵ Pa·s);

L est la longueur de l'échantillon (m) ;

A est la surface transversale de l'échantillon (m 3

Les pressions sont exprimées en Pa absolus et la perméabilité obtenue s'exprime en m².

2.7.2 Mesure de la perm ábilit éeffective et la perm ábilit érelative

La perm ábilit é effective au gaz est obtenue sur échantillons partiellement satur és en eau tandis que la perm ábilit é intrins àque au gaz est mesur és sur échantillon sec. La perm ábilit é effective au gaz permet donc d'évaluer l'effet de la saturation en liquide, elle est not éc $K_{eff}(S_w)$.

Afin de mesurer la perm ábilit éeffective au gaz à une saturation donn ée, l'échantillon est d'abord conditionn é selon le protocole d écrit dans la section 2.2. La méthode de mesure de la perm ábilit é en r égime quasi-permanent est ensuite employ ée pour mesurer la perm ábilit éeffective au gaz.

Les perm ábilit és effectives au gaz des échantillons peuvent âre très différentes d'un échantillon à l'autre pour un même état de saturation. La représentation en perm ábilit é relative au gaz est donc g én éralement pr été é pour pouvoir comparer différents échantillons. La perm ábilit é relative au gaz en fonction de la saturation liquide est not ée $K_{rg}(S_w)$.

La perm abilit é relative au gaz pour un dat de saturation donn é est calcul é en divisant la perm abilit é effective au gaz obtenue à ce niveau de saturation par la perm abilit é au gaz à l'état sec :

$$K_{rg}\left(S_{w}\right) = \frac{K_{eff}\left(S_{w}\right)}{K(\sec)}$$
(2.7.3)

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

2.8 Mesure du volume de pores accessible au gaz

La mesure du volume de pores accessibles au gaz en fonction du confinement a étémis au point au laboratoire il y a quelques ann és [42] et c'est un outil qui se révèle extrêmement intéressant pour l'étude de l'évolution de la structure poreuse d'un matériau sous chargement méanique. Pour un grès de type «tight » cette information est d'autant plus précieuse qu'elle peut être corr été au phénomène de «coupure hydraulique ».

Cette mesure est effectu é dans la m âne cellule que la mesure de la perm éabilit é (cf. Figure 2-9) et le syst àne r éservoir tampon + cellule hydrostatique est utilis é en syst àne ferm é L'Argon est utilis é comme fluide interstitiel. La température dans la salle d'essai est r égul é à 20 °C \pm 1 °C, afin d'éviter l'influence des fluctuations de temp érature sur la mesure. L'essai n écessite, au pr éalable un éalonnage tr ès fin de tous les volumes morts du syst àne (r éservoir tampon, tuyauteries, volumes morts de la cellule).

Pour commencer, une pression de gaz P_1 est appliqu é au volume tampon V_t uniquement (les vannes V₂, V₃ et V₄ sont ferm é, la vanne V₁ est ouverte (cf. Figure 2-9). A cet instant, la pression dans le reste du système (y compris dans les pores de l'échantillon) est égale à la pression atmosph érique P_0 . Une fois la pression P_1 stabilis é dans le tampon, la vanne V₁ est ferm é et les vannes V₂ et V₃ sont ouvertes afin de laisser le gaz envahir la porosité de l'échantillon. La pression de gaz dans l'ensemble du système finit par se stabiliser à une pression que nous noterons P_2 . L'Argon éant un gaz parfait, nous pouvons alors appliquer la relation suivante:

$$P_1 V_t = P_2 V_2 \tag{2.8.1}$$

avec V_2 la somme du volume des pores de l'échantillon V_{pore} , du volume du tampon V_t et du volume dalonn é de tubulure V_{tub} entre l'échantillon et le tampon.

Nous pouvons alors en déduire le volume de pore accessible à l'argon :

$$V_{pore} = V_2 - V_t - V_{tub} \tag{2.8.2}$$

2.9 Mesure des propri é és poro-mécaniques

Les mesures poro-mécaniques, dont la théorie a largement été dérite par Biot [27], Zimmerman [32] et Coussy [30], sont destinées à étudier l'effet du confinement et des variations de pression interstitielle sur le comportement des milieux poreux. Le milieu poreux est suppos é être compos é d'une matrice solide homogène étastique linéaire et isotrope et d'un réseau poreux interconnecté ou non (comme montré dans la Figure 2-10) rempli d'un fluide. Le comportement du fluide interstitiel (ici de l'Argon) est également suppos é isotrope. Dans le cadre de cette étude, nous nous intéresserons au module d'incompressibilit é drain é K_b , au module d'incompressibilité de la matrice solide K_s et au coefficient de Biot *b* de différents échantillons de grès «tight ».



Figure 2-10 Repr ésentation du r éseau poreux pour la mesure porom écanique

Module d'incompressibilité drainé K_b : K_b représente la compressibilité du squelette du matériau. Si la pression interstitielle P_i reste constante (généralement à la pression atmosphérique), tandis que la pression de confinement varie de ΔP_c , K_b est calcul éselon :

$$K_b = \frac{\Delta P_c}{\Delta \varepsilon_v^c} \tag{2.9.1}$$

avec $\Delta \varepsilon_v^c$ est la déformation volumique du matériau due à la variation de la pression de confinement.

Afin de respecter la théorie poro-mécanique et pouvoir considérer le matériau comme étant bien étastique linéaire, K_b est identifié en décharge (c'est-à-dire lors d'une diminution de la pression de confinement). Par ailleurs, cette décharge est suffisamment limitée pour ne permettre que le relâchement d'une partie de l'énergie élastique du matériau et de limiter les réouvertures de microfissures.

Module d'incompressibilité de la matrice solide K_s : K_s représente l'incompressibilité de la matrice solide du matériau. D'après Coussy [30], lorsque la pression de confinement varie d'une même quantité que la pression interstitielle, c'est-à-dire que $\Delta P_c = \Delta P_i$, la déformation volumique mesur ée de l'échantillon est exactement égale à la déformation volumique de la matrice solide $\Delta \varepsilon_v^s$. K_s est alors d étermin écomme :

$$K_{s} = -\frac{\left(\Delta P_{c} = \Delta P_{i}\right)}{\Delta \varepsilon_{v}^{s}}$$
(2.9.2)

 K_s peut âre également d'éterminé en deux étapes successives [30]. D'abord une augmentation de la pression de confinement ΔP_c en condition drainé permettant de mesurer K_b ($\Delta \varepsilon_v^c = -\Delta P_c / K_b$). Dans un deuxième temps, la pression interstitielle est augment ét de ΔP_i ($\Delta P_i = \Delta P_c$) conduisant à une d'étormation volumique $\Delta \varepsilon_v^i$. Cette étape permet de calculer le module *H* selon :

$$H = \frac{\Delta P_i}{\Delta \varepsilon_v^i} \tag{2.9.3}$$

Après ces deux étapes, le matériau poreux est déformé sous l'effet conjugu é de la variation de la pression de confinement et de la variation de pression interstitielle :

$$\Delta \varepsilon_{\nu}^{s} = \Delta \varepsilon_{\nu}^{c} + \Delta \varepsilon_{\nu}^{i} = -\left(\Delta P_{c} / K_{b}\right) + \left(\Delta P_{i} / H\right) = -\left(\Delta P_{i} = \Delta P_{c}\right) / K_{s}$$
(2.9.4)

Finalement, K_s est calcul éselon :

$$K_s = \frac{K_b \cdot H}{H - K_b} \tag{2.9.5}$$

Coefficient de Biot *b* : Le coefficient de Biot, appel é aussi le coefficient de contrainte effective, traduit l'influence de la rigidité de la matrice relativement à celle du squelette [44] et quantifie dans quelle proportion le r éseau poreux (soumis à la pression interstitielle P_i) soulage la matrice solide de son chargement ext érieur (pression de confinement P_c). Une expression analytique du coefficient de Biot est propos é par Nur et al. [45] :

$$b = 1 - \frac{K_b}{K_s} \tag{2.9.6}$$

D'après cette expression le coefficient est déduit du rapport entre K_b et K_s . Ainsi le coefficient de Biot peut âre également d'éterminé par un essai spécifique [46] qui consiste à augmenter la pression interstitielle de ΔP_i en maintenant la pression de confinement P_c constante. Nous notons la d'étormation volumique $\Delta \varepsilon_v^i$ correspondant à la variation ΔP_i . Donc *b* est d'étermin épar :

$$b = K_b \frac{\Delta \mathcal{E}_v^i}{\Delta P_i} = \frac{K_b}{H}$$
(2.9.7)

Au laboratoire, la réalisation de l'essai poro-mécanique est réalisée avec la même cellule hydrostatique que celle utilisée pour les mesures de perméabilité et de porosité sous chargement. Quatre capteurs LVDT, diamétralement opposés et dont le montage a été étalonné, sont installés dans la cellule hydrostatique sur l'échantillon pour mesurer la déformation axiale durant l'essai (cf. Figure 2-11). Chaque LVDT permet de calculer une d'éformation axiale ε_i dont nous d'éduisons la d'éformation volumique par (en consid érant que le mat ériau est homog ène et isotrope) :



$$\varepsilon_{\nu} = \frac{3}{4} \left(\varepsilon_1 + \varepsilon_2 + \varepsilon_3 + \varepsilon_4 \right) \tag{2.9.8}$$

Figure 2-11 Dispositif de mesure des propri ét és poro-m écaniques

Les déformations mesur és par les LVDT ainsi que de la pression de confinement et la pression inertielle sont acquises et enregistr és en continu au moyen d'un programme spécialement conçu sur le logiciel Labview® (National InstrumentTM).

Chapitre 3. Caract érisation du r éseau percolant des gr ès «tight »

3.1 Caract érisation initiale des échantillons

Les échantillons de grès «tight » proviennent d'un champ situé en Afrique du Nord [20] à une profondeur de 2000 à 2500 m'ètres. Ils ont ét é pr dev és par ENGIE E&P International sous la forme de cylindres d'environ 38 mm de diamètre et d'environ 60 mm de hauteur (cf. Figure 3-1). Afin de pouvoir comparer les échantillons, certaines caract éristiques « de base » ont ét éidentifi és (profondeur du forage, dimensions, porosité accessible à l'eau ou au gaz, perméabilité s èche au gaz). Elles sont r ésum és dans le Tableau 3-1. Elles sont qualifiées d'initiales car réalisées avant tout chargement mécanique de l'échantillon sauf pour $\phi_{ini,g}$ et $k_{init,g}$ r éalis és sous faible confinement de 3 MPa.



a) Vue en bout

b) Vue de cot é

1260F002-335

Figure 3-1 Géométrie de l'échantillon 2335

Tableau 3-1 Caract éristiques init	itiales des échantillons	de grès	«tight »
------------------------------------	--------------------------	---------	----------

R & érence	Profondeur de forage (m)	Diam àre (mm)	Longueur (mm)	Porosit é à l'eau (%)	Porosit éau gaz initiale (%)	Perm ábilit é au gaz initiale (10 ⁻¹⁷ m ²)
2335	2358,95	37,83	60,09	4,96	5,72	3,80
3248	2180,60	38,13	59,93	3,37	4,62	2,81
3249	2080,25	38,11	59,49	3,83	5,56	0,66
3250	2197,15	38,13	60,54	3,88	5,46	2,24
3372	2500,70	38,06	59,91	2,05	3,30	6,23
3375	2495,68	38,08	59,49	2,93	4,34	4,19
3377	2511,47	37,98	60,03	1,81	3,04	3,19

3379	2516,38	38,05	59,94	1,52	2,16	2,29
4456	2311,70	38,29	59,91	2,54	3,90	1,36
4458	2310,75	38,30	60,04	2,78	4,37	1,29

La Figure 3-2 montre globalement une faible diminution de la porosit é mais la corr dation entre la porosit é et la profondeur de forage n'est pas claire, ce qui est coh é ent avec les observations de Fu [47]. Nous pouvons en conclure que la profondeur peut avoir une influence sur la porosit é (via le phénomène de compactage mécanique) mais que la porosit é dépend aussi des autres facteurs (cf. section 1.3.1).



Figure 3-2 Porosité à l'eau en fonction de la profondeur de forage

La porosit é accessible à l'eau varie de 1,5% à 5,0% tandis que la porosit é au gaz mesur ée sous confinement (m éhode pr ésent ée dans la section 2.8) est syst ématiquement plus grande. Elle varie de 2,2% à 5,7%. Cette différence entre la porosité à l'eau et celle au gaz est aussi observée par Bignonnet et al. [48] sur les carbonates «tight » et par Song [49] sur les argiles. Comme les diam ètres de la molécule d'eau et de l'atome d'argon sont respectivement égales à 0,28 nm et 0,38 nm [49], leurs tailles ne peuvent par expliquer cet écart de la porosité En outre, une autre possibilité est l'adsorption de l'argon sur les parois des pores pendant la mesure de la porosité au gaz. Cependant en comparant les porosités mesurées à l'argon et à l'hélium qui a un diam ètre de 0,14 nm et adsorbe tr ès peu (cf. Figure 3-7), nous constatons que les r ésultats des deux m éhodes sont quasiment identiques, ceci est cohérent avec l'observation de Song [49] sur les gr ès et sur les argilites. Comme la surface sp écifique des gr ès «tight » est tr à faible (inf érieure à 0,5 m ²g, cf. Tableau 3-4), il est logique que l'adsorption

d'argon soit négligeable donc ce dernier ne peut pas non plus expliquer l'écart de la porosité. En revanche, il est possible que la saturation en eau par l'imbibition ne puisse pas garantir une saturation complète à cause du gaz piégé dans une partie des pores (les pores de forme en bouteille d'encre par exemple). La Figure 3-3, indique une bonne corrélation entre la porosité à l'eau et la porosité au gaz, l'écart entre les deux étant relativement constant. Il ressort de ces mesures, la confirmation de la faible porosit éde ce grès «tight », inférieure à 6%.



Figure 3-3 Porosit éau gaz en fonction de la porosité à l'eau

Les mesures de perm ábilit é sèche au gaz initiale (à 3 MPa de confinement), confirment également leur faible perm ábilit é comprise entre $0,7 \times 10^{-17}$ à $6,2 \times 10^{-17}$ m² (soit de 0,007 mD à 0,062 mD).et ainsi leur appartenance à la famille des «roches de gaz tight ». Ces mat ériaux se situent dans une fourchette coh érente par rapport aux études ant érieures [50-52]. La Figure 3-4 montre qu'il n'existe pas de corr élation entre la perm éabilit é initiale au gaz et la porosité à l'eau. Ce point particulier a déjà été souligné dans d'autres travaux [21, 53], et souligne que le volume des pores seul ne pilote pas la perm éabilit é mais que c'est plutôt la structure du réseau poreux qui importe.


Figure 3-4 Perméabilité au gaz initiale en fonction de la porosité à l'eau

3.2 Microscope optique

6 échantillons ont étéobserv és en microscopie optique et les images prises sont présent és dans la Figure 3-5. Les objectifs principaux de ce travail sont de premi èrement visualiser la structure poreuse des gr & «tight » étudi és et de deuxi ènement donner la taille caract éristique de grains.

Les images montrent la morphologie du r éseau poreux. Nous pouvons tr ès clairement observer les grains qui construisent la matrice solide, les gros pores parmi les grains et les fissures pr ésent és à l'interface des grains qui connectent les gros pores.

Ensuite le diamètre caractéristique des grains est déterminé en faisant la moyenne sur les diamètres de grains mesurés sur les images. Les résultats des 6 échantillons sont montrés dans le Tableau 3-2. Nous constatons que sur l'ensemble des échantillons le diamètre caractéristique moyen de grains est égale à 363.6 µm. Nous remarquons que cette valeur donnée par le microscope optique sous-estime la taille de grain puisque les grains sur les images sont présentés comme des sections coupées qui sont probablement inférieures à leurs tailles réelles. Par contre la construction 3D du réseau poreux par le micro-tomographe peut êre un meilleur moyen de déterminer la taille réelle de grain.



a) n.2335

b) n.3249



c) n.3250

d) n.3372



e) n.3377

f) n.4456



R & érence	Diam àre caract éristique de grains (µm)	R ef érence	Diam ère caract éristique de grains (µm)
2335	214.2	3372	420.9
3249	359.4	3377	403.8
3250	389.2	4456	394.3
Moyenne des échantillons	363.6		

Tableau 3-2 Taille caract éristique de grains d étermin é par les images au MO

3.3 Pycnomètre àl'h dium

Les r sultats des mesures de la densit é du solide, de la densit é apparente et de la porosit é à l'h dium par pycnom drie à l'h dium sont synth dis és dans le Tableau 3-3 :

R d trence	Densit é apparente (g/mL)	Densit é du solide (g/mL)	Porosit é à l'hélium (%)	R ef érence	Densit é apparente (g/mL)	Densit é du solide (g/mL)	Porosit é à l'hélium (%)
2335	2,50	2,65	5,71	3375	2,59	2,71	4,51
3248	2,51	2,65	5,14	3377	2,55	2,63	2,81
3249	2,51	2,66	5,66	3379	2,57	2,63	2,43
3250	2,49	2,64	5,70	4456	2,53	2,64	4,35
3372	2,54	2,65	4,17	4458	2,52	2,64	4,37

Tableau 3-3 Densité apparente, densité du solide et porosité à l'hélium

La Figure 3-6 et la Figure 3-7 comparent respectivement la porosit é par pycnom dre à l'hélium à la porosité à l'eau et à la porosité à l'argon. Nous constatons d'abord que la porosité à l'hélium est systématiquement supérieure à la porosité à l'eau, ceci est coh érent avec les r ésultats de la porosit é à l'argon (cf. Figure 3-3). De plus les porosités à l'hélium et à l'argon sont comparables. Comme discut é dans la section 3.1 ce point peut exclure l'effet d'adsorption sur la valeur de la porosité au gaz.



Figure 3-6 Corr dation entre la porosit é par pycnom dre à l'h dium et la porosit é à l'eau



Figure 3-7 Corr dation entre la porosit é par pycnom dre à l'h dium et la porosit é à l'argon

3.4 Analyse de la surface sp écifique (SBET)

La surface spécifique d'un matériau poreux est composée de la surface géométrique externe et la surface interne d'éveloppée par le solide, qui tient compte de toutes les irrégularités de surface à l'échelle moléculaire et de la surface développée par les parois des pores, le tout rapporté à l'unité de masse. Elle est une donn é essentielle des matériaux poreux dans la mesure où elle y conditionne les phénomènes d'adsorption [36] et indique la «finesse » du réseau poreux à porosité donn é. Le

Tableau 3-4 synth étise la surface spécifique en adsorption et en désorption pour les 10 échantillons de grès «tight ».

Globalement la surface spécifique de ce type de roche est très faible (inférieure à 0,5 m²g) comparée avec celle de l'argilite COx ($30 \sim 40 \text{ m}^2\text{g}$ [49]) et celle de la pâte de ciment complètement hydratée ($100 \sim 200 \text{ m}^2\text{g}$ [54]). Donc vu la faible valeur de la surface spécifique, il est logique de conclure que l'effet d'adsorption est inexistant sur ce type de roche.

R éf érence	Surface s (m	p écifique 7g)	R éf érence	Surface s (m	p
	Adsorption	D ésorption		Adsorption	D ésorption
2335	0,288	0,394	3375	0,276	0,447
3248	0,126	0,179	3377	0,073	0,122
3249	0,273	0,383	3379	0,115	0,154
3250	0,306	0,385	4456	0,168	0,247
3372	0,163	0,274	4458	0,200	0,229

Tableau 3-4 Surface sp & fique en adsorption et d & sorption donn & par SBET

La Figure 3-8 montre la r épartition des tailles de pores de 0,002 μ m à0,2 μ m donn ée par le SBET. Globalement cette partie des micro-pores et des méso-pores présente une proportion très petite ($\approx 1\%$) du volume poreux total. Nous considérons cette partie des pores comme des pores intragranulaires ou des pores dans le ciment d'argile qui n'ont pas un grand effet sur l'écoulement du gaz dans le réseau poreux.



Figure 3-8 R sultat de SBET sur les 10 échantillons de gr ès «tight »

3.5 Caract érisation du r éseau poreux par porosim érie par intrusion de mercure (PIM)

3.5.1 Interpr éation directe des donn és de PIM

10 échantillons de gr ès «tight » ont ét étest és PIM (porosim érie par intrusion de mercure), cette technique a ét é déaill ée dans la section 2.3. La Figure 3-9 montre les r sultats obtenus pour l'échantillon n.2335. Les deux courbes bleu fonc éet bleu repr sentent respectivement les volumes de mercure inject és cumul és (exprim és en ml par gramme de mat ériau) en intrusion et en extrusion. La repr sentation en log diff érentiel (en rouge) permet de quantifier les volumes repr sent és par les diff érentes familles de tailles de pores.



Figure 3-9 Mesure PIM sur l'échantillon de grès «tight »n.2335

Le Tableau 3-5 synth dise les r sultats obtenus PIM sur les différents échantillons. Nous y trouverons notamment la taille des pores au pic (correspondant théoriquement à la famille de pore la plus présente dans le matériau), la part de la porosité qui correspond, les densités apparentes et absolues et la porosité totale donn é par PIM La Figure 3-10 présente les courbes d'intrusion différentielle en ml/g obtenues pour les 10 échantillons de cette étude. La Figure 3-11 montre ces mêmes courbes d'intrusion différentielle en pourcentage du volume total, faisant appara îre plus clairement les différences de distribution de pores entre les échantillons.

Tableau 3-5 Données de l'essai PIM

R đ ứence	Surface totale des pores (m 7g)	Position du pic (µm)	Part de la porosit é au pic (%)	Densit é apparente à0,10 psia (g/mL)	Densit é absolue (g/mL)	Porosit é par PIM (%)
2335	0,25	0,55	25,87	2,53	2,67	5,44
3248	0,20	0,67	11,86	2,57	2,72	5,27
3249	0,43	0,28	18,59	2,52	2,66	5,39
3250	0,29	0,55	20,83	2,52	2,65	5,17

3372	0,21	0,83	21,64	2,57	2,66	3,28
3375	0,29	0,55	19,95	2,56	2,68	4,30
3377	0,13	0,68	20,48	2,61	2,68	2,82
3379	0,14	1,04	11,9	2,59	2,68	3,21
4456	0,27	0,35	24,78	2,55	2,66	4,33
4458	0,27	0,43	26,18	2,55	2,68	4,82

0,06 2335 3248 3249 0,05 3250 Intrusion - Log différentiel (ml/g) 3372 3375 0,04 3377 3379 4456 0,03 4458 0,02 0,01 0 1000 10 1 Diamètre (μm) 0,1 0,01 100 0,001

Figure 3-10 R sultat de PIM sur les 10 schantillons de gr ès «tight » en ml/g



Figure 3-11 R sultat de PIM sur les 10 schantillons de grès «tight »en pourcentage

D'après les distributions de tailles de pore pr ésent és dans les Figure 3-10 et Figure 3-11, nous constatons que, malgr é les diff érences de porosit é totale, la r épartition des tailles de pores sont assez comparables puisque nous retrouvons un pic de distribution toujours compris entre 0,1 μ m et 1 μ m. En revanche, pour les échantillons n.3248 et n.3379, la part de la porosit é au pic est beaucoup moins importante, elle repr ésente respectivement 11,86% et 11,90% de la porosit é totale. Ceci traduit le fait que les tailles de pores sont plus variables pour ces échantillons.

La porosit é mesur é par PIM est syst énatiquement plus importante que celle mesur é à l'eau (cf. Figure 3-12). Nous observons en revanche une bonne ad équation entre la porosit é mesur é par PIM et celle mesur é au gaz (argon) (cf. Figure 3-13).



Figure 3-12 Corr dation entre la porosité par PIM et la porosité à l'eau



Figure 3-13 Corr dation entre la porosit épar PIM et la porosit éau gaz (argon)

3.5.2 Estimation de la perm éabilit épar les donn ées de PIM

L'utilisation des résultats de porosimétrie mercure pour prédire les propriétés de transfert des milieux poreux est classique dans l'industrie pétrolière et gazière [55-57]. Pour ce faire, différents mod des empiriques basés sur les courbes de pression capillaire sont employés. Nous utiliserons ici les méthodes de Swanson et de Kamath pour la perméabilitéabsolue et la méthode de Brooks-Corey pour la perméabilité relative. Ces méthodes sont adaptées aux grès de faible perméabilité, il est donc intéressant de comparer nos résultats expérimentaux avec les résultats de ces mod des.

a) Mise en conformit édes donn és de PIM

La premi à dape consiste à r áiliser une correction sur les donn és de PIM qui correspond à la pression nécessaire pour permettre au mercure d'enrober l'échantillon sans entrer dans les pores et intervient dans la zone des faibles pressions [58]. Cela correspond donc aux plus grandes tailles de pores obtenues par PIM mais ne représente en réalité qu'une rugosité de surface sans lien avec la structure poreuse que nous cherchons à identifier. Il est donc utile de supprimer du volume total de mercure introduit celui correspondant à cette rugosit é de surface. Ce traitement des r ésultats est appel é mise en conformit é Un crit à de taille pore arbitraire est n écessaire pour effectuer cette correction. Pour les échantillons de notre étude, le critère est choisi au cas par cas. Comme dans l'étude de Fu [2], le crit à de troncature est variable et correspond au pied du pic de pore. L'exemple de l'échantillon n.2335 est montr é dans la Figure 3-14. Dans ce cas, tous les pores sup érieurs à 6 µm de diam àre ont é é exclus des r ésultats. La valeur du diam àre de coupure et la variation de la porosit é avant/apr à la mise en conformit é sont r ésunt és dans le Tableau 3-6.



Figure 3-14 Mise en conformité de la courbe d'intrusion différentielle de l'échantillon 2335

Tableau 3-6 Taille de coupure pour la mise en conformit éet la porosit éavant/apr ès correction

D <i>f</i> éronoo	Taille de	Porosit é	Porosit é	D <i>f</i> éronoo	Taille de	Porosit é	Porosit é
R a drence	coupure	par PIM	par PIM	R a d'ence	coupure	par PIM	par PIM

	(µm)	avant	apr ès		(µm)	avant	apr ès
		correction	correction			correction	correction
		(%)	(%)			(%)	(%)
2335	6	5,44	4,78	3375	10	4,30	3,81
3248	20	5,27	4,46	3377	5	2,82	2,11
3249	10	5,39	4,98	3379	5	3,21	2,25
3250	20	5,17	4,74	4456	10	4,33	4,11
3372	20	3,28	3,07	4458	5	4,82	4,03

b) Perm éabilit é absolue

M éhode de Swanson : La m éhode de Swanson [59] consiste à identifier un point particulier de la courbe de pression capillaire appelé APEX qui représente le diamètre d'entrée de pore pour lequel la connectivit é du r éseau poreux est atteinte. Ce point est d fermin é comme le point où la courbe de pression capillaire tangente la droite de pente -1 [2] (cf. Figure 3-15). Les tailles de pore à l'APEX, identifi és par cette m éhode sont report és dans le Tableau 3-7. La relation propos é par Swanson [59] permet de relier la pression capillaire (P_c) et la saturation en mercure (S_b) à l'APEX à la perméabilité au gaz :

$$k_{Swanson} = 355 \cdot \left(\frac{S_b}{P_c}\right)_A^{2.005}$$
(3.5.1)

 $O\dot{u}$ S_b est la saturation de mercure en pourcentage du volume apparent ;

 P_c est la pression capillaire.



Figure 3-15 Identification de l'APEX par la méthode de Swanson pour l'échantillon 4456

R & frence	APEX (µm)	R & érence	APEX (µm)
2335	0,43	3375	0,55
3248	0,55	3377	0,55
3249	0,23	3379	0,83
3250	0,43	4456	0,28
3372	0,67	4458	0,35

Tableau 3-7 APEX identifi épar la méhode de Swanson

Tableau 3-8 S_b et P_c identifi és par la méhode de Swanson

R éf érence	S_b (%)	P_c (psi)	R ef érence	S_b (%)	P_c (psi)
2335	3,70	417,59	3375	2,23	327,72
3248	2,23	268,09	3377	1,50	327,24
3249	3,51	797,83	3379	1,14	218,47
3250	2,97	418,19	4456	3,03	637,79

3372	1,68	268,42	4458	3,00	517,87
------	------	--------	------	------	--------

M éhode de Kamath : La m éhode de Kamath [60] est basée sur la détermination d'un param ère caract éristique L_{max} :

$$L_{\max} = \left(\frac{\phi S_{nw}}{P_c}\right)_{\max} = \frac{\phi \lambda \left(100 - S_r\right)}{P_e \left(1 + \lambda\right)^{\frac{1}{\lambda} + 1}}$$
(3.5.2)

Où ϕ est la porosit édu milieu ;

 S_{nw} est la saturation de la phase non-mouillante ;

 λ est l'indice de Brooks-Corey de la distribution des tailles de pore ;

 S_r est la saturation r ésiduelle ;

P_e est la pression capillaire d'entrée.

Les trois paramètres λ , S_r et P_e sont d'éterminés en fittant la courbe de la pression capillaire en fonction de la fraction volumique de l'air au cours de l'injection de mercure par la formulation de Brooks-Corey (cf. Figure 3-16):

$$\left(\frac{P_e}{P_c}\right)^{\lambda} = \frac{S_w - S_r}{100 - S_r} \tag{3.5.3}$$

Ensuite afin de d terminer la perm tabilit é absolue à partie de ce paramètre caract tristique, deux relations, selon la gamme de la perm tabilit é de la roche, sont propos tes [60] :

$$k_{Kamath} = 413 \cdot L_{max}^{1.85} \quad (k < 1 \text{md})$$
 (3.5.4)

$$k_{Kamath} = 347 \cdot L_{max}^{1.60} \quad (k > 1 \text{md}) \tag{3.5.5}$$



Figure 3-16 Calage de Brooks-Corey sur le résultat expérimental pour l'échantillon 4456

R & érence	L _{max}	R & frence	L_{max}
2335	0,0088	3375	0,0062
3248	0,0091	3377	0,0048
3249	0,0044	3379	0,0058
3250	0,0069	4456	0,0046
3372	0,0058	4458	0,0056

Tableau 3-9 L_{max} identifi é par le calage de Brooks-Corey

Nous présentons dans le Tableau 3-10 les perméabilit és estimées par la méhode de Swanson et la méhode de Kamath et la perméabilit é mesur ée au gaz à 3 MPa de confinement. Nous constatons que la méhode de Swanson donne syst énatiquement des valeurs de perméabilit é plus faibles que la méhode de Kamath. La Figure 3-17 montre la corréation entre les perméabilit és estimées et celle mesur ée. Malgr é la dispersion, les perméabilit és estimées par ces deux méhodes sont du même ordre de grandeur que la perméabilit é mesur ée au gaz.

Tableau 3-10 Perm éabilit és estim és par PIM et perm éabilit é mesur ée au gaz

	Perm ábilit é estim é	Perm éabilit é		Perm ábilit éestim é	Perm éabilit é
R d drence	par PIM (10^{-17} m^2)	mesur é au	R d drence	par PIM (10 ⁻¹⁷ m ⁻²)	mesur é au

Chapitre 3. Caract érisation du r éseau percolant des gr ès «tight »

	Swanson	Kamath	gaz à 3MPa (10^{-17} m^2)		Swanson	Kamath	gaz à 3 MPa (10^{-17} m^2)
2335	2,72	6,33	3,67	3375	1,60	3,38	4,63
3248	1,75	6,86	3,09	3377	0,73	2,13	2,90
3249	2,40	1,81	0,90	3379	1,36	2,96	3,08
3250	0,67	4,11	2,07	4456	1,16	1,93	1,47
3372	0,94	3,22	6,07	4458	0,78	2,82	1,44



Figure 3-17 Corr dation entre la perm éabilit é estim ée par PIM et la perm éabilit é mesur ée au gaz à 3MPa

c) Perm éabilit érelative

M éthode de Brooks-Corey : Le mod de propos é par Brooks-Corey [61] donne la relation pour d éterminer les perm éabilit és relatives au gaz et à l'eau :

$$k_{rw} = S_e^{\frac{2+3\lambda}{\lambda}}$$
(3.5.6)

$$k_{rg} = \left(1 - S_e\right)^2 \left(1 - S_e^{\frac{2+\lambda}{\lambda}}\right)$$
(3.5.7)

Où λ est le paramètre de calage géométrique déterminé par le fittage des courbes de la pression capillaire (cf. la m éhode de Kamath);

 S_e est la saturation liquide effective d'épendant de la saturation r ésiduelle en eau S_{rw} :

$$S_{e} = \frac{S_{w} - S_{rw}}{1 - S_{rw}}$$
(3.5.8)

Exp érimentalement les perm éabilit és relatives sont mesur és par r él érence à la perm éabilit é à l'état sec. En plus par définition la perméabilité au gaz atteint le maximum lorsque la saturation en eau est égale à la saturation r ésiduelle en eau. Donc pour l'objectif de comparer les estimations par la m éhode de Brooks-Corey aux r ésultats exp érimentaux, nous prenons $S_{rw} = 0$ dans ce mod èle.

Ensuite la comparaison des résultats estimés par la méthode de Brooks-Corey aux résultats expérimentaux est montrée dans la Figure 3-18. Nous pouvons constater un écart entre le modèle et l'expérience, particulièrement pour les saturations en eau plus hautes où les perméabilités relatives chutent très brutalement.





Figure 3-18 Comparaison des r sultats estim s par la m éhode de Brooks-Corey aux r sultats exp éimentaux

3.6 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons d'abord caract éris é les propri ét és initiales des échantillons de gr ès «tight ». Les valeurs de la porosit é initiale (< 10%) et de la perm éabilit é au gaz initiale (< 0,1 mD) mesur és confirment que les gr ès étudies appartiennent des roches «tight ». De plus la porosité à l'eau est systématiquement plus petite que la porosité au gaz (à l'argon ou à l'hélium), ceci est à cause du gaz pi ég édans les pores lors de la saturation en eau.

Deuxi àmement les images obtenues par le microscope optique visualisent la microstructure des gr às «tight », y compris la matrice solide qui est compos é des grains et le r éseau poreux qui est compos é des gros pores interconnect és par les fissures. Par ailleurs les images permettent également de d terminer les diam àres caract éristiques de grains qui varient entre 300 ~ 500 µm.

Troisi ànement la mesure SBET montre que la surface sp écifique des gr ès «tight » (< 0,5 m²g) est beaucoup moins importante que celle des autres mat áriaux poreux, par exemple l'argilite COx (30 ~ 40 m²g) ou la p âte de ciment compl àtement hydrat ét (100 ~ 200 m²g). Ce point peut exclure l'effet d'adsorption sur la mesure de la porosité au gaz. En outre SBET donne la distribution des tailles de micropores de 0,001 μ m à 0,11 μ m que nous consid érons comme des pores intragranulaires ou des pores dans le ciment d'argile.

Quatri àmement la mesure PIM donne dans un premier temps la distribution des tailles de pores d'environ 0.01 μ m à 400 μ m. La majorit é des pores qui correspond au pic de la courbe PIM se situe entre 0,1 μ m et 1 μ m. Dans un deuxi àme temps à partir des donn és de PIM la perm éabilit é intrins àque est mod élis é par les méthodes de Swanson et de Kamath qui est de même ordre de grandeur que les résultats expérimentaux. En revanche la perm éabilit é relative mod élis é par la méthode de Brooks-Corey présente un écart important par rapport à l'expérience, particuli àrement pour les hautes saturations.

Chapitre 4. Propri ét és de transfert et porom écaniques des gr ès «tight »à l'état sec en relation avec leur structure poreuse

4.1 Etude exp érimentale des propri é és de transfert et porom écaniques (effet du chargement m écanique)

4.1.1 Introduction

Les propriétés pérophysiques des grès «tight » sont de grande importance pour estimer la rentabilité économique des réservoirs de gaz «tight ». De plus, ce type de grès est souvent caractérisé par une très grande sensibilité à la contrainte de confinement [53, 62-65]. Dans cette partie, nous nous intéresserons à l'influence du chargement mécanique sur la perméabilité au gaz et la porosité des échantillons. L'effet de la saturation liquide sera traitédans le Chapitre 5.

Dans la litt érature, de nombreuses recherches ont soulign é la sensibilit é de la perm éabilit é au gaz à faible pression de confinement (environ 0~15 MPa) [66-72] même si dans le même temps cette faible pression joue peu sur la porosit ϵ [71, 73]. La pression de confinement a donc plus d'effet via la modification de la structure poreuse et de sa morphologie que par une simple r éduction du volume poreux induit par le confinement. Nous pourrons ainsi trouver dans des recherches ant érieures [53, 62, 65, 66, 69, 74] que la structure poreuse des grès «tight » est souvent constitu é de pores reli és entre eux par un réseau de microfissures. Il est alors vraisemblable que l'écoulement est principalement dominé par les effets d'ouverture et de fermeture de celles-ci, plus que par une réduction de la taille des pores. Les mod disations, quant à elles, ont souvent été conduites plus ou moins empiriquement pour tenter de dérire une relation perméabilit éporosit é et elles sont souvent bas és sur des lois en puissance [70, 73, 75, 76]. Nous pouvons n éanmoins douter de la possibilit éde pouvoir g én éraliser ces relations qui stipulent implicitement que tous les types de pores jouent un rôle similaire dans l'écoulement. Certains modèles (comme le modèle TPHM [73, 77]) tentent de s éparer l'effet des pores cylindriques ou sph ériques de celui des microfissures sur la perm éabilit é et son lien avec la variation de porosit é Ils ignorent cependant les interactions entre les deux familles de pores, leur port é est donc limitée. Nous pouvons en effet légitimement penser que l'écoulement est dominé par les microfissures et que leur fermeture peut conduire à l'isolement de gros pores qui seront alors piégés dans la matrice [53, 78, 79]. L'isolement de ces pores sera alors assimilé à une «perte » directe de porosit éconnect ée.

Pour cette étude exp érimentale, nous avons test é, sur les échantillons, la sensibilit é de la porosit é et de la perm éabilit é au confinement. Un balayage syst énatique des variations de ces propri ét és a permis de démontrer l'importance du réseau de microfissures dans l'écoulement et de montrer qu'une large part de porosit é est pi ég ée dans la matrice solide au-delà d'un certain niveau de confinement. Ce ph énom ène est analys é sur le plan poro-m écanique qui confirme, au-del à des aspects transfert, que la porosit é pi ég ée a un impact important sur les propri ét és poro-m écaniques du mat ériau.

4.1.2 Effet du chargement mécanique sur la perméabilit éau gaz

La perméabilit é au gaz a ét é mesur ée par la méhode présent ée dans la section 2.7.1. Afin d'évaluer la sensibilité au confinement des échantillons, leur perméabilité au gaz a été mesurée pour quatre pressions de confinement : 3, 10, 20 et 40 MPa. Le dernier niveau correspond au niveau de la contrainte lithostatique in-situ. Le Tableau 4-1 présente les résultats de perméabilit éau gaz à l'état sec pour les dix échantillons pour les 4 niveaux de confinement.

	Perméabilité au gaz à l'état sec (10 ⁻¹⁷ m ²)								
R éf érence	3 N	MPa	10 MPa		20 MPa		40 MPa		
	Charge	D écharge	Charge	D écharge	Charge	D écharge	Charge / D & harge		
2335	3,80	2,58	1,97	1,50	1,12	0,79	0,59		
3248	2,81	1,92	1,44	0,77	0,63	0,39	0,22		
3249	0,66	0,51	0,35	0,20	0,14	0,10	0,05		
3250	2,24	1,56	0,88	0,55	0,42	0,33	0,21		
3372	6,23	4,07	2,25	1,69	0,81	0,53	0,20		
3375	4,19	2,94	2,04	1,18	0,93	0,60	0,31		
3377	3,19	2,35	1,07	0,64	0,38	0,25	0,07		
3379	2,29	1,59	0,70	0,36	0,20	0,11	0,04		
4456	1,36	1,05	0,81	0,51	0,37	0,27	0,15		
4458	1,29	0,91	0,72	0,45	0,35	0,23	0,13		

Tableau 4-1 Perméabilité au gaz à l'état sec en charge et en décharge

Les perm ábilit és au gaz à 3 MPa de confinement variant d'un ordre de grandeur (de 0,66 à 6,23 $\times 10^{-17}$ m³), nous avons choisi de présenter graphiquement ces résultats en les normalisant par rapport à leur perm ábilit é à 3 MPa de confinement. La Figure 4-1 présente donc l'évolution de cette perm ábilit é normalis ée en fonction du confinement. Il apparait clairement que malgr é les diff érences entre les échantillons (en termes de perméabilité à l'état sec, de porosité totale et de taille de pore),

leur sensibilit éau confinement est très comparable. Tous les échantillons voient ainsi leur perm éabilit é au gaz réduite d'environ 80% pour 40 MPa de confinement. La perm éabilit éen charge ou en d écharge montre un écart significatif qui indique que le confinement présente un effet l ég èrement irr éversible sur le r éseau poreux, ceci peut êre la fermeture potentielle de certaine microfissures ou pores.



Figure 4-1 Perm éabilit é au gaz normalis é en fonction du confinement en charge et en d écharge

Dans la litt érature (par exemple [75]) trois mécanismes ont été identifi és justifiant la forte dépendance de la perméabilité à l'état de contrainte : la fermeture des microfissures (type 1), le réarrangement des grains (type 2) et un pore collapse au-delà d'un niveau de contrainte critique (type 3). Dans le cas présent, nous constatons une forte réduction de la perméabilité d ès les faibles niveaux de chargement mécanique. Ceci nous incite à penser que c'est le mécanisme de 'type 1' (fermeture de microfissures) qui pilote la perméabilité pour les matériaux de cette étude. Cette interpréation a déjà été reportée par de multiples travaux [53, 65, 66, 72, 73, 80-83]. Les travaux de Duan et al. [53] portaient sur un grès très comparable à celui de cette étude (même provenance géographique). Ces travaux ont permis d'identifier par MEB (cf. Figure 4-2) la morphologie de la structure poreuse. Elle est majoritairement compos ét de gros pores (diamère supérieur à 100 µm) reliés par des microfissures. Nous supposerons ici que nous sommes en présence du même type de structure poreuse, c'est-àdire de pores de grande taille bien connect és par un réseau de fines microfissures. Il est alors logique de penser que le réseau de microfissures contrôle l'écoulement de gaz et donc la perméabilit é



Figure 4-2 Image MEB de gr ès de Touat [53]

Afin de quantifier la sensibilit é au confinement de la perm éabilit é, il est classique d'utiliser une relation de type exponentielle [70, 72, 73, 75] :

$$K = K_0 \cdot e^{-\gamma(\sigma - \sigma_0)} \tag{4.1.1}$$

où K_0 est la perm éabilit é initiale sous un confinement σ_0 ;

 σ est la pression de confinement ;

 γ est le coefficient de la sensibilit éau confinement.

Plus le coefficient γ est grand plus le mat ériau est sensible au confinement. Le fittage des r ésultats au moyen de cette relation exponentielle fonctionne bien pour les mat ériaux de cette étude avec un coefficient de corr étation sup érieur à0,96 (cf. Figure 4-3 et Tableau 4-2).

Chapitre 4. Propri é és de transfert et porom écaniques des gr ès «tight » à l'état sec en relation avec leur structure poreuse



Figure 4-3 Fittage de la perm éabilit éau gaz normalis ée par la loi exponentielle

R éf érence	$\gamma (10^{-2} \text{ MPa}^{-1})$	R^2	R & érence	$\gamma \ (10^{-2} \text{ MPa}^{-1})$	R^2
2335	7,55	0,97	3375	9,40	0,99
3248	9,00	0,99	3377	14,72	0,99
3249	8,77	0,99	3379	16,18	0,99
3250	8,28	0,98	4456	7,33	0,99
3372	13,68	0,99	4458	8,02	0,99

Tableau 4-2 Coefficient de la sensibilit éau confinement et R²

Dans une certaine mesure, la Figure 4-4 montre une corr dation entre le coefficient de sensibilit é γ et la porosité accessible à l'eau. Assez logiquement, la sensibilité diminue avec l'augmentation de la porosit é La Figure 4-4 présente également des résultats issus de précédentes études, sur le grès «tight » du Rotliegend [65], le schiste et le grès de Sichuan [84]. Des tendances comparables peuvent être observ és. Cette corr dation avec la porosit é semble logique si nous partons du principe que moins l'échantillon est poreux plus l'écoulement est contrôlé par les fissures. Le cas extrême est celui de certains granites pour lesquels la totalité de l'écoulement est piloté par des fissure [85]. Nous pouvons ajouter que si les fissures se ferment assez facilement sous la pression de confinement, à l'inverse, les

plus gros pores ont une faible diminution de taille due à cette contrainte [73]. Cependant, comme le montre la Figure 4-4, la valeur des coefficients γ est très dispers é selon les échantillons et si nous comparons les grès «tight » de Touat et du Rotliegend le même coefficient γ peut correspondre à des porosit és très différentes. Par cons équence nous pouvons conclure que dans la recherche d'une corr dation entre la porosit é et la sensibilit é à la contrainte pour différents types de roches, il sera nécessaire d'obtenir une description plus fine de la structure poreuse et de ses propriétés poroméaniques, la valeur de la porosité accessible à l'eau n'est pas suffisante.



Figure 4-4 Coefficient de la sensibilité au confinement en fonction de la porosité à l'eau

4.1.3 Effet du chargement mécanique sur la porosit é

Cette partie vise à identifier l'effet de la pression de confinement sur la porosité. Même si les outils et méhodes employ és dans ce travail ne permettent pas une description fine de la structure poreuse, ils visent à extraire d'essais macroscopiques, des informations sur l'impact de l'évolution de cette structure sur les propriétés de transfert à l'échelle macroscopique même si les modifications interviennent àplus petite échelle.

a) Porosit éau gaz mesur é sous chargement m écanique

La porosit é au gaz du mat ériau a ét é mesur ée suivant le principe expos é dans la section 2.8 en parall de des mesures de perméabilité à l'état sec sous contraintes de confinement variables. Cet essai original est très utile car il permet de comparer la déformation volumique de l'échantillon et sa variation de porosit é Nous pouvons alors observer si la fermeture de fissure va déboucher sur un

piégeage de porosité, c'est-à-dire sur l'occlusion possible d'une partie du réseau poreux disponible pour l'écoulement.

Le Tableau 4-3 r ésume les mesures de porosit é accessible au gaz pour les diff érents échantillons et pour les diff érents niveaux de chargement. Comme pour la perm éabilit é au gaz, dans un souci de faciliter la comparaison entre les échantillons, nous avons, dans un premier temps, choisi de repr ésenter la porosit é normalis ée (ϕ/ϕ_0) en fonction du confinement (voir la Figure 4-5). Il s'agit de la porosit é mesur ée à un niveau de confinement donn é(ϕ) divis ée par la porosit é mesur ée sous 3 MPa de confinement (ϕ_0). L'allure de ces courbes est assez comparable à celle obtenue pour la variation de la perm éabilit é normalis ée. La sensibilit é est toutefois plus grande dès le début du confinement. Les amplitudes de variation sont très logiquement plus faibles (elles varient de 10 à 25% du volume initial) car elles sont du même ordre de grandeur que les variations relatives de volume. Par contre nous constatons que la porosit é est largement r éversible qui implique que la plupart des microfissures et des pores ferm és sont capables de rouvrir en décharge.

	1							
R & frence	3 1	MPa	10 MPa		20 MPa		40 MPa	
	Charge	D écharge	Charge	D écharge	Charge	D écharge	Charge / D & harge	
2335	5,72	5,63	5,40	5,37	5,21	5,20	5,04	
3248	4,62	4,44	4,29	4,28	4,20	4,18	4,12	
3249	5,56	5,47	5,24	5,23	5,13	5,12	5,05	
3250	5,46	5,39	5,16	5,13	5,03	5,03	4,94	
3372	3,29	3,19	2,94	2,85	2,75	2,66	2,59	
3375	4,34	4,10	3,91	3,82	3,80	3,75	3,65	
3377	3,04	2,95	2,75	2,66	2,51	2,48	2,39	
3379	2,16	2,06	1,82	1,76	1,68	1,66	1,59	
4456	3,90	3,79	3,60	3,58	3,47	3,41	3,31	
4458	4,37	4,26	4,19	4,03	3,97	3,94	3,83	

Tableau 4-3 Porosit é au gaz en charge et en d écharge



Figure 4-5 Porosit éau gaz normalis é en fonction du confinement en charge et en d écharge

La variation de porosit é est à la fois due à la fermeture des microfissures, à la diminution de la taille des pores «non aplatis » (que nous appellerons les 'gros pores' par la suite) et donc à l'isolement de certains pores. Nous pouvons faire l'hypothèse qu'au-del à de 40 MPa de confinement, l'essentiel des microfissures de faible ouverture initiale est ferm é (il s'agit là d'une hypothèse de travail qui n'a pu âre totalement valid é jusque-là). Dans ce cas la variation de porosit é due à la fermeture de ces pores devient n égligeable [73]. La variation de porosit é due à la diminution de la taille des gros pores est suppos é âre d érite par une approche poro-m écanique, comme montr é par Zimmerman et al. [86] d'un point de vue théorique :

$$(1-\phi)\Delta\varepsilon_{\nu} = \Delta\phi + (1-\phi_0)\Delta\varepsilon_{\nu}^{s}$$
(4.1.2)

où ϕ_0 est la porosit éinitiale du milieu,

 ϕ est la porosit éactuelle du milieu (dans l'hypothèse des transformations infinit ésimales, nous supposons que $\phi = \phi_0$),

 \mathcal{E}_{v} est la d'éformation volumique du squelette,

 ε_{ν}^{s} est la d'éformation volumique de la matrice solide.

La relation (4.1.2) montre d'abord que la variation de la porosité est toujours inférieure à celle de la déformation du squelette. Dans notre étude la variation de la porosité de la relation (4.1.2) est estimée de $\Delta \varepsilon_v$ et $\Delta \varepsilon_v^s$ pour chaque incrément de la pression de confinement. $\Delta \varepsilon_v$ est mesurée directement par LVDT, alors que $\Delta \varepsilon_{\nu}^{s}$ entre deux contraintes de charge sur la matrice Σ_{1} et Σ_{2} est évalu é par :

$$\Delta \varepsilon_{\nu}^{s} = \frac{2 \cdot \left| \sum_{2} - \sum_{1} \right|}{K_{s} \left(\sum_{1} \right) + K_{s} \left(\sum_{2} \right)}$$

$$(4.1.3)$$

avec Σ la contrainte sur la matrice donn é par : $\Sigma = P_c / (1 - \phi)$ [30]. Les résultats exp érimentaux de $\Delta \varepsilon_v$ et K_s sont report és dans le Tableau 4-4 (K_s est d'étermin é par la mesure poro-mécanique discut ée plus tard dans la section 4.1.4). Alors la variation de porosit é due à la rétractation des gros pores est d'étermin ée par la relation (4.1.2). De l'à nous pouvons tracer (pour l'échantillon 2335 par exemple) dans la Figure 4-6 la porosit é totale et la porosit é des gros pores, puis la variation de la porosit é due à la rémeture des microfissures est présent ée comme la différence entre la ligne continue est la ligne discontinue, cette partie de la porosit é est report ée dans le Tableau 4-5. Nous notons que ceci est une estimation de la porosit épi ég ée qui n'arrive pas à donner des vraies valeurs.

R ef érence		3 MPa	10 MPa	20 MPa	40 MPa
0225	$\Delta \varepsilon_v$ (µdef)	0	833	1622	2638
2555	K _s (GPa)	31,0	21,6	16,8	26,3
22.49	$\Delta \varepsilon_v$ (µdef)	0	797	1502	2459
3248	K _s (GPa)	29,1	20,2	19,8	26,9
2240	$\Delta \varepsilon_v$ (µdef)	0	894	1528	2448
3249	K _s (GPa)	29,1	20,2	19,8	26,9
	$\Delta \varepsilon_v$ (µdef)	0	957	1757	2703
3250	K _s (GPa)	28,5	26,3	25,0	38,8
2270	$\Delta \varepsilon_v$ (µdef)	0	1002	1817	2481
3372	K _s (GPa)	31,5	26,5	24,5	33,3
2275	$\Delta \varepsilon_v$ (µdef)	0	894	1646	2491
3375	K _s (GPa)	27,7	23,7	22,2	31,2
3377	$\Delta \varepsilon_v$ (µdef)	0	856	1572	2597
	K_s (GPa)	30,2	28,1	18,7	30,3

Tableau 4-4 D formation volumique et module volumique de la matrice solide mesur és

Chapitre 4. Propri é és de transfert et porom écaniques des gr ès «tight » à l'état sec en relation avec leur structure poreuse

3379	$\Delta \varepsilon_v$ (µdef)	0	1005	1658	2627
	K_s (GPa)	28,5	21,7	19,6	29,7
4456	$\Delta \varepsilon_v$ (µdef)	0	789	1692	2748
	K_s (GPa)	28,2	25,7	20,4	27,4
4458	$\Delta \varepsilon_{v}$ (µdef)	0	785	1686	3142
	K_s (GPa)	25,8	19,0	17,9	22,8

Tableau 4-5 Variation de la porosit édue à la fermeture des microfissures

	3MPa –	10MPa -	20MPa -		3MPa –	10MPa –	20MPa –
R & frence	10MPa	20MPa	40MPa	R đ	10MPa	20MPa	40MPa
	(%)	(%)	(%)		(%)	(%)	(%)
2335	0,26	0,16	0,16	3375	0,36	0,09	0,14
3248	0,27	0,08	0,07	3377	0,23	0,21	0,09
3249	0,25	0,11	0,07	3379	0,26	0,13	0,08
3250	0,23	0,10	0,06	4456	0,25	0,08	0,15
3372	0,28	0,15	0,16	4458	0,16	0,18	0,11

Il apparait ici que la variation de porosit é due à la fermeture des fissures, varie de 74,1 à 84,0% de la variation totale de porosit é Si nous consid érons que le volume des fissures repr ésente une petite partie de la porosit é [80] nous pouvons nous interroger sur ce dernier r ésultat et nous poser la question d'un possible piégeage d'une partie de la porosité. Ceci signifierait que la fermeture de certaines fissures isolerait des pores plus gros qui ne seraient plus accessibles pour le gaz. Ce ph énom ène a d é à été identifié pour d'autres matériaux poreux [53, 79, 87]. Il est sch énatis é dans la Figure 4-7 qui présente l'effet de piégeage tel qu'il est supposé se produire. Le résultat de ce piégeage serait à l'origine de la forte 'perte' de porosit é due à la fermeture des microfissures. Il induirait également une augmentation de la porosit é occluse dans la matrice solide avec des cons équences sur les caract éristiques poro-m écaniques des mat ériaux. Ce point particulier sera discut é dans la section 4.1.3 c).



Figure 4-6 Porosit étotale et porosit édes gros pores pour échantillon 2335



Figure 4-7 Représentation de l'effet de piégeage de pores

b) Relation perm éabilit é porosit é

De nombreux mod des empiriques existent dans la littérature pour relier la perméabilité au gaz à la porosité, mais ce sont des relations de type loi puissance que nous retrouvons le plus souvent [75] pour les grès «tight » soumis à une pression de confinement :

$$\frac{K}{K_0} = \left(\frac{\phi}{\phi_0}\right)^{\alpha} \tag{4.1.4}$$

Plusieurs valeurs de α ont étéproposées, en fonction de la forme des pores. Par exemple, pour les pores circulaires, la valeur propos é pour α est de 2 [72, 88, 89], entre 2 et 3 pour les pores elliptiques [72, 90, 91] et 3 pour les fractures [72, 73, 92]. Il s'agit là de cas «id éaux » (assez doign és de la complexité et de la variabilité des pores présents au sein d'un seul mat ériau) mais il faut retenir de ces publications que le coefficient α ne peut pas avoir de valeur 'universelle' valable pour tous les milieux poreux. En effet, la perm éabilit é d'un milieu poreux change si la forme des pores change (même à porosit é constante) et la proportion de la porosité effective, qui contrôle l'écoulement peut également varier [93]. Zheng et al. [73] ont fait un bilan assez exhaustif des valeurs expérimentales que nous pouvons trouver pour α dans de nombreuses publications. Nous pouvons trouver de très larges variations (de 4,6 à 25,4) en particulier pour les grès peu perméables et de 7 à 70,2 pour des échantillons de schiste silteux. Pour le grès «tight » Ordovicien étudié dans cette thèse, les valeurs trouv és s'étalent de 8,38 à 19,31 (cf. Figure 4-8 et Tableau 4-6), ce qui est coh érent avec la litt érature. Ces r sultats permettent de confirmer un écoulement domin é par la présence de microfissures [70, 73, 80, 94, 95]. Leurs rapports hauteur-largeur et leur grande compressibilité par rapport aux gros pores conduisent à une très forte diminution des perm éabilit és pour de faibles variations de porosit é ceci se traduit par un coefficient α qui peut âtre grand.



Figure 4-8 Fittage de la relation perm éabilit é porosit é par la loi de puissance

R éf érence	α	\mathbf{R}^2	R & érence	α	R^2
-------------	---	----------------	------------	---	-------

Tableau 4-6 Coefficient de la relation perm éabilit é-porosit é et R^2

Chapitre 4. Propri é és de transfert et porom écaniques des gr ès «tight » à l'état sec en relation avec leur structure poreuse

2335	13,02	0,99	3375	9,91	0,94
3248	13,99	0,92	3377	11,26	0,99
3249	16,68	0,92	3379	8,38	0,99
3250	19,31	0,99	4456	9,68	0,94
3372	10,20	0,99	4458	15,26	0,97

De plus, la porosit é du gr ès étudi é est mixte (gros pores et fissures) ce qui, a priori, n'est pas compatible avec l'application d'une loi en puissance faisant intervenir une unique valeur de α , capable de tenir compte de tous les phénomènes physiques affectant le lien perméabilité porosit é Dans la Figure 4-6 présent ét auparavant, la variation de porosité (ϕ/ϕ_0) a été scind ét en deux parties : (ϕ/ϕ_0) due à la contraction des gros pores et (ϕ/ϕ_0)_p qui est suppos ét être due à la fermeture des microfissures. Si cette partie ne représente que le volume de fissures qui se ferment et que cela contrôle l'écoulement alors nous devrions obtenir une variation de perméabilité *K/K*₀ variant avec une loi cubique ($\alpha = 3$) en fonction de (ϕ/ϕ_0)_p. [73, 90, 92, 93]. La Figure 4-9 et le Tableau 4-7 présentent du fittage *K/K*₀ en fonction de (ϕ/ϕ_0)_p. Il apparait que le coefficient α obtenu est plus proche de 1 que de 3. Expérimentalement cela traduit qu'une variation donnée de perméabilité nécessite une plus grande variation de porosité que celle qui serait nécessaire si elle n'était due qu'à de la fermeture de fissures. En d'autres termes, ce r ésultat est une probable indication que la fermeture des fissures a pour effet de pi éger une partie de porosité (des « gros pores ») qui participe peu à l'écoulement. L'étude de cette porosit épi égé fait l'objet de la partie suivante.



Figure 4-9 Fittage de la relation perm éabilit é porosit é domin ée par les microfissures pour échantillon 2335

R éf érence	α	\mathbf{R}^2	R ef érence	α	\mathbf{R}^2
2335	0,87	0,94	3375	0,76	0,98
3248	0,63	0,98	3377	1,52	0,99
3249	0,63	0,99	3379	1,12	0,99
3250	0,84	0,98	4456	0,81	0,96
3372	1,25	0,99	4458	1,03	0,96

Tableau 4-7 Coefficient de la relation perm éabilit é-porosit édomin ée par les microfissures et R²

c) Variation de la porosit é mesur é au gaz - porosit é pi ég é

Dans les deux parties 4.1.3 a) et b), nous avons indiqu é la possibilit é de pi éger de la porosit é dans la matrice rocheuse, sp étialement d ès les faibles valeurs de confinement. Nous allons pr ésenter ici les résultats de tests qui confirment, selon nous, qu'une partie importante de la porosit é est effectivement « entrapp ée » dans la matrice. La relation (4.1.2) a montr é que la variation de porosité est, d'un point de vue poro-m écanique, toujours inf érieure à la variation relative de volume du squelette.

Exp érimentalement afin de faire la comparaison, la déformation du squelette ε_v est mesur éc comme indiqu épr éc édemment par des capteurs LVDT (cf. Tableau 4-4), au cours du confinement. La variation de porosit é et de la perm éabilit é sont mesur és simultan ément. Nous pouvons alors tracer la diff érence entre les déformations du volume poreux et de l' échantillon ($\Delta V_{pore} - \Delta V_{bulk}$) en fonction du confinement (Figure 4-10). Tous les échantillons présentent, au début du confinement (jusqu'à 10MPa), $\Delta V_{pore} > \Delta V_{bulk}$, ce qui est contradictoire avec la relation (4.1.2). Cela veut dire que, dans cette phase, la «perte » de porosité est plus grande que la variation de volume de l'échantillon, c'est-àdire que, le gaz ne peut plus acc éder à certains pores qui sont alors consid é és comme d éconnect és ou pi ég és dans la matrice solide. Entre 10 et 20 MPa de confinement certains échantillons continuent à pr ésenter un entrapage des pores tandis que, pour d'autres, l'inégalité s'inverse et nous avons $\Delta V_{pore} < \Delta V_{bulk}$. Au-delà de 20 MPa le phénomène s'accentue et $\Delta V_{pore} < \Delta V_{bulk}$ pour presque tous les échantillons. Ceci traduit que les fissures de faible ouverture initiale sont (presque) toutes ferm és et que nous retrouvons un comportement qui redevient coh érent avec la relation (4.1.2).



Figure 4-10 Différence de $\Delta V_{pore} - \Delta V_{bulk}$ en fonction du confinement

Pour mieux cerner le phénomène, deux tests complémentaires ont été effectués sur les échantillons 3372 et 3377. Ces tests visent à évaluer le degré de réversibilité des phénomènes en mesurant de nouveau la perméabilité et la variation de porosité sur un autre cycle de confinement. La Figure 4-11 permet de comparer la variation de porosité au cours des deux phases de chargement successives. Nous pouvons remarquer que le piégeage des pores est en partie réversible car dans la première phase de confinement (jusqu'à 10MPa) nous retrouvons $\Delta V_{pore} > \Delta V_{bulk}$. Toutefois le phénomène est moins marqué que lors du premier chargement. Nous pouvons noter en parall de que la perméabilité K_0 pour les deux échantillons a étédivisé par un facteur de 1,5 entre le 1^{er} et le 2^{ème} test.

Ceci peut âre interpr é épar la r éouverture partielle de microfissures au cours du d échargement et reste coh érent avec l'affirmation que certains pores sont restés piégés. Au-del à de 20MPa, le comportement est quasi inchangé ce qui conforte l'idée qu'à ce stade, la majorit é des microfissures de faible ouverture initiale sont ferm és et que la variation de volume des gros pores gouverne la variation de porosit é Entre 10 et 20 MPa nous sommes dans un cas interm édiaire qui confirme que nous pi égeons encore quelques pores. La Figure 4-12 donne la variation de perm éabilit é en fonction de la variation de porosit é Globalement les diff érences sont peu marqu és mêne si dans le deuxi ème cas la perm éabilit é semble un peu plus sensible à cette variation relative de porosit é



Figure 4-11 Différence de $\Delta V_{pore} - \Delta V_{bulk}$ au cours des deux chargements successives pour échantillons 3372 et 3377





b) Echantillon 3377

Figure 4-12 Perm éabilit éau gaz normalis éen fonction de la variation relative du volume poreux au cours des deux chargements successives

4.1.4 Propri ét és poro-m écaniques

Il semble naturel de compl der les mesures directes de porosit é par des mesures de propri d és poro-m écaniques telles les rigidit és du squelette et/ou de la matrice solide. Nous pouvons en effet souligner que si l'hypothèse de fermeture de fissures couplée avec du pi égeage de porosit é est valide alors les cons équences probables seront :

- Une augmentation de la rigidit é K_b du squelette avec le confinement. Cette augmentation (en l'absence de pore collapse qui est peu probable pour ce type de grès) sera due à la fermeture des fissures. Qu'il y ait ou non de la porosité piégée ne jouera pas sur K_b.
- Une comp étition possible entre une augmentation de la rigidit é K_s de la matrice solide due à la fermeture de fissures non connect és qui y seraient pr ésentes et une diminution de rigidit é due au pi égeage de pores qui rendrait cette matrice plus souple avec le confinement. C'est un effet qui peut sembler paradoxal mais qui a d é à ét éidentifi é pour des mortiers chauff és [87].

Les Figure 4-13 et Figure 4-14 pr ésentent les diff érents r ésultats obtenus en suivant le protocole de mesure pr ésent é à la section 2.9. Dans la Figure 4-13 nous pouvons observer que pour tous les échantillons, le module s écant K_b augmente tr ès significativement d'un facteur proche de 4 entre 3 et 40 MPa. L'augmentation de K_b est plus forte au début du chargement. Ceci va dans le sens d'une
fermeture de fissures. La variation du module K_s suit très logiquement ce qui a étésoulign éauparavant car aux faibles confinements K_s diminue lorsque le confinement augmente (Figure 4-14). Ceci va dans le sens d'un piégeage de la porosit é dans la matrice. Pour les confinements plus élev és (au-del à de 20 MPa) nous retrouvons un comportement plus 'logique' car K_s augmente avec le confinement. Cette rigidification est li ét à la fermeture de fissures internes à la matrice. Ceci est coh érent avec les observations pr ét édentes (cf. Figure 4-10) qui montraient qu'au-del à de 20 MPa, le pi égeage de pores était moins pr ésent.



Figure 4-13 Module d'incompressibilité drainé K_b en fonction du confinement



Figure 4-14 Module d'incompressibilité de la matrice solide K_s en fonction du confinement

Il est également intéressant d'observer la variation du coefficient de Biot avec la pression de confinement. La Figure 4-15 présente l'ensemble de ces r ésultats. Il apparait qu'à faible confinement, le coefficient de Biot de tous les échantillons est dev é entre 0,83 et 0,99. Ces valeurs correspondent à un milieu tr ès fractionn é Rappelons que pour un sable par exemple, dans lequel le squelette pr ésente peu de rigidit é devant celle des d'énents qui le composent (matrice rocheuse), le coefficient de Biot est proche de 1. Le coefficient de Biot diminue ensuite progressivement jusqu'à 20 MPa, traduisant la fermeture des fissures qui entraine également une augmentation du module K_b . Dans le même temps, le pi égeage de la porosit é entraine une diminution de K_s . Au-del à de 20 MPa, K_b et K_s augmentent simultan énent et le coefficient de Biot 'converge' vers une valeur usuelle pour un grès entre 0,55 et 0,7. Ce type de comportement a aussi d'éconstat édans d'autres études [66, 96-99]. En outre, Hu et al. [100] ont observ é dans les gr ès endommag és, que le coefficient de Biot augmente avec la contrainte axiale qui conduit à la r éouverture des pores ferm és induit par la propagation des fissures.



Figure 4-15 Coefficient de Biot en fonction du confinement

La Figure 4-16 présente l'évolution du coefficient de Biot en fonction de la porosité piégée d derminée dans la section 4.1.3. Il apparait assez clairement une relation entre ces deux mesures allant dans le sens des hypothèses formulées. Ce point sera rediscuté dans la section 4.2 lors de la mise en place d'un mod de micromécanique simplifié permettant de tester la validité de ces hypothèses.



Figure 4-16 Coefficient de Biot en fonction de la porosit épi ég ée

4.1.5 Conclusion

Cette étude sur des échantillons de grès «tight » étudi é à l'état sec avait pour but d'identifier certains des phénomènes physiques qui sont à l'origine de la grande sensibilité au confinement de la perméabilité au gaz de ces matériaux. C'est une première étape indispensable avant d'y associer l'effet de la saturation en eau qui devrait exacerber cette sensibilit é Nous consid érons souvent que c'est la fermeture des fissures qui est à l'origine de la chute de perméabilité avec la pression hydrostatique. Les informations recueillies dans cette campagne expérimentale et l'analyse des résultats permettent d'aller, pour ce grès, au-del à de la simple fermeture de fissures.

Des essais particuliers ont ét é mis au point et affin és pour pouvoir mesurer la variation de porosit é au gaz en fonction du confinement, simultan ément avec des mesures de perm éabilit é et de propri ét és poro-mécaniques. Des observations microscopiques ont d'abord montré que le réseau poreux du mat ériau est compos é de larges pores reli és entre eux par des microfissures. Les premiers essais ont ensuite indiqu éque la chute de perm éabilit é était très forte dès l'application du confinement, traduisant la fermeture de fissures mais que la variation simultan ée de porosit é était trop forte pour être compatible avec le volume de microfissures. Cela laissait supposer que la fermeture de fissures avait pour effet de pi éger de la porosit é dans la matrice solide. Les mesures de diminution de volume poreux compar ée à la déformation de volume des échantillons ont alors clairement valid é cette hypoth èse jusqu'à un confinement de 20MPa. Au-del à les fissures sont (presque toutes) ferm ées et le mat ériau se comporte plus «classiquement ». Ce pi égeage de pores, qui est partiellement r éversible et associ é à la

fermeture des fissures, se traduit en parall de par de très nettes variations du module de compressibilit é du squelette K_b et de la matrice solide K_s . Ces variations confirment entièrement l'hypothèse d'un piégeage de pores dû au confinement. Elles impliquent en parall de une variation du coefficient de Biot de ce grès qui à faible confinement est proche de 1, comme pour un milieu fractionn é pour finalement atteindre une valeur usuelle de 0,5 à 0,7 à fort confinement. Ces phénomènes physiques seront des outils précieux pour analyser ultérieurement l'impact combiné de la saturation en eau et du confinement sur la perméabilité effective au gaz d'un tel type de grès.

4.2 Mod des microm écaniques du coefficient de Biot et de la perméabilité à l'état sec

4.2.1 Introduction

Comme nous l'avons vu au paragraphe 4.1, le comportement li é à la fermeture des microfissures (y compris le pi égeage des pores dans la matrice solide) a un impact important sur les propri é é des grès «tight ». Afin de mieux en cerner les mécanismes impliqués et leur possible contribution aux effets obtenus, un mod de micromécanique a é émise en place.

Dans un premier temps, nous nous int éresserons aux propri étés poro-mécaniques, et particuli èrement au coefficient de Biot. Les résultats expérimentaux (cf. section 4.1.4) obtenus ont montr é que ce coefficient était proche de 1 à faible confinement et diminuait ensuite progressivement avec l'augmentation de confinement pour atteindre une valeur usuelle pour un grès. Le mod de microm écanique simplifi é qui a été mis en œuvre ici vise principalement à reproduire les mécanismes de fermeture des microfissures et le pi égeage des pores afin d'observer leur effet sur le coefficient de Biot.

Par la suite, ce sera l'effet du chargement mécanique sur la perm ábilit é qui sera mod dis é Comme nous l'avons vu pr & édemment (cf. section 4.1.2), la perm ábilit é est principalement contr d & par l'ouverture des fissures qui occupe tr & peu de volume poreux mais peuvent effectivement agir en tant que le passage principal d' écoulement. Le mod de de perm ábilit é pr ésent é est bas é sur le mod de microm écanique pr & édent et sur les travaux ant érieurs de Dormieux et al. [101].

4.2.2 Approche microm écanique des propri ét és poro-m écaniques

Nous nous int éressons dans cette section à la mod disation des propri étés poro-mécaniques du grès «tight » qui est consid été comme un matériau granulaire poreux. Selon les observations microscopiques de Duan et al. [53] sur les grès de la même origine que ceux étudi és dans cette thèse (cf. section 4.1.2), la roche est constitu és de grains de quartz partiellement ciment é, la zone de contact entre les grains construisant le joint de grains. Du point de vue de la mod disation, les grains de quartz

et leur contours sont représent és par des grains composites, constitu és d'un grain élastique entouré d'une interface d'astique correspondant à la zone de contact entre les grains, représent éc comme une interface bidimensionnelle [102].

Le volume élémentaire représentatif (VER) Ω (cf. Figure 4-17), de volume $|\Omega|$, est constitu é de deux phases : une phase solide représentant les grains composites Ω_g , avec $\Omega_g = \bigcup_i G_i$ et une phase poreuse Ω_p . Nous d'éfinissons l'échelle microscopique comme celle qui révèle l'hétérogénéité de la microstructure, c'est-à-dire les grains, leurs interfaces et les pores. A l'échelle macroscopique, le VER est consid é é comme une structure homog én és é compos ée des grains et des pores. Le vecteur z est défini comme le vecteur de position à l'échelle microscopique dans le VER. Si a(z) est un champ défini sur Ω à l'échelle microscopique, sa moyenne est désigné par \overline{a} :

$$\bar{a} = \frac{1}{|\Omega|} \int_{\Omega} a(z) dV$$
(4.2.1)

Similairement, nous introduisons également les moyennes intrins àques \overline{a}^{α} (avec $\alpha = g$ ou p) sur Ω_{α} :

$$\overline{a}^{\alpha} = \frac{1}{|\Omega_{\alpha}|} \int_{\Omega_{\alpha}} a(z) dV$$
(4.2.2)

D'après leurs d'éfinitions, \bar{a} et \bar{a}^{α} sont des quantit és macroscopiques.



Figure 4-17 Volume & émentaire représentatif du grès «tight »

a) Mod de morphologique

Le comportement poro-mécanique consid é édans cette étude est celui au voisinage d'un état sous la contrainte macroscopique donn é, qui est pris en compte comme l'état de référence pour ce mod de.

Nous nous plaçons dans des conditions identiques à celles des expériences. On détermine le coefficient de Biot au voisinage d'un état de chargement (ou déchargement) donné (et de porosité piég ée donn ée). Nous considérons en effet des incréments de charges ou de décharges autour de cet état de référence correspondants à la mesure expérimentale. Nous appelons pour la suite le comportement poro-mécanique d'un assemblage de grains avec interface et de pores au voisinage d'un état de porosit épi ég ée donn éle comportement tangent.

Le comportement poro-mécanique tangent d'une interface est caractérisé par une rigidit é normale k_{nt} , une rigidit é tangentielle k_{tt} , ainsi qu'un coefficient de Biot γ [30]. Nous supposons que tous les interfaces ont le même comportement tangent.

Nous d'ésignons : le vecteur normal à l'interface par **n** ; le vecteur contrainte agissant sur l'interface par **T** ; la pression dans les pores par p ; le saut de d'éplacement dans l'interface par $[\mathbf{u}]$. Ainsi, la loi constitutive de l'interface s'écrit :

$$\begin{cases} d\mathbf{T} \cdot \mathbf{n} = k_{nt} [d\mathbf{u} \cdot \mathbf{n}] - \gamma dp \\ d\mathbf{T}_{t} = k_{nt} [d\mathbf{u}_{t}] \end{cases}$$
(4.2.3)

avec $\mathbf{T}_t = \mathbf{T} - (\mathbf{T} \cdot \mathbf{n})\mathbf{n}$ et $\mathbf{u}_t = \mathbf{u} - (\mathbf{u} \cdot \mathbf{n})\mathbf{n}$.

En prenant en compte la fermeture des microfissures et le piégeage des pores, l'assemblage des grains avec leurs interfaces et des pores est constitu éde quatre composants différents:

- Pores satur és du gaz de fraction volumique $\phi \phi_{\rm p}$
- Pores pi ég és de fraction volumique $\phi_{\rm p}$
- Grains avec une interface satur \notin du gaz de fraction volumique 1 ϕ f_p
- Grains avec une interface ferm \notin de fraction volumique f_p

Les d derminations quantitatives du comportement macroscopique sont li és à la r ésolution de l'équilibre mécanique utilisant le comportement microm écanique suivant :

$$\begin{cases} z \in G_i : \quad \mathrm{d}\boldsymbol{\sigma} = \mathbb{C}^s : \mathrm{d}\boldsymbol{\varepsilon} \\ z \in \partial G_i : \quad \mathrm{d}\mathbf{T} = \boldsymbol{k}[\mathrm{d}\mathbf{u}] - \gamma \mathrm{d}p\mathbf{I} \\ z \in \Omega_p : \quad \mathrm{d}\boldsymbol{\sigma} = -\mathrm{d}p\mathbf{I} \end{cases}$$
(4.2.4)

où I est le tenseur identité d'ordre 2 ;

 σ et ε sont respectivement la contrainte sur le grain et la déformation du grain ;

[du] est le saut de d'éplacement, $[du] = du(R^+) - du(R^-)$;

 \mathbb{C}^s est la rigidit édu grain, ici nous supposons que le grain est incompressible, donc $\mathbb{C}^s \to \infty$.

Nous supposons que le coefficient de Biot $\gamma = 1$ pour les interfaces ouvertes, $\gamma = 0$ pour les interfaces ferm és et la pression interstitielle p = 0 pour les pores ferm és. Le champ de d'éplacement incr émental uniforme est appliqu écomme conditions aux limites sur la fronti de $\partial \Omega$ du VER :

$$(\forall z \in \partial \Omega) \quad \mathrm{d}\mathbf{u}(z) = (\mathrm{d}\mathbf{E}_0) \cdot z$$

$$(4.2.5)$$

Pour le cas drain é, dans le cadre de l'élasticité linéaire, la contrainte incrémentale macroscopique s'écrit :

$$\mathbf{d\Sigma} = \mathbb{C}^{eff} : \mathbf{dE} + \mathbf{dpB}^{macro} \tag{4.2.6}$$

où \mathbb{C}^{eff} est la rigidit éeffective tangente du milieu homog én és é;

 \mathbf{B}^{macro} est le tenseur de Biot équivalent (de seconde ordre). Dans le cas d'un milieu isotrope, $\mathbf{B}^{macro} = b\mathbf{I}$.

Afin de d terminer \mathbb{C}^{ef} , \mathbf{B}^{macro} et la d tormation moyenne incrémentale des pores et des grains, il est n tessaire de mettre en place un schéma d'homogénéisation afin d'exprimer ces grandeurs porométanique.

b) Mod disation du coefficient de Biot

L'homogénéisation utilisant le sch éna auto-coh érent parait êre la plus adapt ée pour d éterminer le comportement homogénéisé d'un milieu granulaire de type polycristallin [101, 103-105]. Le principe du sch éna auto-coh érent consiste à supposer que chaque phase (grain composite ou pore) r éagit à la charge m écanique appliqu ée au VER comme si il s'agissait d'une inclusion plong ée dans un milieu homog én és é dont nous cherchons à d éterminer le comportement poro-m écanique. Par souci de simplification, une forme sph érique sera utilis ée pour représenter les inclusions, qu'il s'agisse des grains composites ou des pores.

Afin de mettre en œuvre le schéma auto-coh érent, les solutions correspondant aux deux problèmes principaux de type «Eshelby » [106] pour les grains composites et les pores (voir Figure

4-18) doivent être dérivés. Dans chaque cas, l'inclusion est plongée dans un milieu infini de rigidit é \mathbb{C}^{eff} , soumis aux conditions aux limites présentées dans la relation (4.2.5) et à une pression interstitielle uniforme dans les pores et les interfaces ouvertes.



Figure 4-18 Sch éma auto-coh érent pour le mod de poro-m écanique : a) grain composite avec l'interface ouverte/ferm é ; b) pore ouvert/ferm é

Pour ce qui est du grain composite (de rayon R), il s'agit de r ésoudre le problème suivant :

$$\begin{cases} r < R & d\boldsymbol{\sigma} = \mathbb{C}^{s} : d\varepsilon \\ r = R & d\mathbf{T} = \boldsymbol{k} [d\mathbf{u}] - \gamma dp \mathbf{I} \\ r > R & d\boldsymbol{\sigma} = \mathbb{C}^{eff} : d\varepsilon \end{cases}$$
(4.2.7)

En s'inspirant de Dormieux et al. [106], nous écrivons d'abord le champ de déplacement sous la forme :

$$u(r) = a \cdot r + \frac{b}{r^2} \tag{4.2.8}$$

où *a* et *b* sont deux param àres à d terminer. Le param àre *a* est d terminer de la condition aux limites pour le cas isotrope $\mathbf{u} = \mathbf{E}_0 \mathbf{I} \cdot \mathbf{z}$ qui implique :

$$a = \mathcal{E}_0 \tag{4.2.9}$$

La continuit é de la contrainte sur la surface de grain (r = R) implique quant à elle que:

$$\sigma_{rr}(R) = k_{m} \mathbf{u}_{in} - \gamma p \tag{4.2.10}$$

avec $u_{in} = u(R)$. La contrainte radiale est calcul é d'après le champ de d'éplacement :

$$\sigma_{rr}(r) = 2\mu^{eff} \cdot \frac{\partial u(r)}{\partial r} + \lambda^{eff} \left(\frac{\partial u(r)}{\partial r} + 2\frac{u(r)}{r} \right)$$
(4.2.11)

avec u^{eff} et λ^{eff} les coefficients de Lamé En utilisant (4.2.10) et (4.2.11), nous pouvons d'éduire les expressions de *b* et u_{in} :

$$b = \frac{2\mu^{eff} R^{3} E_{0} - k_{nt} R^{4} E_{0} + 3\lambda^{eff} R^{3} E_{0} + \gamma p R^{3}}{4\mu^{eff} + k_{nt} R}$$

$$u_{in} = \frac{6\mu^{eff} R E_{0} + 3\lambda^{eff} R E_{0} + \gamma p R}{4\mu^{eff} + k_{nt} R}$$
(4.2.12)

Donc la déformation de grain composite est calcul é par :

$$\varepsilon^{gc} = \frac{\mathbf{u}_{in}}{R} = \frac{3\lambda^{eff} \mathbf{E}_0 + 6\mu^{eff} \mathbf{E}_0 + \gamma p}{4\mu^{eff} + k_m R}$$
(4.2.13)

Le problème concernant le pore est un problème classique de type 'Eshelby' pour lequel l'inclusion est une cavité de forme sphérique. La solution pour les pores prend la forme [106] :

$$\begin{cases} \mathbf{d}\overline{\boldsymbol{\varepsilon}}^{p} = \left(\mathbb{I} - \mathbb{P} : \mathbb{C}^{eff}\right)^{-1} : \left(\mathbf{d}\mathbf{E}_{0} + dp\mathbb{P} : \mathbf{I}\right) \\ \mathbf{d}\overline{\boldsymbol{\sigma}}^{p} = -\mathbf{d}p\mathbf{I} \end{cases}$$
(4.2.14)

Nous notons que le champ incr émental de la déformation est homogène pour les pores : $d\overline{\varepsilon}^{p} = d\varepsilon^{p}(z)$ pour $z \in \Omega_{p}$. \mathbb{P} désigne le tenseur d'Hill d'une cavité pour le matériau de rigidit é \mathbb{C}^{eff} (notons que dp= 0 pour les pores ferm és) qui prend la forme [106] :

$$\mathbb{P} = \frac{\alpha}{3K^{\text{eff}}} \mathbb{J} + \frac{\beta}{2\mu^{\text{eff}}} \mathbb{K}$$
(4.2.15)

avec $\mathbb{J} = 1/3\mathbf{I} \otimes \mathbf{I}$, $\mathbb{K} = \mathbb{I} - \mathbb{J}$, $\alpha = 3K^{eff} / (3K^{eff} + 4\mu^{eff})$ et $\beta = 6(K^{eff} + 2\mu^{eff}) / (15K^{eff} + 20\mu^{eff})$ [106]. Nous pouvons alors déduire l'expression de la déformation des pores :

$$\varepsilon^{p} = \frac{\mathrm{E}_{0} + \alpha p / (3K^{eff})}{1 - \alpha} \tag{4.2.16}$$

avec p = 0 pour les pore ferm és.

En utilisant (4.2.13) et (4.2.16), la loi de la déformation moyenne donne la déformation macroscopique:

$$\mathbf{E} = \phi_{p} \cdot \frac{\mathbf{E}_{0}}{1-\alpha} + (\phi - \phi_{p}) \cdot \frac{\mathbf{E}_{0} + \alpha p / (3K^{eff})}{1-\alpha} + (1-\phi) \cdot \frac{3\lambda^{eff} \mathbf{E}_{0} + 6\mu^{eff} \mathbf{E}_{0} + \gamma p}{4\mu^{eff} + k_{ut}R}$$
(4.2.17)

Similairement, la loi de la contrainte moyenne permet d'écrire la contrainte macroscopique:

$$\Sigma = (\phi - \phi_p) \cdot p + (1 - \phi - f_p) \cdot (k_{nt} \cdot \mathbf{u}_{in} - \gamma p)$$
(4.2.18)

Afin de d terminer le comportement m canique homog én és é du mat ériau, en faisant l'hypothèse que $k_{tt} \ll k_{nt}$, K^{eff} et μ^{eff} ont ét é d termin és préc édemment par Maleej et al. [107] dans le cas où $\phi < 1/3$:

$$\begin{cases} K^{eff} = \left(\frac{1}{3} - \phi\right) k_{nt} R\\ \mu^{eff} = \frac{3}{8} \left(\frac{1}{3} - \phi\right) k_{nt} R \end{cases}$$
(4.2.19)

Le coefficient de Lam é λ^{eff} est alors calcul éselon : $\lambda^{eff} = K^{eff} - \frac{2}{3} \cdot \mu^{eff} = \frac{3}{4} \left(\frac{1}{3} - \phi\right) k_{nt} R$.

Nous pouvons remarquer d'après (4.2.17) et (4.2.18) que la loi de la déformation et la contrainte moyenne appliquée sur les pores et les grains composites permettent d'exprimer la déformation macroscopique E en fonction de E_0 et p et d'écrire une relation linéaire entre la contrainte macroscopique Σ , E et p.

Le comportement macroscopique du mat ériau s'écrit :

$$\Sigma = 3K^{eff} \cdot \mathbf{E} + b \cdot p \tag{4.2.20}$$

Nous supposons que la fraction volumique des grains composites ayant une interface ferm $\notin f_p$ est li \notin à la porosit épi $\notin \notin \phi_p$ par la relation :

$$f_p = (1 - \phi) \frac{\phi_p}{\phi} \tag{4.2.21}$$

En introduisant (4.2.17), (4.2.18) et (4.2.19) dans (4.2.20), nous pouvons en déduire l'expression du coefficient de Biot *b* :

$$b = 1 - \frac{\phi_p}{\phi} \tag{4.2.22}$$

Nous notons que *b* est une fonction d'écroissante de ϕ_p et, à l'état initial, quand il n'y a pas de porosit é pi ég ée *b* est égal à 1. L'approche microm écanique montre que la d'écroissance du coefficient de Biot est li ée au pi égeage de la porosit é et à la fermeture des pores.

Deux mod des alternatifs ont étéstés et abandonn éss :

Dans le cas simplifi é o ù 1 - φ - f_p = 0, que toutes les interfaces sont ouvertes avec γ = 1, il devient :

$$b = 1 - 3\phi_p \tag{4.2.23}$$

La décroissance du coefficient de Biot reste très faible.

• Dans le cas où $f_p = 0$, que toutes les interfaces sont ferm és avec $\gamma = 0$, il devient :

$$b = 3\left(\phi - \phi_p\right) \tag{4.2.24}$$

Le coefficient de Biot est de l'ordre de 3ϕ et très différent de 1 sous faible confinement.

Il s'agit maintenant de savoir si les variations observées expérimentalement sont du même ordre de grandeur que celles pr évues par le mod de et ainsi pouvoir juger si le pi égeage de porosit é à lui seul est susceptible d'expliquer les tendances observées

c) Comparaison avec les donn és exp érimentales

La première application du mod de consiste ainsi à mod diser l'évolution du coefficient de Biot du grès «tight » éudié en fonction du chargement mécanique appliqué D'après notre hypothèse, le piégeage des pores provoquépar la fermeture des interfaces est responsable de la variation de *b*. Dans un premier temps, nous comparons dans la Figure 4-19 le coefficient de Biot mod disépar la relation (4.2.22) avec les résultats expérimentaux présent és dans la section 4.1.4.



Chapitre 4. Propri é és de transfert et porom écaniques des gr ès «tight » à l'état sec en relation avec leur structure poreuse



Figure 4-19 Comparaison des r ésultats mod dis és (avec l'hypothèse de (4.2.21)) et exp érimentaux du coefficient de Biot

Il apparait donc d'après la Figure 4-19, que le mod de microm écanique permet bien de relier le piégeage de la porosit é et la diminution du coefficient de Biot. Nous constatons cependant que la diminution mesur é exp érimentalement est significativement plus importante que celle mod dis é. Il parait raisonnable de penser que l'expression proposée de f_p (cf. relation (4.2.21)) ne soit pas adapt é à tous les mat ériaux. Nous pouvons en effet supposer que la proportion d'interfaces fermée en fonction de la porosit é pi ég é puisse varier en fonction de la connectivit é des pores piégées (c'est-à-dire la proportion d'interfaces qu'il est nécessaire de fermer avant de piéger le pore). Un param dre de calage est donc introduit, et l'expression de f_p en fonction de ϕ_p est modifi é comme suit :

$$f_p = \left(1 - \phi\right) \frac{u \cdot \phi_p}{\phi} + O\left(\phi_p^2\right) \tag{4.2.25}$$

Il est naturel de relier la fraction de pores fermés à la fraction d'interfaces fermés, et u est un paramètre qui dépend de la connectivité et des propriétés du réseau poreux. Donc l'expression du coefficient de Biot devient :

$$b = 1 - \frac{(3u-3)\phi^2 - (4u-3)\phi + u}{(1-\phi)\phi} \cdot \phi_p + O(\phi_p^2)$$
(4.2.26)

La Figure 4-20 confronte les r sultats de ce nouveau mod de aux r sultats exp érimentaux. Les valeurs de param dre u pour chaque échantillon sont report és dans le Tableau 4-8.



Chapitre 4. Propri é és de transfert et porom écaniques des gr ès «tight » à l'état sec en relation avec leur structure poreuse



Figure 4-20 Comparaison des r ésultats mod dis és (avec l'hypothèse de (4.2.26)) et exp érimentaux du coefficient de Biot

R ef érence	и	R ef érence	и
2335	4,95	3375	2,63
3248	4,66	3377	1,39
3249	5,22	3379	1,93
3250	4,90	4456	2,47
3372	1,77	4458	3,99

Tableau 4-8 Param ètre de calibration u

La cin tique de détroissance du module en fonction du piégeage des pores ainsi obtenue est proche de celle obtenue expérimentalement. Le paramètre u varie ainsi de 1,39 à 5,22. Nous pouvons constater que globalement la valeur de u est plus faible pour une porosité à l'eau plus faible (voir Figure 4-21).



Figure 4-21 *u* en fonction de la porosité à l'eau

Cependant, pour certains échantillons, un écart entre les valeurs initiales du coefficient de Biot demeure encore entre le modèle et l'expérience. Ceci peut signifier qu'à l'état initial de la mesure (3 MPa de confinement) une partie de la porosité est déjà piégée dans la matrice solide. Mais comme cette partie de la porosit épi ég ée ne peut pas être mesur ée exp érimentalement à l'état sans confinement nous nous contentons pour l'instant de modéliser la tendance de la variation du coefficient de Biot.

4.2.3 Approche microm écanique de la perm éabilit é

L'objective de cette partie est de quantifier l'effet de la fermeture du joint provoquée par la contrainte macroscopique et la variation associ ée de la perm éabilit é absolue et de v érifier que la description adopt ée au paragraphe pr éc édent est également compatible avec les mesures hydrauliques. Nous allons supposer dans cette section que le comportement de l'interface est élastique et non-lin éaire. Sur la base de cette hypothèse, nous en d éduirons un mod è de perm éabilit é sous charge utilisant le m ême mod è morphologique que celui utilis épour le comportement poro-m écanique.

L'estimation de la perméabilité homogénéisée nécessite une estimation du gradient de la pression moyenne dans les pores et de l'écoulement du fluide dans les interfaces. Pour ce faire, nous consid érerons de nouveau le schéma d'homogénéisation auto-coh érent. Ainsi, chaque phase, grain composite ou pore, se comporte comme une inclusion plong ée dans un milieu homog én és é perm éable dont la perméabilit é sera d étermin ée. La d émarche adopt ée pour la mise en place du sch éma autocoh érente est pr ésent ée ci-apr ès.

a) Mod disation de la perm éabilit é

La première dape permettant d'estimer k^{hom} , la perm éabilit é homog én és ée, consiste à r ésoudre deux problèmes auxiliaires qui sont respectivement li és aux écoulements dans les interfaces et dans les pores (cf. Figure 4-22). D'abord pour interpréter le problème de l'écoulement dans les interfaces, les grains sont représent és par des grains sphériques G (de rayon R) entour és d'une interface de conductivit é η , plong és dans un milieu homog én és é infini de perm éabilit é égale à k^{hom} (qui est l'inconnue de ce problème). A l'infini, la condition aux limites sur la pression du fluide s' écrit :

$$(\forall z \in \partial \Omega) \quad p(z) = \nabla P_0 \cdot z$$

$$(4.2.27)$$

avec ∇P_0 le gradient de la pression macroscopique auxiliaire, qui sera li é au gradient r él de la pression macroscopique.



Figure 4-22 Sch éna auto-coh érent pour le mod de de la perm éabilit é

La r solution du premier problème auxiliaire conduit à:

$$\begin{cases} \overline{v}^{g} = -3 \frac{k^{\text{hom}} \eta / R}{k^{\text{hom}} + \eta / R} \nabla P_{0} \\ \overline{\nabla P}^{g} = \frac{3}{2} \frac{k^{\text{hom}}}{k^{\text{hom}} + \eta / R} \nabla P_{0} \end{cases}$$

$$(4.2.28)$$

avec \overline{v}^{g} la vélocité moyenne dans les interfaces et $\overline{\nabla P}^{g}$ le gradient de pression moyen dans les interfaces.

La deuxi ème partie du probl ème concerne les pores sph ériques, plong és dans un milieu infini homog én és é de perm éabilit é égale à k^{hom} avec les mêmes conditions aux limites que pr éc édemment. La taille des pores étant suppos és grande par rapport à l'ouverture des interfaces, nous supposerons que les pores ont une perm éabilit é infinie. La r ésolution du deuxi ème probl ème aboutit ainsi à:

$$\begin{cases} \overline{v}^{p} = -3k^{\text{hom}}\nabla P_{0} \\ \overline{\nabla P}^{p} = 0 \end{cases}$$

$$(4.2.29)$$

avec \overline{v}^{p} la vélocité moyenne dans les pores ouverts et $\overline{\nabla P}^{p}$ le gradient de pression moyen dans les pores ouverts.

Pour les pores et interfaces ferm és, nous en d'éduisons (en consid érant $\eta \rightarrow 0$ et $k_{pore} \rightarrow \infty$):

$$\begin{cases} \overline{v}^{piege} = 0\\ \overline{\nabla P}^{piege} = \frac{3}{2} \nabla P_0 \end{cases}$$
(4.2.30)

avec \overline{v}^{piege} la v docit émoyenne dans les pores pi ég és et $\overline{\nabla P}^{piege}$ le gradient de pression moyen dans les pores pi ég és.

Dans un deuxième temps, nous considérons que le gradient de la pression moyenne dans les grains est égale au gradient de la pression moyenne dans Ω_g (et que la perméabilité de l'interface pour chaque grain est identique). Comme montre le travail de Dormieux et al. [101], en appliquant la loi moyenne, nous pouvons déduire l'écoulement moyen et le gradient de la pression moyenne dans le milieu homog én és é:

$$\begin{cases} \overline{v} = (\phi - \phi_p)\overline{v}^p + (1 - \phi - f_p)\overline{v}^s \\ \overline{\nabla P} = (\phi_p + f_p)\overline{\nabla P}^{piege} + (1 - \phi - f_p)\overline{\nabla P}^s \end{cases}$$
(4.2.31)

La définition de k^{hom} s'écrit :

$$\overline{v} = -k^{\text{hom}} \nabla P \tag{4.2.32}$$

En utilisant (4.2.31) et (4.2.32), et en se basant sur l'hypothèse qu'une partie des pores et des interfaces sont ferm és sous chargement et que toutes les interfaces ouvertes ont la même conductivit é η , la perm éabilit éhomog én és ée est obtenue par :

$$k^{\text{hom}} = \frac{\left(1 - 3/2\left(\phi_p + f_p\right)\right)}{1 - 3\left(\phi - \phi_p\right)} \frac{2\eta}{R}$$
(4.2.33)

D'après (4.2.33) deux valeurs limites de perm éabilit é apparaissent:

- La perméabilité tend vers l'infini lorsque φ φ_p = 1/3, ceci signifie que tous les gros pores de perm éabilit éinfinie sont connect és.
- La perm éabilit é tend vers z éro lorsque φ_p + f_p = 2/3, ceci signifie que les pores ne sont plus connect és.

La conductivit é η est liée à l'ouverture hydraulique moyenne de l'interface \overline{e} par la loi de Poiseuille qui donne la perm éabilit é équivalente :

$$k_e = \frac{e^2}{12} \tag{4.2.34}$$

L'écoulement dans une interface entre deux grains correspondant à la somme des contributions des deux interfaces, l'écoulement du fluide dans une interface est ainsi égal à la moiti é de celui de l'interface entre deux grains. Nous en d éduisons donc η :

$$\eta = \frac{\bar{e}k_e}{2} = \frac{1}{2} \frac{\bar{e}^3}{12} \tag{4.2.35}$$

D'après la relation (4.2.35), la perméabilité est ainsi reliée à l'ouverture des interfaces \overline{e} . Celle-ci dant li \underline{e} au chargement mécanique, il est alors possible de lier chargement mécanique et perméabilit é

Afin d'estimer la variation de cette ouverture en fonction du chargement, nous utiliserons une loi classique de comportement de l'interface [108]:

$$\Delta T_n = k_{n0} \frac{e_0}{e_0 - \Delta e} \Delta e \tag{4.2.36}$$

où ΔT_n est la variation de la contrainte normale sur la surface du grain,

 Δe est la fermeture de l'interface : $\Delta e = e_0 - \overline{e}$,

 e_0 est l'ouverture initiale de l'interface.

La rigidit é normale tangente de l'interface k_{nt} est li é à la valeur initiale k_{n0} et à l'ouverture de l'interface selon:

$$k_{nt} = k_{n0} \left(\frac{e_0}{e_0 - \Delta e}\right)^2$$
(4.2.37)

Selon la relation (4.2.37) nous pouvons remarquer que :

- $k_{\rm nt}$ tend vers l'infini lorsque $\Delta e = e_0$, ceci signifie que l'interface est totalement fermée.
- $k_{\rm nt}$ tend vers $k_{\rm n0}$ quand $\Delta e = 0$ ce qui correspond à l'état initial.

En utilisant (4.2.36) et (4.2.37), l'expression de la fermeture Δe est mis sous la forme :

$$\Delta e = \frac{\Delta T_n e_0}{\Delta T_n + k_{n0} e_0} \tag{4.2.38}$$

Puis en introduisant (4.2.38) dans (4.2.37) nous obtenons la relation :

$$k_{nt} = k_{n0} \left(\frac{e_0}{e_0 - \frac{\Delta T_n e_0}{\Delta T_n + k_{n0} e_0}} \right) = k_{n0} \left(1 + \frac{\Delta T_n}{k_{n0} e_0} \right)^2$$
(4.2.39)

L'étape suivante va consister à relier la contrainte normale sur les grains à la contrainte macroscopique. ∂G_i^s est d'étape écomme la surface du grain *i* qui est en contact avec les autres grains, ψ est d'étape comme la fraction surfacique de ∂G_i^s dans $\partial G_i \cdot \psi$ est obtenu par une estimation statistique classique d'étrite dans de précédentes études [109, 110] :

$$\psi = \frac{\left|\partial G_i^s\right|}{\left|\partial G_i\right|} = (1 - 2\phi)(1 - \phi) \tag{4.2.40}$$

 $\overline{T_n}$, la contrainte normale moyenne sur la surface de contact grain-grain, prend la forme :

$$\overline{T_n} = \frac{P_c}{\psi(1-\phi)} = \frac{P_c}{(1-2\phi)(1-\phi)^2}$$
(4.2.41)

avec P_c le confinement.

b) Comparaison avec les donn és exp érimentales

Avant de comparer la perm éabilit é mod élis ée avec les donn ées exp érimentales, il est d'abord de d'érminer deux paramètres importants : k_{n0} , la rigidit é initiale du joint et e_0 , l'ouverture initiale du joint.

 k_{n0} est directement calcul é par la relation (4.2.19) en prenant comme rayon caract éristique du grain 181.7 µm (cf. Tableau 3-2) quantifi é par microscopie optique et les r ésultats exp érimentaux de K_b et ϕ à l'état initial. En utilisant (4.2.19) et (4.2.39) e_0 est estim é par fittage de la relation suivante (cf Figure 4-23 pour les r ésultats de fittage) :

$$\frac{k_{nt}}{k_{n0}} = \frac{K_b}{K_{b0}} = \left(1 + \frac{\Delta T_n}{k_{n0}e_0}\right)^2$$
(4.2.42)

Les valeurs ainsi estimées pour k_{n0} et e_0 sont reportées dans le Tableau 4-9. Nous notons que l'objectif est de montrer que la perméabilité modélisée est cohérente avec l'expérience dans le cadre de notre mod de morphologique. Toutefois nous aurions pu améliorer le calage en prenant une différente loi pour la rigidit énormale tangentielle.

Chapitre 4. Propri é és de transfert et porom écaniques des gr ès «tight » à l'état sec en relation avec leur structure poreuse



Figure 4-23 Fittage de K_b/K_{b0} par la relation (4.2.42)

R ef érence	k _{n0} (GPa/m)	e ₀ (μm)	R^2	R ef érence	k _{n0} (GPa/m)	e ₀ (μm)	R ²
2335	54,6	0,46	76,7	3375	47,8	0,43	76,5
3248	110,4	0,39	82,0	3377	73,0	0,43	89,9
3249	98,6	0,38	72,3	3379	78,8	0,47	91,1
3250	113,2	0,37	92,6	4456	80,1	0,42	80,1
3372	98,3	0,43	80,0	4458	68,9	0,47	79,0

Tableau 4-9 R ésultats de k_{n0} , e_0 et R²

Au moyen des relations (4.2.33), (4.2.35) et (4.2.38) nous pouvons alors calculer la perm éabilit é homog én és é k^{hom} pour différents niveaux de confinement. Le Tableau 4-10 compare les perm éabilit és initiales (sans chargement) mesur és et simul és et la Figure 4-24 présente l'évolution des perm éabilit és mesur és et simul és (normalis é par rapport à leur perm éabilit é initiale) sous différents niveaux de confinement.

Tableau 4-10 Comparaison des perméabilités à l'état initial mesurées et mod dis és

R d'érence K_0	K_0	R & érence	K_0	K_0
------------------	-------	------------	-------	-------

Chapitre 4. Propri é é de transfert et porom écaniques des gr ès «tight » à l'état sec en relation avec leur structure poreuse

	mesur é	mod đis é		mesur é	mod đis é
	$(10^{-17} \mathrm{m}^2)$	(10^{-17} m^2)		$(10^{-17} \mathrm{m}^2)$	(10^{-17} m^2)
2335	3,80	6,53	3375	4,19	5,25
3248	2,81	3,94	3377	3,19	4,86
3249	0,66	3,66	3379	2,29	4,62
3250	2,24	3,42	4456	1,36	4,62
3372	6,23	4,86	4458	1,29	6,76



Chapitre 4. Propri é és de transfert et porom écaniques des gr ès «tight » à l'état sec en relation avec leur structure poreuse



Figure 4-24 Comparaison des r ésultats mod dis és et exp érimentaux de la perm éabilit é

D'après le Tableau 4-10 et la Figure 4-24 nous remarquons que les perméabilités à l'état initial estim és par le mod de et mesur és sont dans le même ordre de grandeur et de plus l'évolution de la perm éabilit éobtenue par le mod de est assez coh érente avec les donn és exp érimentales.

4.2.4 Conclusion

La sensibilit é à la contrainte de confinement du coefficient de Biot et de la perm éabilit é a ét é abord ée dans le cadre d'un modèle micromécanique d'homogénéisation. Le mod de est bas é sur la microstructure du matériau qui est d'écrite comme un assemblage de grains imperm éable entour és d'interfaces perm éables et des pores. Lorsque le mat ériau est soumis à un chargement m écanique de type hydrostatique, les interfaces se ferment et la fermeture des interfaces induit le piégeage d'une partie de la porosit é La mod disation micro m écanique a consist é dans un premier temps, à mod diser le comportement poro-m écanique macroscopique puis à mettre en place un outil de pr édiction de la perm éabilit é macroscopique est estim é. Les r ésultats du mod de ont d é compar és aux donn és exp érimentales obtenue sur le gr ès «tight » étudi é

Malgr é la simplicit é du mod de (les grains sont suppos és incompressibles et la rigidit é tangentielle de l'interface est ignor ée), les principales observations exp érimentales telles que la décroissance du coefficient de Biot et l'évolution de la perméabilité sous contrainte ont pu âre correctement approch ées. La relation entre la microstructure et les propri ét és poro-mécaniques et de transfert a ainsi ét é mise en évidence. Ainsi, l'hypothèse selon laquelle l'évolution du coefficient de Biot sous chargement est au moins en partie li ée au pi égeage des pores et à la fermeture des microfissures, est renforc ée. D'autre part, le mod de tend à confirmer que la perméabilit é est principalement contr d ée par la fermeture des microfissures (repr ésent ées par les interfaces dans le mod de) qui drainent la majorit é de l'écoulement.

Chapitre 5. Analyse de l'effet couplé du chargement m écanique et de la teneur en eau sur les propri ét és de transfert des gr ès «tight »

5.1 Introduction

Dans ce chapitre nous allons étudier la perméabilité à l'état partiellement saturé qui est une propriété importante pour des différentes applications comme l'exploitation de pétrole et de gaz, le traitement de déchet nucléaire, le stockage de gaz souterrain etc [111-114]. Dans la littérature de nombreuse études expérimentales ont étéréalisées à mesurer la perméabilitérelative de grès de faible perméabilité y compris le grès «tight » [26, 65, 68, 80, 115]. Les résultats montrent une forte décroissance de la perméabilité relative au gaz de 0 à 0,4 de saturation en eau. Comme discuté par Cluff et al. [26] cette sensibilité à la saturation est attribué principalement à la structure poreuse composée des grands pores inter-grains liés par les pores fins de forme tabulaire (0,01 μ m ~ 1 μ m). Cependant l'effet du confinement sur la perméabilité à l'état partiellement saturé est rarement report é Dans cette étude nous étudions l'effet couplé de la saturation et du confinement sur la perméabilité à l'état partiellement sur la perméabilité à l'état

Huit échantillons de grès «tight » ont ét étest és pour mesurer la perm éabilit éeffective à diff érents niveaux de saturation et de confinement. A partir de ces r ésultats exp érimentaux nous étudions la sensibilit é de cette derni àre au confinement et à la saturation en eau et essayons de proposer un crit àre du «permeability jail » pour les grès «tight » étudi és.

5.2 Perm ábilit érelative usuelle (effet de la teneur en eau)

La perm ábilit é relative au gaz est traditionnellement pr ésent ée sous la forme du rapport entre la perméabilité à une saturation et à un confinement donnés et la perméabilité à l'état sec au même confinement, $k_{rg} = k(S_w, P_c)/k(\sec, P_c)$ (cf. Figure 5-1). Dans l'ensemble, il apparait une sensibilit é importante à la saturation de la perméabilit é relative. Pour une saturation de 20%, la perméabilit é relative est r éduite de plus de 40% et à 70% de saturation la perméabilit é relative a perdu plus de 2 ordres de grandeur. De plus, l'amplitude de la décroissance de la perméabilité relative usuelle est plus grande à des saturations faibles, par exemple pour la saturation de 0 à 40% la perméabilit é relative est d é à diminu ée par plus d'un ordre de grandeur.



Figure 5-1 Perm éabilit érelative usuelle et le fittage par la loi exponentielle

Comme discut é dans la section 4.1.2, la perm éabilit é au gaz du gr ès «tight » est principalement domin ée par les microfissures qui pilotent l'écoulement dans le r éseau poreux. La connectivit é des microfissures est donc un facteur primordial qui d étermine la sensibilit é de la perm éabilit é à la contrainte ou à la saturation. Dans un échantillon partiellement satur é les microfissures, qui correspondent aux pores de plus petite taille sont les premiers à être satur é (tandis que les plus gros restent d ésatur és). Par cons équent, il est logique que la perm éabilit é soit tr ès sensible à la saturation (et ce d ès les faibles niveaux de saturation) puisque une partie des passages permettant l'écoulement du gaz vont vraisemblablement être bloqu és par la présence l'eau.

Comme pour la perméabilité au gaz à l'état sec (cf. section 4.1.2), afin de quantifier de manière objective la sensibilité à la saturation de la perméabilité relative, nous utiliserons un fittage de type exponentiel (la Figure 5-1 présente les fittages obtenus pour différents niveaux de chargement hydrostatique):

$$k_{ro} = e^{-\lambda \cdot S_w} \tag{5.2.1}$$

Où λ est le coefficient de sensibilité à la saturation. Les valeurs de λ pour chaque niveau de confinement sont reportées dans le Tableau 5-1. Plus le coefficient λ est grand plus la roche est sensible au confinement. Il apparait ainsi clairement que λ augmente avec le confinement, soulignant donc que la perméabilité relative est plus sensible à la saturation aux forts confinements. Selon la définition l'état sec est la référence pour la perméabilité relative usuelle à chaque niveau de confinement. Donc lorsque les fissures se ferment, particulièrement à faible confinement (de 0 à 20 MPa), la saturation en eau va exacerber la réduction de la perméabilité alors il est logique d'observer

une augmentation importante de la sensibilit é à la saturation de la perm éabilit é relative usuelle. De 20 MPa à 40 MPa le coefficient de la sensibilit é à la saturation n'augmente que de 7.32 à 7.89. Ceci peut être interprété par qu'au-del à de 20 MPa, la grande majorit é des microfissures de faible ouverture initiale sont d é à ferm és ce qui est coh érent avec notre hypoth se dans la section 4.1.3.

	3 MPa 10 MPa		20 MPa	40 MPa
λ	4,70	6,25	7,32	7,89
\mathbb{R}^2	0,91	0,94	0,94	0,94

Tableau 5-1 Coefficient de la sensibilit é à la saturation et R²

5.3 Effet du chargement m écanique sur la perm éabilit é à l'état partiellement saturé

Dans cette partie une autre analyse a $\oint effectu \oint en divisant la perm fabilit é effective par la perm fabilit é effective à 3 MPa de confinement : <math>k_{nor} = k (S_w, P_c) / k (S_w, 3MPa)$. Cette d'émarche nous permet d'étudier l'effet du confinement sur la perméabilit é à l'état partiellement saturé. Les nouvelles perm fabilit és obtenues sont regroup fes par les tranches de saturation et nous utilisons également une relation de type exponentielle afin de quantifier l'effet du confinement sur la perméabilit é à l'état partiellement satur é (cf. Figure 5-2) :

$$k_{nor} = e^{-\lambda \cdot (P_c - P_{c0})}$$
(5.3.1)



Figure 5-2 Perm éabilit énorm ée et le fittage par la loi exponentielle

Les valeurs du coefficient λ ' obtenues par fittage sont report és dans le Tableau 5-2. Nous pouvons constater que la sensibilit é au confinement de la perm éabilit é effective augmente avec le niveau de saturation. Ceci est un r ésultat classique pour les roches de type «tight ». Il est en revanche plus surprenant de constater qu'au-del à de 60% de saturation, la sensibilit é au confinement diminue.

	$S_{\rm w}(0{\sim}0,1)$	S _w (0,1~0,2)	$S_{\rm w}(0,2{\sim}0,3)$	$S_{\rm w}(0,3{\sim}0,4)$
λ ' (MPa ⁻¹)	0,093	0,131	0,139	0,148
\mathbf{R}^2	0,97	0,98	0,93	0,91
	$S_{\rm w}(0,4{\sim}0,5)$	S _w (0,5~0,6)	$S_{\rm w}(0,6{\sim}0,7)$	
λ ' (MPa ⁻¹)	0,186	0,181	0,146	
\mathbf{R}^2	0,90	0,93	0,90	

Tableau 5-2 Coefficient de la sensibilit é u confinement et R^2

A l'état partiellement saturé, l'eau commence par remplir les pores de plus petite taille (correspondant aux microfissures pour le gr à étudié). Lorsque le réseau poreux est soumis au confinement, les microfissures de faible rigidit é se ferment et l'eau qui y était contenue se redistribue dans le réseau poreux. L'augmentation de la sensibilit é au confinement peut être ainsi attribu ét à la redistribution de l'eau amenant le blocage de nouveaux passages d'écoulement pour le gaz.

Pour expliquer la décroissance de la sensibilit éau confinement aux saturations sup érieures à 60%, nous pouvons noter que les perm éabilit és effectives correspondantes (cf. Tableau 5-3) sont très faibles. A l'exception de l'échantillon 2335, la perméabilité effective est comprise entre 10^{-19} et 10^{-20} m². Il est donc probable qu'à ce stade, la plupart des microfissures soient d é à bloqu és par la présence d'eau. L'écoulement de gaz se poursuit donc dans un réseau de plus gros pores moins sensibles au confinement. Il n'est alors pas illogique de penser que la redistribution de l'eau présente moins d'effet sur la sensibilit éau confinement.

R ef érence	Saturation	Perm ábilit é effective (m ⁻²)	R éf érence	Saturation	Perm ábilit é effective (m ⁻²)
2335	0,65	1,49×10 ⁻¹⁸	3375	0,61	3,96×10 ⁻¹⁹

Tableau 5-3 Perm éabilit éeffective à haute saturation

3248	0,62	8,06×10 ⁻¹⁹	3379	0,61	4,93×10 ⁻¹⁹
3249	0,61	7,57×10 ⁻²⁰	4456	0,66	1,44×10 ⁻¹⁹
3250	0,65	1,79×10 ⁻¹⁹	4458	0,63	1,15×10 ⁻¹⁹

5.4 Perm éabilit érelative ramen ée à la valeur initiale k (sec, 3 MPa)

Dans cette section la perm ábilit é relative est analys é en normalisant la perm ábilit é effective k (S_w , P_c) par rapport à k (sec, 3 MPa). Cette repr ésentation, d é à employ é dans le travaux de Fu [2], présente l'avantage de pouvoir comparer facilement entre elles les diff érentes courbes de perm ábilit é 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 perm ábilit é k (sec, 3 MPa). De plus ce mode de repr ésentation permet une analyse plus objective des effets de la saturation et du confinement.

5.4.1 Crit ère pr diminaire du «permeability jail »

Dans la litt érature (cf. la section 1.3.2), pour les gr ès de faible perm éabilit é (dont la perm éabilit é intrins àque est inf érieure à 0,05 mD), le «jail » est d'éfini comme la zone où $k_{rg} < 2\%$ et $k_{rw} < 2\%$, c'est-à-dire lorsque les perméabilités effectives au gaz et à l'eau sont simultan énent inf érieures à 0,001 mD. Concernant les gr ès de cette étude, leur perméabilité à l'état initial (k (sec, 3MPa)) se situe une gamme comprise entre 0,007 mD et 0,062 mD (cf. Tableau 4-1). Ils entrent donc bien dans la d'éfinition usuelle des roches «tight » et nous leur appliquerons donc le crit ère usuel de d'éfinition du «permeability jail ». La Figure 5-3 pr ésente la perm éabilit é relative normalis é par rapport à la valeur initiale k (sec, 3 MPa) et la limite de perm éabilit é correspondant au «permeability jail » pour chaque niveau de confinement. Il faut noter qu'ici, seule la perméabilité au gaz a été mesurée. L'interprétation selon laquelle un échantillon est ou non en «permeability jail » n'est donc basée que sur le crit ère $k_{rg} < 2\%$.





Figure 5-3 Perm éabilit érelatives ramen és à la valeur initiale k (sec, 3 MPa)

L'analyse qui est ainsi faite porte sur l'ensemble des résultats de perm ábilité relative (tous áchantillons confondus). Le Tableau 5-4 indique deux limites de saturation critique du «permeability jail » La limite 1 repr ésente la saturation minimale (pour cette population d'échantillons), susceptible de permettre le développement du «permeability jail ». La limite 2 repr ésente la saturation minimale pour laquelle tous les áchantillons sont en «permeability jail ». Nous constatons, d'après le Tableau 5-4, que certains áchantillons sont d éj à dans la zone «permeability jail » au confinement le plus faible (3 MPa). Ceci montre la grande sensibilité du grès étudié à l'effet couplé de la saturation et du confinement. A 3 MPa, l'écart entre les limites 1 et 2 est important et il faut atteindre 70% de saturation pour que tous les áchantillons soient en «permeability jail ». Comme l'avait observ éFu [2], les saturations critiques diminuent avec l'augmentation du confinement. A 40 MPa de confinement, pour la coupure hydraulique, certains áchantillons, même secs, emplissent le crit àre et tous les áchantillons sont concern és lorsque la saturation d épasse 35%. Cette analyse nous permet d'établir un crit àre pr diminaire du «permeability jail » sans entrer dans le d áail de la relation entre la saturation critique et les propri é é des áchantillons.

Tableau 5-4 Saturations critiques du «permeability jail »

Confinement (MPa)	Saturation critique limite 1	Saturation critique limite 2
3	0,30	0,68
10	0,25	0,60
20	0,10	0,40
40	0,00	0,35

5.4.2 Nouveau crit àre du «permeability jail »

Dans la section 5.4.1 un crit ère pr diminaire a d'épropos ébas ésur l'utilisation de l'ensemble des r ésultats de perm éabilit é relative. Ceci est discutable vu l'hétérogénéité des échantillons. Nous nous efforcerons ici, de r éaliser une analyse plus fine, afin de lier le crit ère de saturation du «permeability jail » aux caract éristiques des échantillons identifiées exp érimentalement comme la porosit é la distribution des tailles de pores, etc.

Dans un premier temps, les saturations critiques pour l'apparition du «permeability jail » pour chaque niveau de confinement et pour chaque échantillon sont extraites de la Figure 5-3 et report és dans le Tableau 5-5. Nous constatons qu'à 3 MPa de confinement, correspondant à l'état non charg é (ou peu charg é), les saturations critiques varient entre 30 et 72% ce qui illustre les diff érences de comportement importantes entre les échantillons. Les diff érences de structure poreuse et leur effet sur la perm éabilit é relative sont donc importants à faible confinement. Il ressort de l'analyse de ces r ésultats que ces diff érences de comportement subsistent lorsque le confinement augmente. Afin d'établir un crit ère plus fin du «permeability jail », nous nous focaliserons sur les deux points suivants :

- Saturation critique au confinement le plus faible (3 MPa) ;
- Sensibilit éde la saturation critique au confinement.

R éf érence	3 MPa	10 MPa	20 MPa	40 MPa
2335	0,72*	0,62	0,44	0,36
3248	0,68*	0,38	0,28	0,17
3249	0,30	0,28	0,20	0,14
3250	0,48	0,31	0,26	0,23
3375	0,50	0,36	0,25	0,14
3379	0,61	0,33	0,10	0,00
4456	0,53	0,29	0,25	0,14
4458	0,45	0,32	0,27	0,04

Tableau 5-5 Saturation critique du «permeability jail » à chaque niveau de confinement par échantillon

* les saturations critiques à 3 MPa pour échantillon 2335 sont des valeurs estimées

a) Saturation critique au confinement le plus faible (3 MPa)

Nous nous int éressons dans cette partie à l'état au confinement le plus faible (3 MPa) qui est le plus proche de l'état sans contrainte. Les saturations critiques du «permeability jail » ont d'éj à ét é pr ésent és dans le Tableau 5-5. Pour interpréter les résultats, nous faisons l'hypothèse que 3 MPa de confinement ne modifie pas beaucoup le r éseau poreux, donc dans cette partie nous allons essayer de corr der les propriétés du réseau poreux à l'état sans confinement à la saturation critique du «permeability jail » à 3 MPa de confinement.

La porosité à l'eau étant une des caractéristiques des matériaux les plus facilement mesurables, nous avons tent é dans un premier de temps, de vérifier une éventuelle corrélation entre porosité à l'eau et sensibilit é au «permeability jail » sous faible confinement (cf. Figure 5-4). Il apparait qu'il n'y a pas de corrélation entre la saturation critique et la porosité à l'eau. Il s'agit là d'un r ésultat assez logique si nous consid érons que la porosité accessible à l'eau ne représente que la quantit é de volume poreux connect é et ne renseigne pas sur la connectivit é du r éseau poreux, la taille de l'ouverture de pore etc... qui sont les paramètres les plus influant.



Figure 5-4 Saturation critique à 3 MPa en fonction de la porosité à l'eau

La PIM permettant d'obtenir un bon aperçu de la structure poreuse sans chargement mécanique, nous l'utiliserons donc pour chercher une caractéristique du réseau poreux corrélable à la sensibilit éau «permeability jail ». Dans un premier temps, nous avons cherch é à relier le niveau de saturation critique à la taille des pores concern és. Comme l'a montr é la Figure 3-17, il existe une assez bonne corrélation entre la porosité mesurée par PIM et celle mesurée à l'eau. Nous supposerons donc qu'il y a aussi une corr dation entre les saturations en mercure et en eau pour une taille de pore satur ée donn ée. En PIM, le mercure inject édans le r éseau poreux est un fluide non mouillant et commence par remplir les pores de plus grande taille. Par contre l'eau, qui est un fluide mouillant remplit d'abord les pores de plus petite taille. La Figure 5-5 montre, par un exemple, la distribution de la fraction volumique en fonction de la taille de pore pour l'échantillon 2335. Pour atteindre une taille de pore de 0,4 μ m, les deux fluides, le mercure et l'eau, saturent le r éseau poreux selon deux chemins oppos é: la zone rouge, à gauche, repr ésente les pores satur és de mercure, la zone bleue à droite repr ésente ceux satur és par l'eau. Du fait que la totalit é de la fraction volumique doit être égale à 1, pour une taille de pore donn ée, nous pouvons étrire la relation suivante :

$$S_{hg} + S_w = 1$$
 (5.4.1)

Ainsi, en utilisant les saturations critiques de «permeability jail », nous pouvons en d'éduire la saturation en mercure correspondante. Puis, en utilisant la distribution de taille de pores obtenue par PIM, nous en d'éduisons la taille de pore critique (cf. Tableau 5-6).



Figure 5-5 Relation entre la saturation au mercure et la saturation à l'eau

Tableau 5-6 Taille de pore d'étermin ét à la saturation critique du « permeability jail »

R ef érence	Saturation	Taille de pore	D Æ áranaa	Saturation	Taille de pore	
	critique	(µm)	K a d elice	critique	(µm)	

Chapitre 5.	Analyse de	e l'effet	couplé d	u chargement	mécani	ique et	de la	a teneur	en	eau	sur l	les
		pro	pri á és de	transfert des	grès «	tight »						

2335	0,72	0,68	3375	0,50	0,58
3248	0,68	0,80	3379	0,61	0,80
3249	0,30	0,23	4456	0,53	0,36
3250	0,48	0,55	4458	0,45	0,40

Nous nous int éressons à la taille de pore à l'APEX qui représente le diamètre d'entrée de pore pour lequel la connectivité du réseau poreux est atteinte (cf. section 3.5.2). Les tailles de pore à l'APEX ont d'éjà étérapport és dans le Tableau 3-7. En comparant la taille de pore à l'apparition du «permeability jail » (cf. Tableau 5-6) avec l'APEX, nous pouvons constater une assez bonne corr étation entre ces deux tailles de pore (cf. Figure 5-6). Selon la d'éfinition de l'APEX, lorsque la taille de l'ouverture de pore qui contr êle la perméabilité (cf. Chapitre 4), est proche de la taille de pore de l'APEX, le réseau poreux perd sa connectivité, avec par conséquence une chute de la perméabilité relative qui peut amener au «permeability jail ». Ceci peut expliquer la corr étation observée entre l'APEX et la coupure hydraulique.





Ainsi, le crit à pour l'apparition du «permeability jail » à l'état initial (3 MPa) peut être associ é avec les r ésultats de PIM, et plus particuli à rement avec la taille de pore à l'APEX. N éanmoins, les r ésultats de PIM étant obtenus sans confinement, nous pouvons nous attendre à ce que le chargement m écanique (en modifiant la structure poreuse) rende cette corr étation moins fiable. Ce point est confirm é dans la Figure 5-7, nous constatons que la taille de pore du «permeability jail » à 40 MPa n'est plus corrélée à la taille de pore APEX.





Ainsi, nous nous attacherons par la suite à chercher des indicateurs susceptibles de lier la variation de la saturation critique en fonction du confinement.

b) Sensibilit é de la saturation critique au confinement

Il s'agit ici d'étudier l'évolution de la saturation critique sous l'effet du confinement pour d finir un crit à du « permeability jail » utilisable dans les conditions de chargement in situ. Nous avons d é à indiqu é pr & élemment les valeurs des saturations critiques aux diff érents niveaux de confinement (cf. Tableau 5-5). Ces r & ultats montrent les diff érences de comportement des & chantillons vis-à-vis de la saturation. La diminution de la saturation critique a & é attribu & au changement de la structure poreuse (fermeture et r & éissement des microfissures). La difficult é r & ide dans le fait que nous ne disposons pas de description quantitative du r & au poreux sous chargement. Nous chercherons donc plut & une éventuelle corr & fation entre la sensibilit é de la saturation critique au confinement et les caract & fistiques macroscopiques disponibles des gr & «tight ». Nous utiliserons & galement les r & ultats obtenus sur les gr & du Rotliegend [2] pour & au e & eventuelle corr & ation serait g & fi & falisable à des gr & de diff & fentes origines.

Afin de quantifier l'effet du confinement sur la saturation critique, nous appliquerons une relation de fittage de type exponentiel :
$$S_{w,critique} = S_{w0,critique} e^{-\lambda'' \cdot (P_c - P_{c0})}$$
(5.4.2)

Le fittage des r sultats et les coefficients de la sensibilit é obtenus sont respectivement montr s dans le Figure 5-8 et le Tableau 5-7. Il appara î que les valeurs de sensibilit é sont assez dispers és selon les échantillons.



Figure 5-8 Fittage de la saturation critique du «permeability jail » par la loi exponentielle

R & frence	λ " (10 ⁻² MPa ⁻¹)	R^2	R ef érence	λ " (10 ⁻² MPa ⁻¹)	R^2
2335	2,10	0,92	3375	3,73	0,98
3248	4,79	0,89	3379	9,80	0,99
3249	2,17	0,96	4456	4,21	0,84
3250	2,26	0,85	4458	4,39	0,90

Tableau 5-7 Coefficient de la sensibilit éau confinement et R²

La Figure 5-9 présente la sensibilit é au confinement de la saturation critique en fonction de la taille de pore à l'APEX. Aucune corr dation n'apparait pour les deux grès, confirmant que la valeur de l'APEX (obtenue à l'état sans confinement) n'est pas pertinente pour prédire le comportement sous contrainte.



Figure 5-9 Coefficient de la sensibilit éde la saturation critique en fonction de la taille de pore APEX

Ensuite nous essayons de comparer le coefficient de la sensibilit éau confinement de la saturation critique à celui de la perméabilité à l'état sec (cf. Figure 5-10). Pour les gr & de Touat étudi & dans cette th &, la corr dation n'est pas nettement observ & si nous exclurons le point exceptionnel. Cependant la corr étation est plus manifeste en combinant avec les r & du Rotliegend. Théoriquement les deux coefficients représentent tous l'effet du confinement sur le r & au poreux, alors nous pouvons imaginer qu'il existe un lien entre eux.

De plus d'après la Figure 4-4 nous pouvons constater que pour les deux gr ès «tight » plus la porosité à l'eau est grande plus la saturation critique est sensible au confinement. Cette tendance est coh érente avec celle pour la sensibilité de la perméabilité à l'état sec (cf. Figure 4-4). Selon la discussion dans la section (4.1.3), moins le gr ès est poreux plus l'écoulement est contrôlé par les fissures. Donc sous le m ême niveau de confinement, la saturation n cessaire pour bloquer les passages principaux (les fissures) de l'écoulement de gaz afin de ramener la perméabilité relative dans la zone «permeability jail » est moins importante pour les chantillons moins poreux. D'ailleurs dans la Figure 4-4 et la Figure 5-11 nous pouvons toujours observer le décalage des r ésultats pour les deux gr ès «tight » qui indique qu'il est difficile de proposer un crit ère «universel » pour les gr ès de diff érentes origines comme ils diff àrent sur la min éralogie, la structure poreuse, les propri é és poro-mécaniques, etc.



Figure 5-10 Coefficient de la sensibilit éau confinement de la saturation critique en fonction du coefficient de la sensibilité au confinement de la perméabilité à l'état sec



Figure 5-11 Coefficient de la sensibilit éau confinement de la saturation critique en fonction de la porosit é à l'eau

En résumé, au vu de l'absence des informations de la structure poreuse sous chargement mécanique important, pour les grès de la même origine la porosité à l'eau, qui est une caractéristique macroscopique, peut être une indication pour la variation de la saturation critique à l'état du confinement. Cependant nous remarquons que comme à l'état sec, le comportement du grès «tight » à l'état partiellement saturé sous chargement dépend de différents facteurs (cf. section 4.1.2), donc une étude plus complète ou un modèle micromécanique peuvent nous aider à mieux comprendre le

mécanisme de la perméabilité relative sous l'effet couplé du confinement de la saturation en eau afin d'établir un critère du « permeability jail » plus pertinent.

5.5 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons premi à ement étudi é s épar ément les effets du confinement et de la saturation en eau sur la perméabilité à l'état partiellement saturé. D'après les coefficients de la sensibilit é obtenus par le fittage exponentiel, nous constatons que la perméabilit é devient plus sensible à la saturation en eau lorsque le confinement augmente. En outre la sensibilit é au confinement d'abord augmente avec l'augmentation de la saturation en eau et ensuite diminue depuis que la saturation atteint environ 60%.

Deuxi àmement nous avons étudié l'effet couplé du confinement et de la saturation en eau en ramenant la perm éabilit é relative à la valeur initiale k (sec, 3 MPa). L'objectif principal de cette d'énarche est de proposer un crit àre du « permeability jail » pour les grès «tight » étudi és. Sur l'ensemble des résultats de la perméabilité relative, à chaque niveau de confinement, nous avons observ é deux limites de la saturation critique pour d'éfinir la zone du « permeability jail ». A 3 MPa de confinement lorsque la saturation est inférieure à 30% aucun échantillon n'est en « permeability jail » et il faut atteindre 70% de saturation pour que tous les échantillons soient « étanches ». Les limites de la saturation critique diminuent avec l'augmentation du confinement. A 40 MPa de confinement, pour la coupure hydraulique, certains échantillons même secs emplissent le crit àre et tous les échantillons sont concern és lorsque la saturation d'épasse 35%.

Troisi èmement pour établir un crit ère du «permeability jail » en tenant compte l'hétérogénéité des échantillons, nous nous somme focalis és sur la saturation critique au confinement le plus faible (3 MPa) et la sensibilit é de la saturation critique au confinement. Nous avons constat é que la saturation critique pour l'apparition du «permeability jail » à l'état initial (3 MPa) peut être associée à la taille de pore APEX d étermin ée par les r ésultats de PIM. Pourtant cette corrélation n'est plus valable sous grand confinement. Par ailleurs vu que nous n'avons pas des informations sur la structure poreuse à l'état de chargement mécanique, nous avons cherché à corréler la sensibilité de la saturation critique au confinement aux caract éristiques macroscopiques mesurables et une corr élation a ét éobserv ée entre cette sensibilit é et la porosité à l'eau.

Chapitre 6. Conclusions et perspectives

6.1 Conclusions

Ce travail de thèse consistait à identifier les propriétés péro-physiques et de transfert de roches provenant d'un réservoir de grès « tight » en Afrique du nord exploit é par ENGIE E&P International. Il s'agissait de fournir les données permettant d'évaluer le potentiel de production du site, mais également de comprendre les liens entre propri é és p éro-physiques et propri é és de transfert afin de pouvoir utiliser les connaissances acquises sur ce site à d'autres réservoirs. Les grès nonconventionnels se caract érisent par une faible porosit é une faible perm éabilit é intrins èque et une forte sensibilit é au chargement mécanique et à la saturation. Dans certains cas, sous l'effet conjugu é du chargement mécanique et de la saturation en eau, un phénomène appelé «permeability jail » (ou coupure hydraulique), est susceptible de se manifester. Il se traduit par un effondrement des perm éabilit és relatives au gaz et au liquide dans une certaine gamme de saturation, si bien que ni la phase liquide ni la phase gazeuse ne sont mobiles. Cette situation est évidemment très pénalisante du point de vue de l'exploitation du gisement, ce qui explique l'intérêt d'en comprendre les mécanismes. Cette étude a consist é dans un premier temps, à caract ériser la structure poreuse par des observations au microscope optique et des essais de porosimétrie mercure complétés par des mesures de physiadsorption (SBET). Une campagne exp érimentale syst énatique a été mise en place afin d'évaluer l'influence du chargement méanique et de la saturation sur l'évolution des propri é és de transfert, la porosit éet les propri é és poro-m écaniques.

Les observations au microscope optique des grès «tight » ont permis d'obtenir une vue essentiellement qualitative de l'organisation du réseau poreux. Le matériau est ainsi constitué de grains plus ou moins anguleux et de tailles comparables (diamètre compris entre $300 \sim 500 \mu m$). La porosit é en grande majorit é inter-granulaire, est constitu é de macro pore de tailles variables (environ $50 \sim 250 \mu m$) reli és par des fissures ou des joints s éparant les grains.

Les essais de porosim érie par intrusion de mercure (PIM) et par adsorption d'azote (SBET) ont permis d'évaluer la distribution des tailles de pores. Ces deux m éhodes sont compl émentaires puisque la première permet d'accéder aux pores compris entre 0,01 μ m et 400 μ m et la deuxi ème entre 0,001 μ m et 0,11 μ m. Il apparait que la majorit é des pores se situent dans la gamme 0,1 μ m ~ 1 μ m. Ces résultats soulignent les précautions qu'il est nécessaire de prendre pour interpréter les mesures de PIM. En effet, la porosité totale mesurée par PIM est proche de celle mesurée par porosité à l'eau alors que les pores de grand diam tre correspondant aux macrospores observés au microscope n'apparaissent pas sur la distribution des tailles de pore de la PIM. Il faut donc garder à l'esprit que la PIM donne plus une répartition des diamètres d'accès aux pores plutôt que le diamètre des pores en eux-mêmes. Ainsi, nous pouvons supposer que le volume des macrospores est «noy é » dans le volume des fissures d'accès à ces pores. Au vu des observations microscopiques, il est raisonnable de considérer que le volume des macrospores est grand devant celui des microfissures. Le pic des tailles de pores compris entre 0,1 et 1 µm correspond donc plut $\hat{\alpha}$ aux fissures entre grains et leurs volume est faible. Les courbes de PIM ont également é é utilis és afin d'évaluer les propri é és de transfert par des méhodes couramment employées dans l'ingénierie pétrolière et gazière. Les méhodes de Swanson et de Kamath ont ainsi été mises en œuvre pour prédire la perméabilité intrinsèque, tandis que la perméabilit é relative a été évalu é par la méhode de Brooks-Corey. L'ordre de grandeur de la perméabilit é intrins èque obtenu au moyen des deux premières méhodes deux méhodes est comparable aux résultats expérimentaux. En revanche, la prédiction de la perméabilit é relative diverge significativement des résultats expérimentaux, notamment pour les hautes saturations liquides (Sw > 40%).

L'étude expérimentale des propriétés de transfert est de l'évolution de la structure poreuse s'est d'éroul éen deux phases principales : dans un premier temps, sur les matériaux à l'état sec pour évaluer l'impact du chargement mécanique seul, puis, dans un second temps, en saturation partielle. L'étude de l'impact du chargement mécanique sur la perméabilité intrinsèque (sèche) des grès « tight » a confirm é leur grande sensibilit é au confinement, et ce, même pour des niveaux de confinement modestes. Ainsi, entre 3 MPa et 10 MPa de confinement, la perm éabilit é s èche est r éduite d'environ 50%. Cela est la marque d'une fermeture des microfissures (ou joints) pilotant les écoulements de fluide dans ce type de matériaux. En parallèle des essais de perméabilité, des mesures de la porosité accessible au gaz ont été men éss. Il appara î, logiquement, que la porosit é diminue avec le chargement, mais l'amplitude de cette diminution est incompatible avec le volume initial de ces microfissures. Ainsi, la réduction de porosit é moyenne entre 3 et 20 MPa de confinement est de 0,5% qui présente une réduction d'environ 15% du volume poreux, alors que le volume moyen de ces microfissures est supposé d'être très petit par rapport à celui de macrospores. L'hypothèse qui est donc formulée est que la fermeture des joints entre grains conduit également à un piégeage de certains macrospores. Ce phénomène est ainsi observé jusqu'à un confinement de 20 MPa. Au-del à le matériau se comporte plus «classiquement», c'est-àdire que la réduction mesur é de la porosité est celle qui est prévue par les lois classiques de la poro-élasticité. Nous en concluons donc, qu'à ce niveau de chargement mécanique, la plupart des microfissures sont d'é à fermées.

Ce pi égeage de pores, qui est partiellement r éversible et associ é à la fermeture des microfissures, se traduit en parall de par de tr ès nettes variations du module de compressibilit é du squelette K_b et de la matrice solide K_s et par la variation du coefficient de Biot qui, à faible confinement, est proche de 1 pour finalement atteindre une valeur de 0,5 à 0,7 à fort confinement. L'effet du chargement mécanique sur l'évolution du coefficient de Biot et de la perméabilit é a ét é abord é dans le cadre d'un modèle micromécanique d'homogénéisation. Malgré la simplicité du modèle (les grains sont supposés incompressibles et la rigidité tangentielle de l'interface est ignorée), les principales observations exp érimentales telles que la d écroissance du coefficient de Biot et l'évolution de la perméabilité sous contrainte ont pu être correctement approch és.

Enfin, la derni de partie du programme exp érimental était dédi éaux mesures à l'état partiellement satur é Comme attendu, nous avons constat é l'augmentation de la sensibilit é à la saturation avec l'augmentation du chargement mécanique et vice et versa. En revanche, au-del à de 60% de saturation, la sensibilité au confinement se réduit. Cela a été attribué au fait qu'à ce niveau de saturation, toutes les microfissures pilotant les écoulement sont déjà saturée d'eau et l'impact du chargement mécanique qui tend à les refermer n'a plus que peu d'effet sur les propriétés de transfert. Un critère de variation de la perméabilité relative au gaz (réduction de 98%) a été utilisé pour définir l'apparition du «permeability jail ». Sur la base de ce crit ère, une saturation critique a & éd finie, correspondant, pour un niveau de chargement donn é à la saturation au-del à de laquelle apparait le risque de «permeability jail ». Nous espérions ensuite pouvoir fournir des outils «ingénieur » permettant de prédire les conditions d'apparition du « permeability jail » en utilisant des données d'entrée facilement accessibles. Cet espoir s'est heurté à la complexité des phénomènes mis enjeu et aux nombreuses interactions entre la structure poreuse, la nature et la morphologie des joints, la distribution des tailles de pores... Ainsi, il n'a pas été possible de trouver de corrélations très claires permettant de prédire le comportement des mat ériaux en n'utilisant qu'une donnée d'entrée sans considérer le phénomène dans toute sa complexit é Il a n éanmoins été possible de trouver une corrélation convaincante entre la taille de pore à l'APEX et la saturation à laquelle est susceptible d'apparaître le « permeability jail » (saturation critique). Toutefois cette corrélation n'est valable qu'à faible confinement (3 MPa). La porosité à l'eau paraît également un indice fiable de sensibilit éde la saturation critique au confinement.

6.2 Perspectives

Ce travail de thèse a été riches d'enseignements notamment sur la compréhension des liens entre les méanismes de fermetures des fissures et les propriétés poro-méaniques et de transfert dans les grès «tight ». Néanmoins, il reste beaucoup de questions en suspens et les difficultés rencontrées pour trouver des indicateurs fiables de prédiction du comportement de ces matériaux sont frustrantes. Plusieurs voies de rechercher pourraient permettre de répondre àcertaines de nos interrogations.

Sur le plan expérimental, il serait int éressant de réaliser une étude plus paramétrique afin de mieux identifier les liens entre les différents propriétés (la minéralogie, les propriétés poro-mécaniques, la perméabilité la porosité la distribution des tailles de pores, etc...). Ainsi, comme le montrent les sections 4.1.2 et 5.4.2, des corrélations apparaissent entre les propriétés des grès «tight » de Touat et

du Rotliegend. Toutefois ces corrélations ne sont pas valables sur l'ensemble des résultats, par exemple la même sensibilit é au confinement de la perm éabilit é peut correspondre à des porosit és très différentes. Si l'objectif est de pouvoir généraliser les résultats de ce type d'étude à des roches issus d'autres réservoirs, il serait alors nécessaire de mener une étude plus large que celles généralement entreprises. En effet, bien souvent, les éudes portent sur un réservoir bien d'éini, dont les échantillons sont plus ou moins variables, mais dont la fen être de variation des principales caract étistiques de base (min éralogie, origine diag én étique, porosit é, tailles de grains, perméabilité sèche...) reste étroite. Il pourrait être ainsi profitable de pouvoir mener une étude syst énatique sur des échantillons issus de différents réservoirs et choisis de manière à offrir une gamme de caractéristiques large et bien identifié. Une dude bibliographique en ce sens pourrait dé à apporter certains indices, mais si les méthodes de caractérisation de base (porosité, PIM, minéralogie...) sont relativement standardisées et donc comparables, la diversit é des techniques (et des conditions exp érimentales comme la pression de confinement ou la pression d'injection) de mesure des propriétés de transfert rendrait cette entreprise difficile. Une telle étude tirerait par ailleurs profit d'être adossée à une modélisation microm écanique (même simplifié) qui aiderait certainement à identifier et valider les hypothèses sur les méanismes pilotant les propriétés de transfert. Dans cette optique, et à l'instar de ce qui a été présenté au paragraphe 4.2 pour le coefficient de Biot, nous espérons bient ât pouvoir tester un mod de de perméabilité relative faisant intervenir le chargement mécanique pour mieux comprendre le phénomène du «permeability jail».

Par ailleurs, dans le cadre de cette thèse, la caractérisation du réseau poreux n'a pas ét é pouss ée aussi loin qu'elle aurait pu l'être en utilisant d'autres méthodes. La nano(micro)-tomographie aux rayons X permettrait ainsi de repr ésenter la microstructure interne du mat ériau [116]. Cette technique, consiste à obtenir des images de sections r éguli à ment espac ées du mat ériau, avec des r ésolutions maximum pouvant atteindre 50 nm (pour la nano-CT) et 0,7 µm (pour la micro-CT) [117]. A partir de ces images, la structure poreuse tridimensionnelle est reconstruite en utilisant un logiciel sp écialis é Pour les gr ès «tight » étuli é dans cette thèse, la repr ésentation du réseau poreux en 3D obtenue par la nano(micro)-tomographie présenterait l'avantage, par rapport à la microscopie optique, d'obtenir des informations utiles comme la taille caract éristique des grains, la connectivit é et la tortuosit é du r éseau poreux etc. Il aurait également été utile (et plus facile à mettre en œuvre que la tomographie aux rayons X) de pouvoir réaliser des observations par microscopie dectronique à balayage (MEB). Ces observations auraient permis une d'obtenir une image plus fine (même si cela reste qualitatif) de l'organisation du réseau poreux. Par ailleurs, l'utilisation en parallèle d'une sonde EDS aurait fourni des renseignements utiles sur la composition des joints inter granulaires permettant de mieux anticiper la rigidit éde ces joints du point de vue de la mod élisation micro-méanique.

Dans la section 5.4.2 nous avions soulignéle fait que les informations relatives à la structure du r éseau poreux sous chargement m écanique ne sont pas disponibles. Seule la PIM donne une image de cette structure mais dans un état qui s'apparente à un état non chargé. L'évolution de la distribution des tailles de pores (ou de leurs rayons d'entrée) avec le chargement mécanique permettrait très certainement de mieux expliquer l'évolution de la perméabilité à l'état partiellement saturé sous confinement. Cela avait d é à é ésoulign é dans les perspectives des travaux de th èse de Fu [2] et reste à notre sens une des voies de recherche à ne pas négliger pour accroitre notre compréhension de ces phénomènes. Il semblerait ainsi utile d'étudier la possibilité d'adapter la technique de la d'éaturation par pouss & [118], initialement prévue pour un matériau partiellement saturé d'eau et d'huile, au cas qui nous intéresse, c'est-à-dire un mat ériau partiellement saturé de gaz et d'eau. Si cette technique pouvait être adaptée avec succès, elle permettrait ainsi d'obtenir l'isotherme de désorption et la courbe de perméabilité relative au gaz d'un matériau sous différents chargements mécaniques. L'adaptation de cette technique à notre cas présente un certain nombre de difficult és, notamment expérimentales, qui ont pour certaines d'ét à ét é identifiées. Malgré ces difficultés, les résultats espérés de la d'éaturation par pouss ée apporteraient un éclairage très int éressant quant à la compréhension du comportement du r éseau poreux sous confinement.

R éf érences

- Naik, G.C. Tight Gas Reservoirs–An Unconventional Natural Energy Source for the Future.
 2003 [cited 2008; Available from: www. sublette-se. org/files/tight_gas. pdf. .
- Fu, X., Coupure hydaulique et potentiel de production en gaz de r servoir de gr s «tight »:
 éude exp érimentale. 2013, Ecole Centrale de Lille: Lille. p. 149.
- 3. Khlaifat, A., et al., Take up unconventional challenge is a game changer in oil and gas industry. 2010.
- 4. McGlade, C., Speirs, J., and Sorrell, S., Unconventional gas A review of regional and global resource estimates. Energy, 2013. **55**: p. 571-584.
- Mischkulnig, D., et al. Unconventional Gas: Managing Risks and Impacts [en ligne]. 2015; Available from: http://www.audit.vic.gov.au/publications/20150819-Unconventionalgas/20150819-Unconventional-gas.html#s00.
- 6. Division, E.M. Tight gas sands [en ligne] 2006; Available from: http://emd.aapg.org/technical_areas/tightGas.cfm.
- 7. agency, I.e., World energy investment outlook. 2014.
- 8. Zou, C., Unconventional petroleum geology. 2012: Elsevier.
- Rushing, J.A., Newsham, K.E., and Blasingame, T.A. Rock Typing: Keys to Understanding Productivity in Tight Gas Sands. in SPE Unconventional Reservoirs Conference. 2008. Keystone, Colorado, USA: Society of Petroleum Engineers.
- Kameda, A., Permeability evolution in sandstone: Digital rock approach. 2004, Stanford University: Stanford.
- 11. Ehrenberg, S.N., Measuring sandstone compaction from modal analysis of thin sections: how to do it and what the results mean. Journal of Sedimentary Research, 1995. **65**(2): p. 369-379.
- Weltje, G.J. and Alberts, L.J.H., Packing states of ideal reservoir sands: Insights from simulation of porosity reduction by grain rearrangement. Sedimentary Geology, 2011. 242(1): p. 52-64.
- Ahmad, A.H.M. and Bhat, G.M., Petrofacies, provenance and diagenesis of the dhosa sandstone member (Chari Formation) at Ler, Kachchh sub-basin, Western India. Journal of Asian Earth Sciences, 2006. 27(6): p. 857-872.

- Higgs, K.E., et al., Diagenesis, porosity evolution, and petroleum emplacement in tight gas reservoirs, Taranaki Basin, New Zealand. Journal of Sedimentary Research, 2007. 77(12): p. 1003-1025.
- Barwis, J., McPherson, J., and Studlick, J., Sandstone petroleum reservoirs. 2012: Springer Science & Business Media.
- Bjorlykke, K. and Egeberg, P.K., Quartz cementation in sedimentary basins. AAPG bulletin, 1993. 77(9): p. 1538-1548.
- 17. Molenaar, N., Cyziene, J., and Sliaupa, S., Quartz cementation mechanisms and porosity variation in Baltic Cambrian sandstones. Sedimentary Geology, 2007. **195**(3): p. 135-159.
- Fox, J., et al., Porosity variation in the Tensleep and its equivalent the Weber Sandstone, Western Wyoming: A log and petrographic analysis. 1975.
- 19. Wilson, M.D. and Stanton, P.T., Diagenetic mechanisms of porosity and permeability reduction and enhancement. The society for sedimentary geology, 1994.
- 20. Tournier, F., M écanismes et contrôle des phénomènes diagén étiques en milieu acide dans les gr ès de l'Ordovicien glaciaire du bassin de Sbaa, Alg érie. 2010, Universit é Paris 11: Paris.
- 21. Tiab, D. and Donaldson, E.C., Petrophysics: theory and practice of measuring reservoir rock and fluid transport properties. 2011: Gulf professional publishing.
- 22. Kennedy, M., Practical petrophysics. Vol. 62. 2015: Elsevier.
- 23. Dullien, F.A., Porous media: fluid transport and pore structure. 2012: Academic press.
- 24. M'jahad, S., Impact de la fissuration sur les propri é és de r étention d'eau et de transport de gaz des g éomat ériaux: Application au stockage g éologique des d échets radioactifs. 2012, Ecole Centrale de Lille: Lille.
- 25. Shanley, K.W., Cluff, R.M., and Robinson, J.W., Factors controlling prolific gas production from low-permeability sandstone reservoirs: Implications for resource assessment, prospect development, and risk analysis. AAPG bulletin, 2004. **88**(8): p. 1083-1121.
- 26. Cluff, R.M. and Byrnes, A.P. Relative Permeability In Tight Gas Sandstone Reservoirs-The" Permeability Jail" Model. in SPWLA 51st Annual Logging Symposium. 2010. Perth, Australia: Society of Petrophysicists and Well-Log Analysts.
- 27. Biot, M.A., General theory of three dimensional consolidation. Journal of applied physics, 1941. 12(2): p. 155-164.
- Biot, M.A. and Willis, D.G., The Theory of Consolidation. J. Appl Elastic Coefficients of the Mech, 1957. 24: p. 594-601.
- 29. Biot, M.A., Mechanics of deformation and acoustic propagation in porous media. Journal of applied physics, 1962. **33**(4): p. 1482-1498.
- 30. Coussy, O., Poromechanics. 2004: John Wiley & Sons.
- 31. Bolton, M.D., A guide to soil mechanics. 1991: Universities Press.

- 32. Zimmerman, R.W., Compressibility of sandstones. 1990: Elsevier.
- 33. Rilem, T., 116-PCD: Permeability of Concrete as a Criterion of its Durability. Materials and Structures, 1999. **32**(4): p. 174-179.
- 34. Nooruddin, H.A., et al., Comparison of permeability models using mercury injection capillary pressure data on carbonate rock samples. Journal of Petroleum Science and Engineering, 2014.
 121: p. 9-22.
- 35. Brunauer, S., Emmett, P.H., and Teller, E., Adsorption of gases in multimolecular layers. Journal of the American chemical society, 1938. **60**(2): p. 309-319.
- Baroghel-Bouny, V., Caract érisation microstructurale et hydrique des pâtes de ciment et des b éons ordinaires et àtrès hautes performances. 1994, Ecole Nationale des Ponts et Chauss és: Paris.
- 37. Yven, B., et al., Mineralogy, texture and porosity of Callovo-Oxfordian argillites of the Meuse/Haute-Marne region (eastern Paris Basin). Mémoires de la Société géologique de France, 2007. 178: p. 73-90.
- 38. Klinkenberg, L.J. The permeability of porous media to liquids and gases. in Drilling and production practice. 1941. New York: American Petroleum Institute.
- Meziani, H. and Skoczylas, F., An experimental study of the mechanical behaviour of a mortar and of its permeability under deviatoric loading. Materials and structures, 1999. 32(6): p. 403-409.
- 40. Skoczylas, F., Ecoulements et couplages fluide-squelette dans les milieux poreux: éudes expérimentales et numériques. 1996, Universit éde science et technologie de Lille: Lille.
- 41. Davy, C., et al., Permeability of macro-cracked argillite under confinement: gas and water testing. Physics and Chemistry of the Earth., 2007. **32**(8): p. 667-680.
- 42. Chen, X., et al., Coupled transport and poro-mechanical properties of a heat-treated mortar under confinement. Cement and Concrete Research, 2013. **49**: p. 10-20.
- 43. Skoczylas, F., Burlion, N., and Yurtdas, I., About drying effects and poro-mechanical behaviour of mortars. Cement and Concrete Composites, 2007. **29**(5): p. 383-390.
- 44. Lion, M., Influence de la temp étature sur le comportement porom étanique ou hydraulique d'une roche carbonat ét et d'un mortier. Etudes exp étimentales. 2004, Universit é des Sciences et Technologie de Lille-Lille I: Lille.
- 45. Nur, A. and Byerlee, J.D., An exact effective stress law for elastic deformation of rock with fluids. Journal of Geophysical Research, 1971. **76**(26): p. 6414-6419.
- 46. Lion, M., Skoczylas, F., and Led ésert, B., Determination of the main hydraulic and poroelastic properties of a limestone from Bourgogne, France. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, 2004. 41(6): p. 915-925.

- 47. Fu, X., et al., Effect of mechanical loading and water saturation on the gas recovery of tight gas: experimental study, in International Symposium of the society of Core Analysts. 2012: Aberdeen, Scotland, UK.
- 48. Bignonnet, F., et al., Experimental measurements and multi-scale modelling of the relative gas permeability of a clay-rich tight carbonate. Oil & Gas Science and Technology, 2016. **71**(4): p. 55.
- 49. Song, Y., R dention d'eau et microstructure fine de l'argilite de Bure. 2014, Ecole Centrale de Lille: Lille.
- Albrecht, D. and Reitenbach, V., Investigations on fluid transport properties in the North-German Rotliegend tight gas sandstones and applications. Environmental Earth Sciences, 2015. 73(10): p. 5791-5799.
- 51. Zhu, P., et al., Permeability Prediction of Tight Sandstone Reservoirs Using Improved BP Neural Network. Open Petroleum Engineering Journal, 2015. **8**(1): p. 288-292.
- Gao, H. and Li, H., Pore structure characterization, permeability evaluation and enhanced gas recovery techniques of tight gas sandstones. Journal of Natural Gas Science and Engineering, 2016. 28: p. 536-547.
- 53. Duan, Z., et al., Gas recovery potential of sandstones from tight gas reservoirs. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, 2014. **65**: p. 75-85.
- 54. Winslow, D.N. and Diamond, S., Specific Surface of Hardened Portland Cement Paste as Determined by Small Angle X Ray Scattering. Journal of The American Ceramic Society, 1974. 57(5): p. 193-197.
- Xiao, L., et al., An empirical approach of evaluating tight sandstone reservoir pore structure in the absence of NMR logs. Journal of Petroleum Science and Engineering, 2016. 137: p. 227-239.
- Wang, H., Rezaee, R., and Saeedi, A., Evaporation Process and Pore Size Distribution in Tight Sandstones: A Study Using NMR and MICP. Procedia Earth and Planetary Science, 2015. 15: p. 767-773.
- 57. Matthews, G.P., Moss, A.K., and Ridgway, C.J., The effects of correlated networks on mercury intrusion simulations and permeabilities of sandstone and other porous media. Powder Technology, 1995. 83(1): p. 61-77.
- 58. Comisky, J.T., et al. A comparative study of capillary-pressure-based empirical models for estimating absolute permeability in tight gas sands. in SPE Annual Technical Conference and Exhibition. 2007. Anaheim: Society of Petroleum Engineers.
- 59. Swanson, B.F., A simple correlation between permeabilities and mercury capillary pressures.Journal of Petroleum Technology, 1981. 33(12): p. 2498-2504.

- 60. Kamath, J., Evaluation of accuracy of estimating air permeability from mercury-injection data. SPE Formation evaluation, 1992. **7**(4): p. 304-310.
- 61. Brooks, R.H. and Corey, A.T., Hydraulic properties of porous media and their relation to drainage design. Transactions of the ASAE, 1964. **7**(1): p. 26-28.
- 62. Shanley, K.W., Cluff, R.M., and Robinson, J.W., Prolific gas production from lowpermeability sandstone reservoirs: Part II, in AAPG Annual Convention. 2007: Long Beach, California, USA.
- 63. Holditch, S.A., Tight gas sands. Journal of Petroleum Technology, 2006. 58(6): p. 86-93.
- Schmitt, M., et al., Characterization of Brazilian tight gas sandstones relating permeability and angstrom-to micron-scale pore structures. Journal of Natural Gas Science and Engineering, 2015. 27: p. 785-807.
- 65. Fu, X., et al., Experimental study of the stress dependence of the absolute and relative permeabilities of some tight gas sandstones. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, 2015. **77**(0): p. 36-43.
- 66. Warpinski, N.R. and Teufel, L.W., Determination of the effective-stress law for permeability and deformation in low-permeability rocks. SPE formation evaluation, 1992. **7**(2): p. 123-131.
- 67. Vairogs, J., et al., Effect of rock stress on gas production from low-permeability reservoirs. Journal of Petroleum Technology, 1971. 23(9): p. 1161-1167.
- Thomas, R.D. and Ward, D.C., Effect of overburden pressure and water saturation on gas permeability of tight sandstone cores. Journal of Petroleum Technology, 1972. 24(2): p. 120-124.
- 69. Jones, F.O. and Owens, W.W., A laboratory study of low-permeability gas sands. Journal of Petroleum Technology, 1980. **32**(9): p. 1631-1640.
- 70. Dong, J.J., et al., Stress-dependence of the permeability and porosity of sandstone and shale from TCDP Hole-A. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, 2010.
 47(7): p. 1141-1157.
- 71. Zhang, H.Y., et al., Experimental Study on Stress Sensitivity of Ultra-Low Permeability Sandstones. Applied Mechanics and Materials, 2013. **318**: p. 279-283.
- 72. Zhang, R., et al., A laboratory study of the porosity-permeability relationships of shale and sandstone under effective stress. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, 2016. 81: p. 19-27.
- Zheng, J., et al., Relationships between permeability, porosity and effective stress for low-permeability sedimentary rock. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, 2015. 78: p. 304-318.
- 74. Ostensen, R.W., Microcrack permeability in tight gas sandstone. Society of Petroleum Engineers Journal, 1983. **23**(6): p. 919-927.

- 75. David, C., et al., Laboratory measurement of compaction-induced permeability change in porous rocks: Implications for the generation and maintenance of pore pressure excess in the crust. Pure and Applied Geophysics, 1994. **143**(1-3): p. 425-456.
- Ghabezloo, S., et al., Effective stress law for the permeability of a limestone. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, 2009. 46(2): p. 297-306.
- 77. Liu, H.H., Rutqvist, J., and Berryman, J.G., On the relationship between stress and elastic strain for porous and fractured rock. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, 2009. **46**(2): p. 289-296.
- 78. Chen, X., Effet du chauffage sur le comportement mécanique et poro-mécanique de mat ériaux cimentaires -propri ét és hydrauliques et changements morphologiques. 2009, Ecole Centrale de Lille: Lille.
- Jeannin, L., et al. Hydraulic cut-off and gas recovery potential of sandstones from Tight Gas Reservoirs: a laboratory investigation. in 45th US Rock Mechanics/Geomechanics Symposium. 2011. San Francisco, California, USA: American Rock Mechanics Association.
- Byrnes, A.P., Reservoir characteristics of low-permeability sandstones in the Rocky Mountains. The Mountain Geologist, 1997. 34(1): p. 39-51.
- 81. Byrnes, A.P., Sampath, K., and Randolph, P.L. Effect of pressure and water saturation on permeability of western tight sandstones. in Fifth Annual DOE Symposium on Enhanced Oil and Gas Recovery and Improved Drilling Technology. 1979.
- 82. Rodriguez, C.A., Stress-dependent permeability on tight gas reservoirs. 2005, Texas A&M University: Texas, USA.
- Zisser, N. and Nover, G., Anisotropy of permeability and complex resistivity of tight sandstones subjected to hydrostatic pressure. Journal of Applied Geophysics, 2009. 68(3): p. 356-370.
- Zhang, R., et al., Impacts of nanopore structure and elastic properties on stress-dependent permeability of gas shales. Journal of Natural Gas Science and Engineering, 2015. 26: p. 1663-1672.
- 85. Zhang, F., et al., About the interest of using gas to evaluate permeability of damaged granite. European Journal of Environmental and Civil Engineering, 2015: p. 1-10.
- Zimmerman, R.W., Somerton, W.H., and King, M.S., Compressibility of porous rocks. Journal of Geophysical Research: Solid Earth, 1986. 91(B12): p. 12765-12777.
- 87. Chen, X., et al., Effect of heat-treatment and hydrostatic loading upon the poro-elastic properties of a mortar. Cement and Concrete Research, 2009. **39**(3): p. 195-205.
- Al Wardy, W. and Zimmerman, R.W., Effective stress law for the permeability of clay rich sandstones. Journal of Geophysical Research: Solid Earth, 2004. 109(B4).

- 89. Zimmerman, R.W., Kumar, S., and Bodvarsson, G.S., Lubrication theory analysis of the permeability of rough-walled fractures. International journal of rock mechanics and mining sciences & geomechanics abstracts, 1991. **28**(4): p. 325-331.
- 90. Zimmerman, R.W. and Bodvarsson, G.S., Hydraulic conductivity of rock fractures. Transport in porous media, 1996. **23**(1): p. 1-30.
- 91. Bernab é Y., Mok, U., and Evans, B., Permeability-porosity relationships in rocks subjected to various evolution processes. Pure and Applied Geophysics, 2003. **160**(5-6): p. 937-960.
- 92. Witherspoon, P.A., Validity of cubic law for fluid flow in a deformable rock fracture. 1979, Lawrence Berkeley Laboratory.
- Kwon, O., et al., Permeability of Wilcox shale and its effective pressure law. Journal of Geophysical Research, 2001. 106(B9): p. 19339-19353.
- 94. Brower, K.R. and Morrow, N.R., Fluid flow in cracks as related to low-permeability gas sands. Society of Petroleum Engineers Journal, 1985. **25**(2): p. 191-201.
- 95. Smith, T.M., Sayers, C.M., and Sondergeld, C.H., Rock properties in low-porosity/low-permeability sandstones. The Leading Edge, 2009. **28**(1): p. 48-59.
- 96. Boutéca, M., et al., Réflexion sur l'origine de l'évolution du coefficient de biot des argilites au cours d'un chargement mécanique, in Actes des journées scientifiques de l'Andra. 1999: Nancy.
- 97. Christensen, N.I. and Wang, H.F., The influence of pore pressure and confining pressure on dynamic elastic properties of Berea sandstone. Geophysics, 1985. **50**(2): p. 207-213.
- 98. Bl\"cher, G., et al., Direct and indirect laboratory measurements of poroelastic properties of two consolidated sandstones. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, 2014. 67: p. 191-201.
- 99. Homand, F., et al., Pérofabrique et propriétés mécaniques des argilites. Comptes Rendus Geoscience, 2006. 338(12): p. 882-891.
- Hu, D.W., et al., Evolution of poroelastic properties and permeability in damaged sandstone.International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, 2010. 47(6): p. 962-973.
- Dormieux, L., Jeannin, L., and Gland, N., Homogenized models of stress-sensitive reservoir rocks. International Journal of Engineering Science, 2011. 49(5): p. 386-396.
- 102. He, Z., et al., A poroelastic model for the effective behavior of granular materials with interface effect. Mechanics Research Communications, 2012. **43**: p. 41-45.
- 103. Sanahuja, J., et al., Micromechanical explanation of elasticity and strength of gypsum: from elongated anisotropic crystals to isotropic porous polycrystals. Journal of engineering mechanics, 2009. 136(2): p. 239-253.

- 104. Fritsch, A., et al., Mechanical behavior of hydroxyapatite biomaterials: An experimentally validated micromechanical model for elasticity and strength. Journal of Biomedical Materials Research, 2009. 88(1): p. 149-161.
- 105. Dormieux, L., et al., Micromechanical models of the strength of a sandstone. International journal for numerical and analytical methods in geomechanics, 2010. **34**(3): p. 249-271.
- 106. Dormieux, L., Kondo, D., and Ulm, F.J., Microporomechanics. 2006: John Wiley & Sons.
- 107. Maalej, Y., Comportement mécanique d'un milieu granulaire inject é par un coulis de ciment: étude expérimentale et modélisation micromécanique. 2007, Ecole Nationale des Ponts et Chaussés: Paris.
- 108. Barton, N., Bandis, S., and Bakhtar, K., Strength, deformation and conductivity coupling of rock joints. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences & Geomechanics Abstracts, 1985. 22(3): p. 121-140.
- Arzt, E., The influence of an increasing particle coordination on the densification of spherical powders. Acta Metallurgica, 1982. 30(10): p. 1883-1890.
- 110. Heller, R., Vermylen, J., and Zoback, M., Experimental investigation of matrix permeability of gas shales. AAPG bulletin, 2014. **98**(5): p. 975-995.
- 111. van Golf-Racht, T.D., Fundamentals of fractured reservoir engineering. Vol. 12. 1982: Elsevier.
- Bandis, S.C., Lumsden, A.C., and Barton, N.R. Fundamentals of rock joint deformation. in International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences & Geomechanics Abstracts. 1983. Elsevier.
- 113. Rutqvist, J. and Stephansson, O., The role of hydromechanical coupling in fractured rock engineering. Hydrogeology Journal, 2003. **11**(1): p. 7-40.
- 114. Tsang, C.F., et al., Coupled thermo-hydro-mechanical processes in the near field of a highlevel radioactive waste repository in clay formations. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, 2012. 49: p. 31-44.
- 115. Byrnes, A.P., Issues with gas relative permeability in low-permeability sandstones, in Understanding, exploring, and developing tight-gas sands. 2008: Vail Hedberg. p. 63-76.
- 116. Baruchel, J., Buffiere, J.-Y., and Maire, E., X-ray tomography in material science. 2000: Hermes science publications. 208.
- 117. Bin, B., et al., Multi-scale method of Nano (Micro)-CT study on microscopic pore structure of tight sandstone of Yanchang Formation, Ordos Basin. Petroleum Exploration and Development, 2013. 40(3): p. 354-358.
- 118. Ramakrishnan, T.S. and Cappiello, A., A new technique to measure static and dynamic properties of a partially saturated porous medium. Chemical engineering science, 1991. 46(4): p. 1157-1163.

Titre en français :

P érophysiques et microm écaniques des gr ès «tight » en relation avec leur microstructure

R ésum é en frain çais :

Ce travail de thèse consiste à identifier les propriétés pérophysiques et de transfert de roches provenant d'un réservoir de grès « tight » en Afrique du nord exploité par ENGIE EPI. Il s'agit d'identifier les liens entre les propriétés de transfert, les propriétés poro-mécanique, la sensibilit é au chargement mécanique ou à la saturation en eau, et quelques indicateurs comme la porosit é la distribution des tailles de pores, la perméabilit é intrins àque, les caract éristiques pérographiques etc. Le but est de pouvoir prédire le comportement de mat ériaux différents de ceux étudi és dans cette thèse, en utilisant des données d'entrée « facilement » accessibles, fournissant ainsi des outils permettant d'évaluer la qualité d'un nouveau réservoir sans passer par une caract érisation exhaustive, longue et couteuse du mat ériau constituant ce réservoir.

Mots-clefs : gr & «tight », perm ábilit é, porosit é, chargement m écanique, saturation en eau.

Titre en anglais :

Petrophysic and micromechanic of tight sandstones in relation to their microstrcuture

R ésum é en anglais:

This work of thesis focuses on the identification of the petrophysical and transfer properties of rocks originating from a tight sandstone reservoir in North Africa operated by ENGIE EPI. It needs to identify the links between the transfer properties, poro-mechanical properties, sensitivity to mechanical loading or water saturation, and some indications such as porosity, pore size distribution, intrinsic permeability, petrographic features etc. The aim is to predict the behavior of materials that are different from those that studied in this thesis by using the "easily" accessible input data, providing tools for evaluating the quality of a new reservoir without passing through an exhaustive, long and expensive characterization of the material forming this reservoir.

Mots-clefs: tight sandstone, permeability, porosity, mechanical loading, water saturation.