

Etude de l'évolution hydromécanique d'un carbonate après altération chimique.

Application des méthodes de mesures de champs multi-échelles par corrélation d'images 2D et 3D

Présentée par : Louis Zinsmeister

Docteur en Mécanique de l'Ecole Polytechnique



Encadré par :

Dr. Jérémie Dautriat

IFPEN / CSIRO

Dr. Jean Raphanel

Ecole Polytechnique

Dr. Alexandre Dimanov

Ecole Polytechnique

Dr. Michel Bornert

Ecole des Ponts / Ecole Polytechnique

Introduction

I – Matériau d'étude

II – Méthodes d'analyses

III – Evolution des propriétés pétrophysiques et d'écoulement

IV – Caractérisation mécanique à l'échelle macroscopique

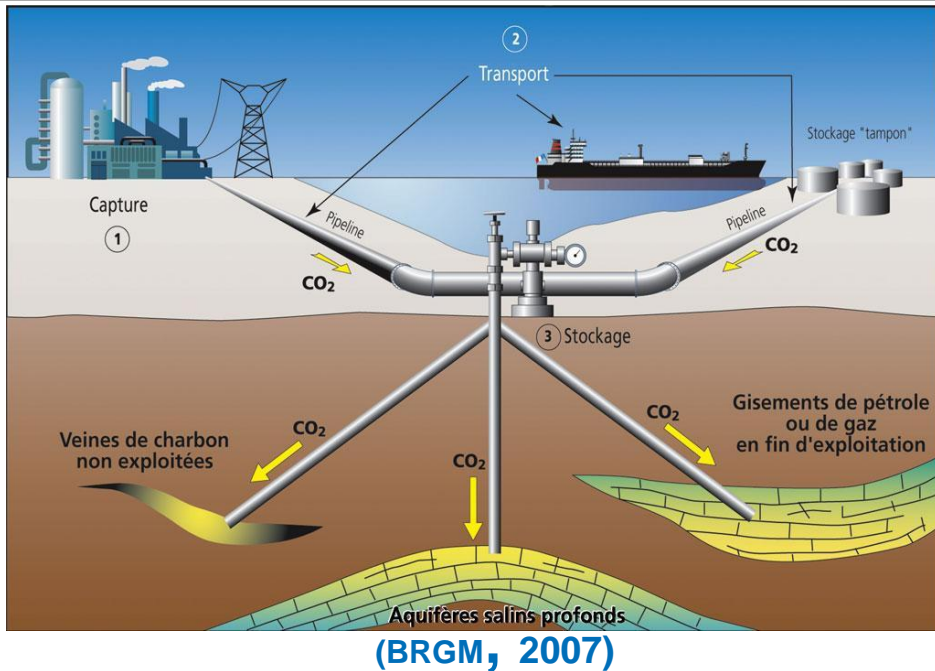
V – Méthodes de corrélation d'image 2D et 3D

VI – Apport de la CIN

Conclusions et perspectives

Introduction

Contexte industriel



- Les Aquifères profonds sont les plus grosses réserves potentielles

- Propriétés de réservoirs

=> Bassin de Paris étudié pour ces raisons, et particulièrement le dogger.



Objectifs : Comprendre et prédire l'évolution des propriétés hydromécaniques de la roche réservoir en condition diffusive.

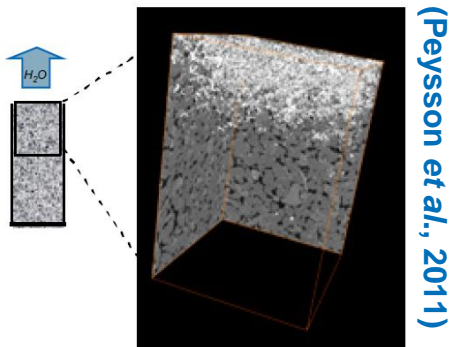
Lois constitutives pour la gestion des sites de stockage

L'injectivité proche puits



Surface

(André et al., 2007.)



(Peysson et al., 2011)

Zone Réactive HétérogèneZone Réactive Homogène Zone Lointaine

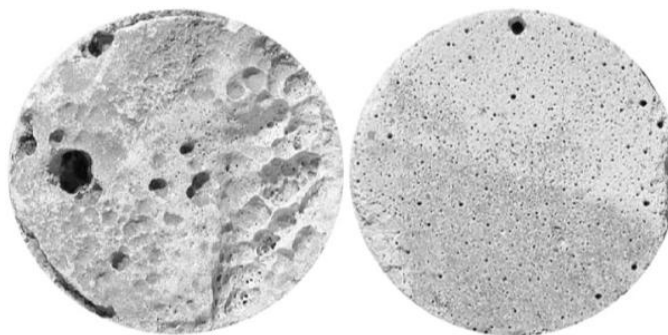
Vitesse du fluide

Uniform dissolution

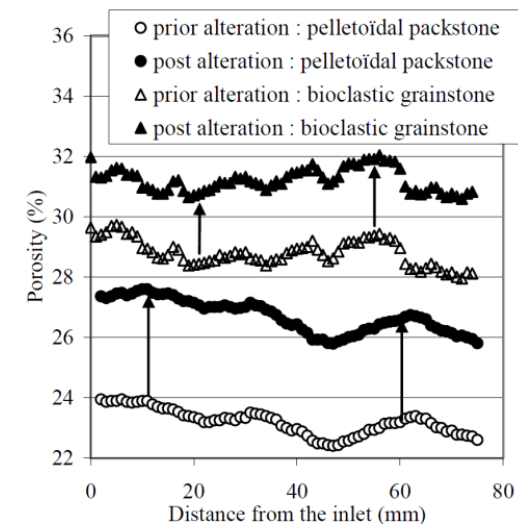
Dominant wormholes

Compacte

Wormholes

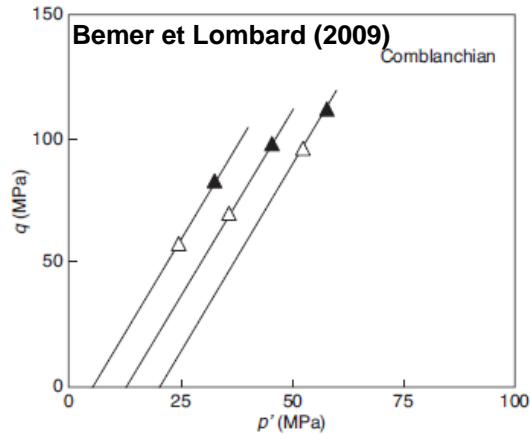


(Bazin, 2001)



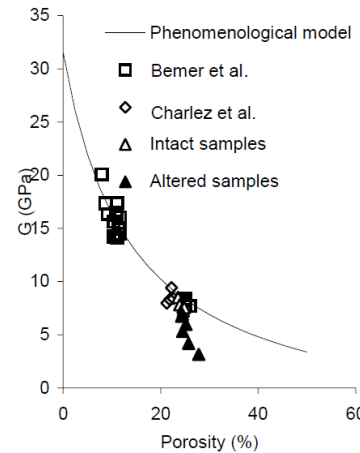
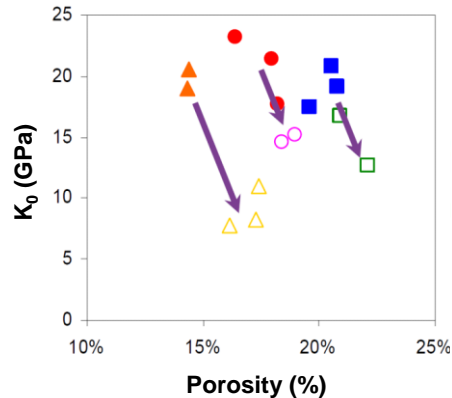
(Egermann et al., 2006)

Premières études sur l'altération homogène



- Diminution des seuils de rupture

Exemple d'application de l'altération homogène sur les carbonates



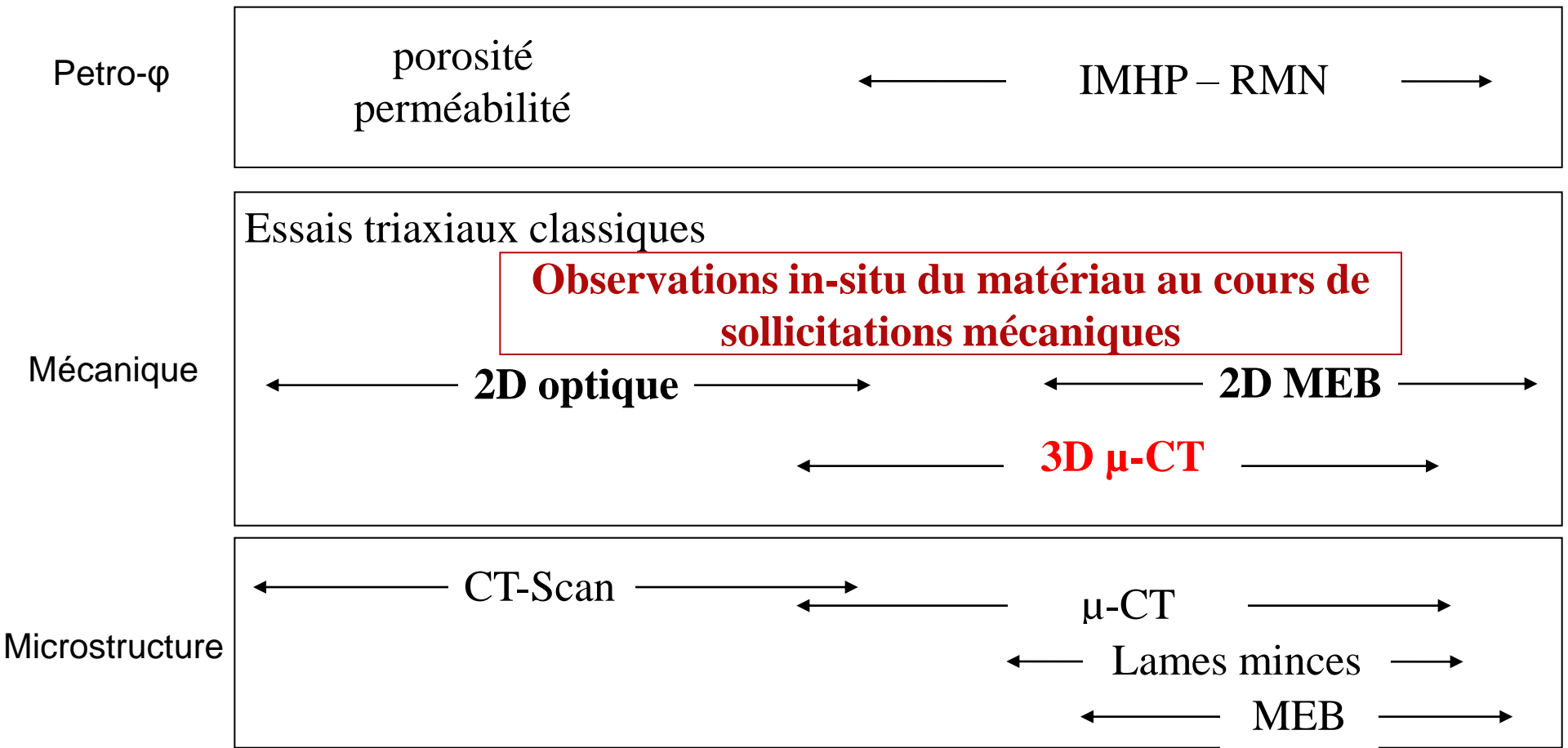
- Modèle Bemer *et al.*, 2004
- Issue de Hashin et Shtrikman

- Diminution systématique des modules mécaniques

Y a-t-il un contrôle par la microstructure de l'évolution de ces propriétés ?

► Pour y répondre, il est nécessaire de réaliser une étude multi-échelles

Méthode d'analyse



Intro

I

II

III

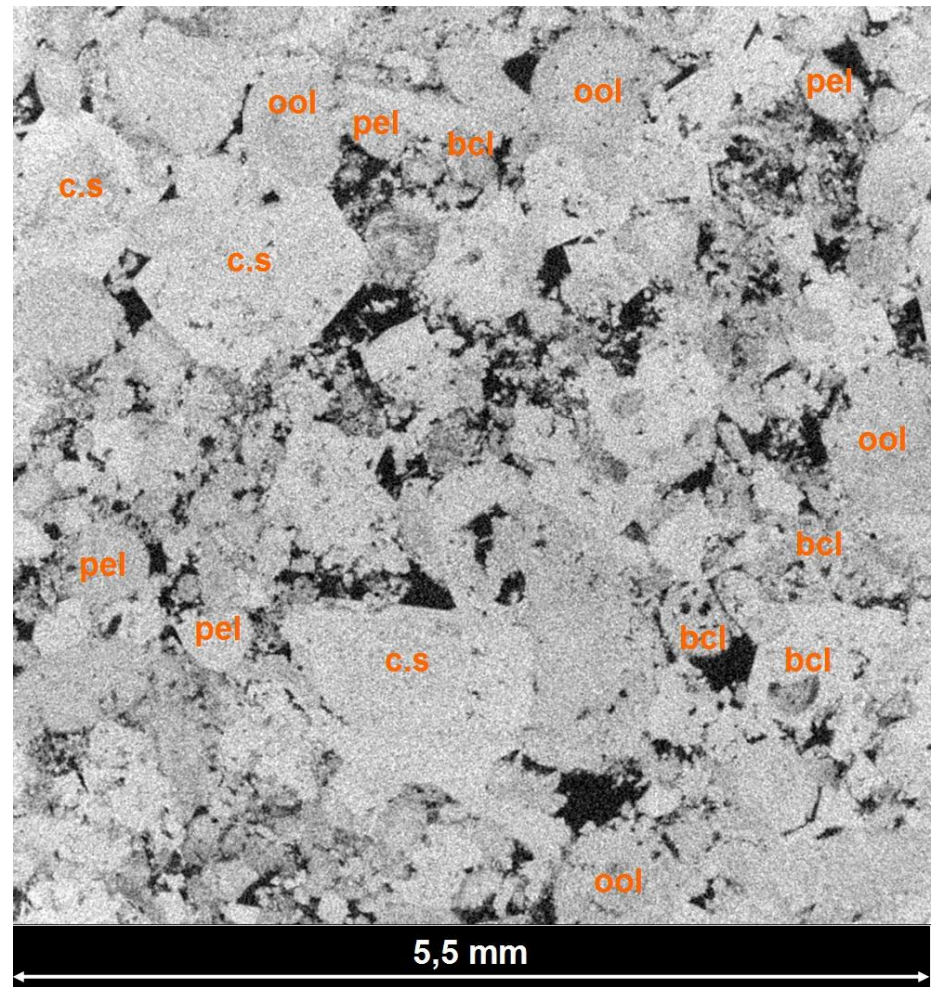
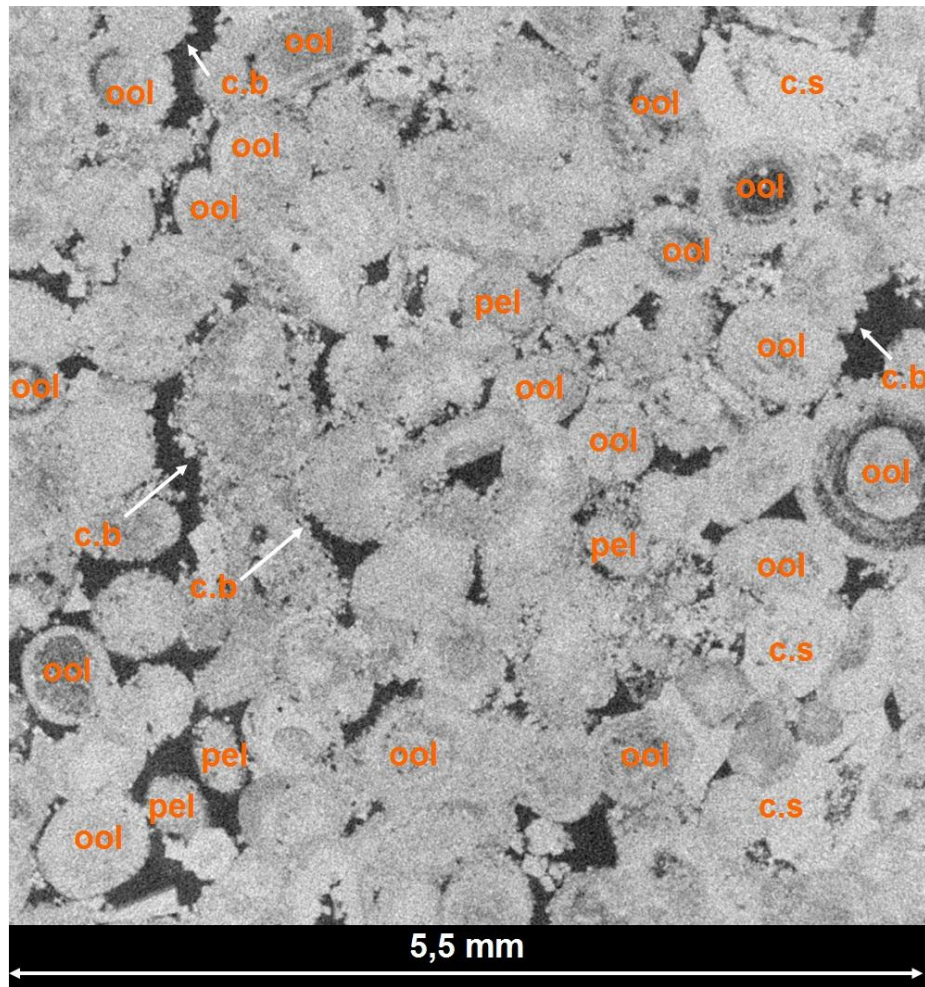
IV

V

VI

Matériau d'étude

Microstructure du matériau sain (II)



=> Les observations en lames minces sont confirmées par une vue plus large à l'aide du microtomographe

Intro

I

II

III

IV

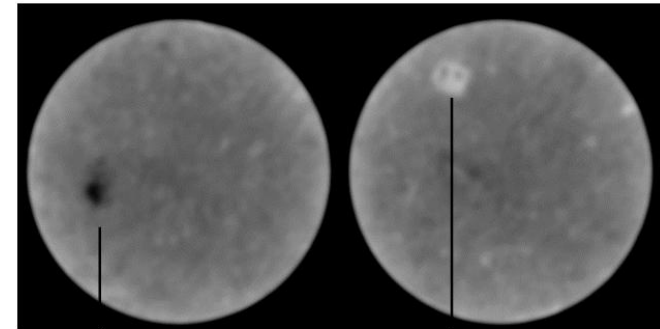
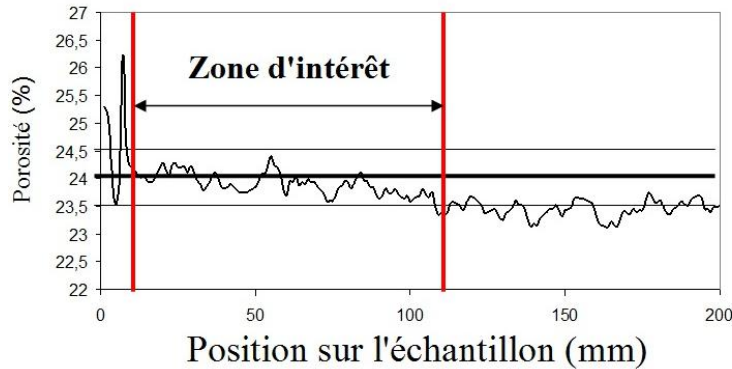
V

VI

Méthodes d'analyse

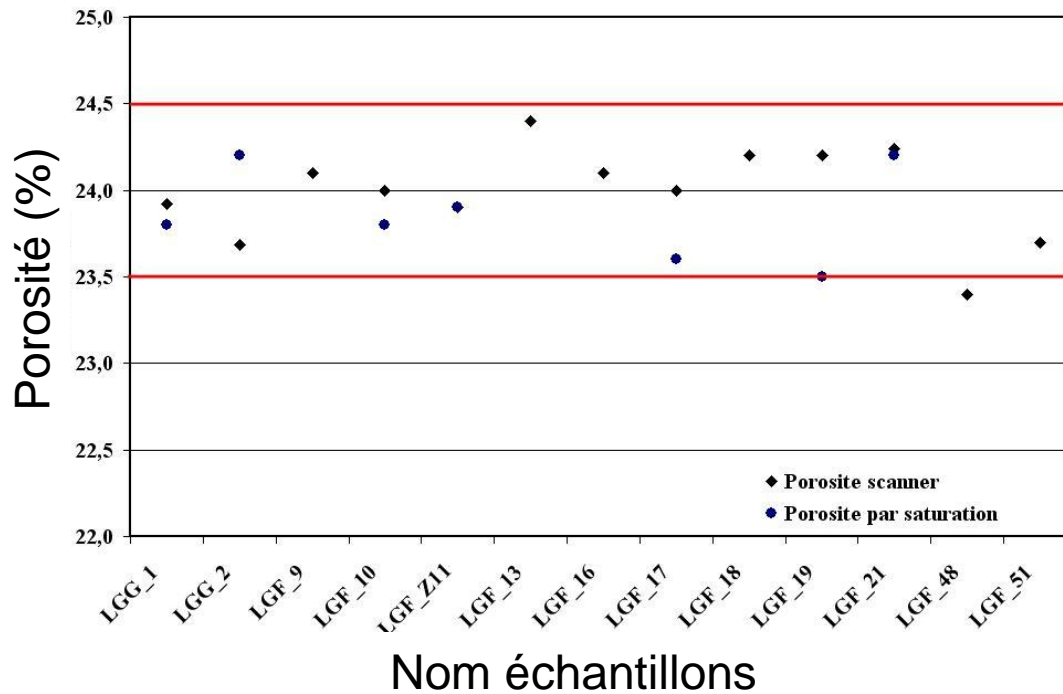
Sélection des échantillons et altération

- Sélection à partir de profils de densité radiographique
- $24\% \pm 0,5\%$

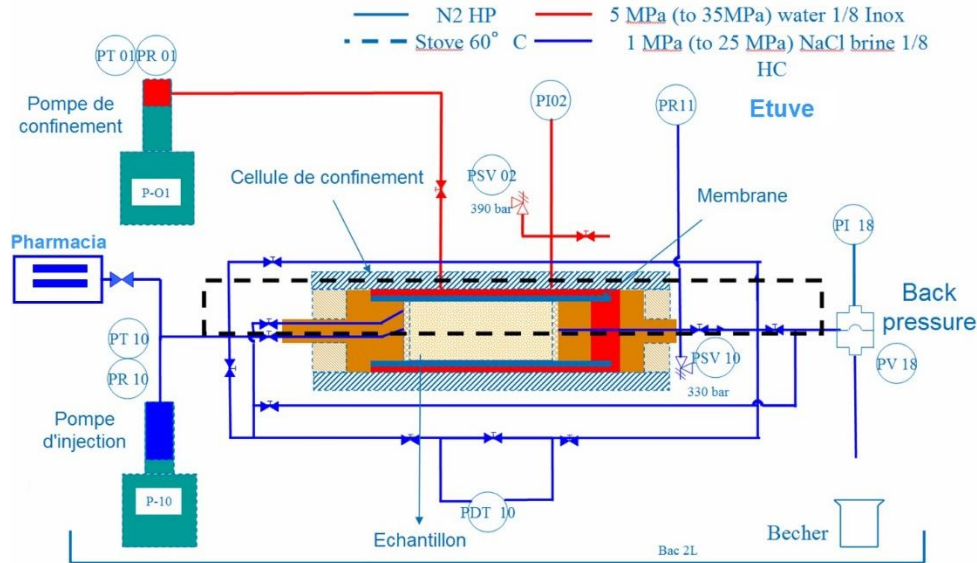


Zone de faible densité

Zone de forte densité

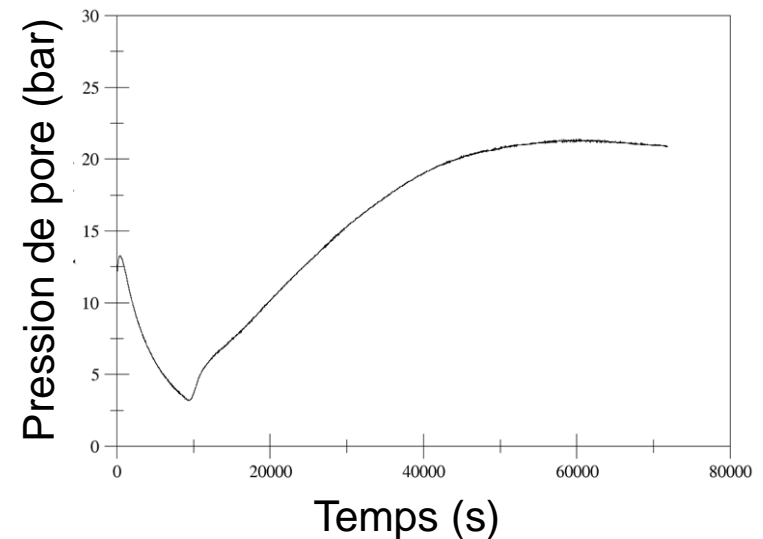
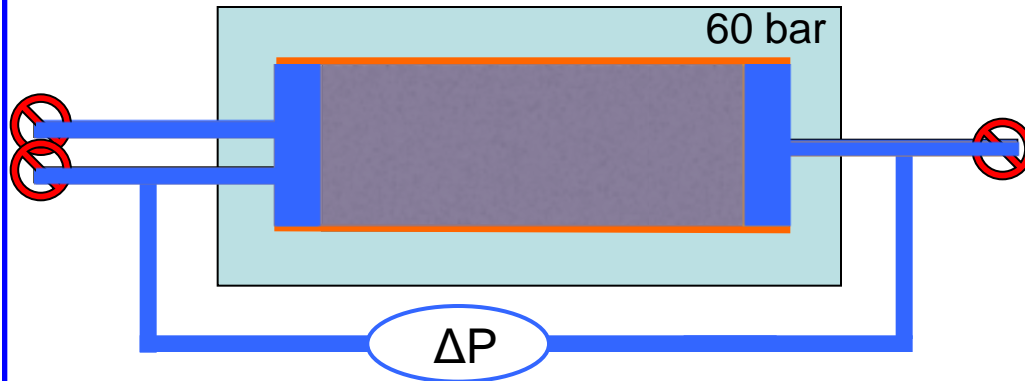


Sélection des échantillons et altération



- Pression de pore à 10 bar (back pressure)
- Pression de confinement en eau à 60 bar (pompe Isco)

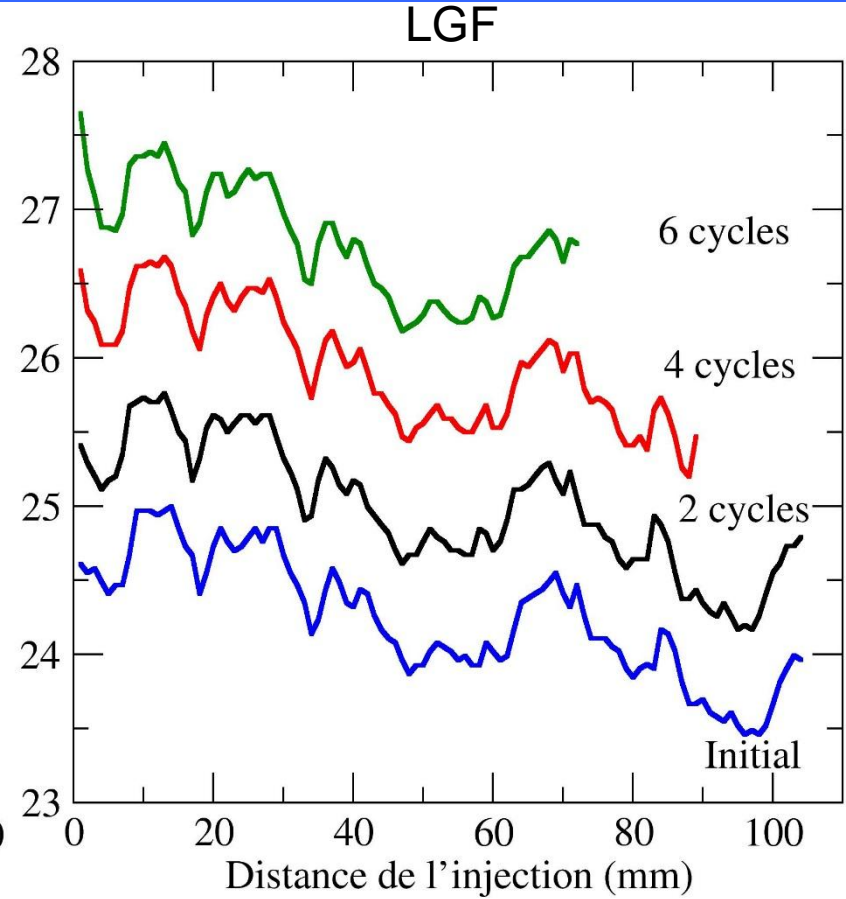
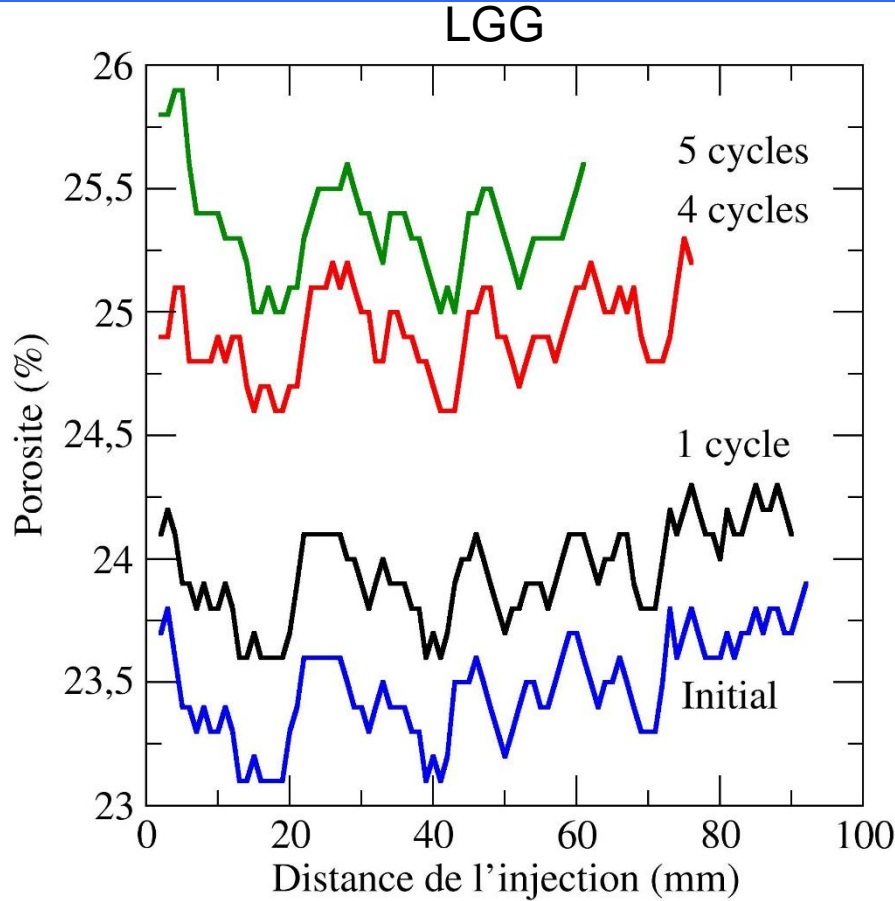
Après une nuit d'altération
on nettoie le tout à la saumure



Evolution des propriétés pétrophysiques et d'écoulement

Validation du protocole et évolution de porosité à la saumure

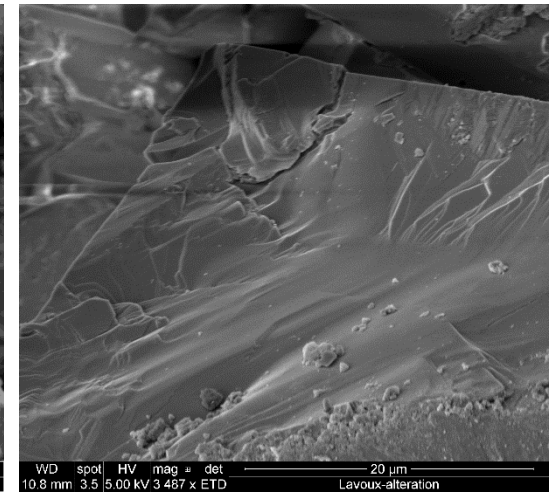
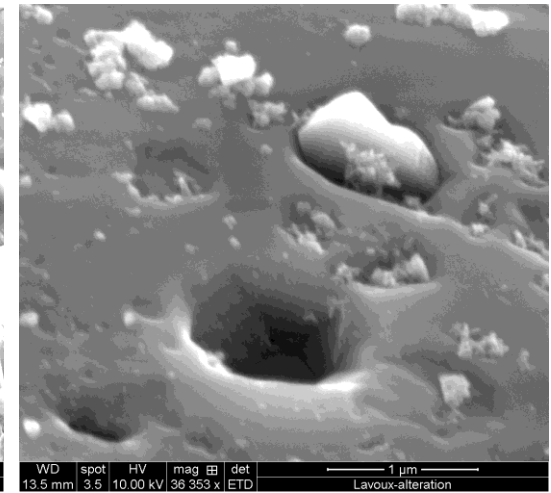
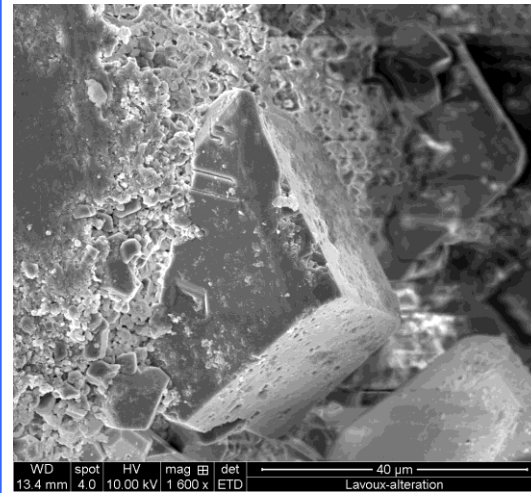
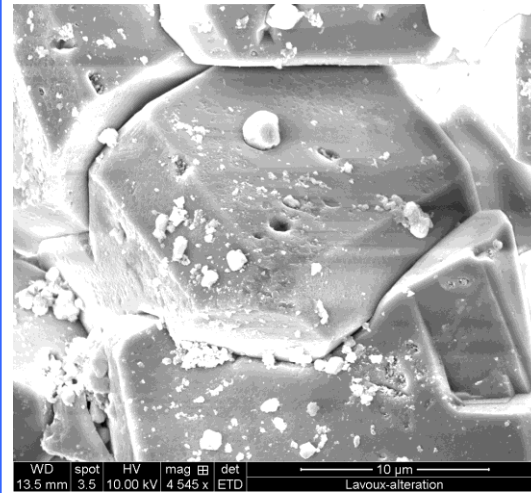
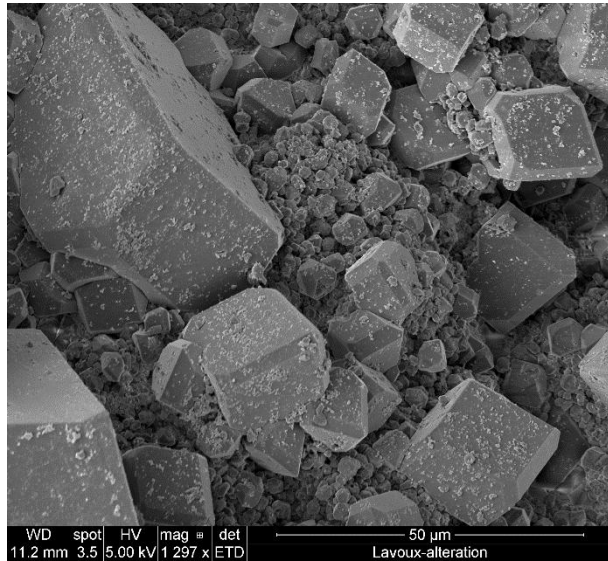
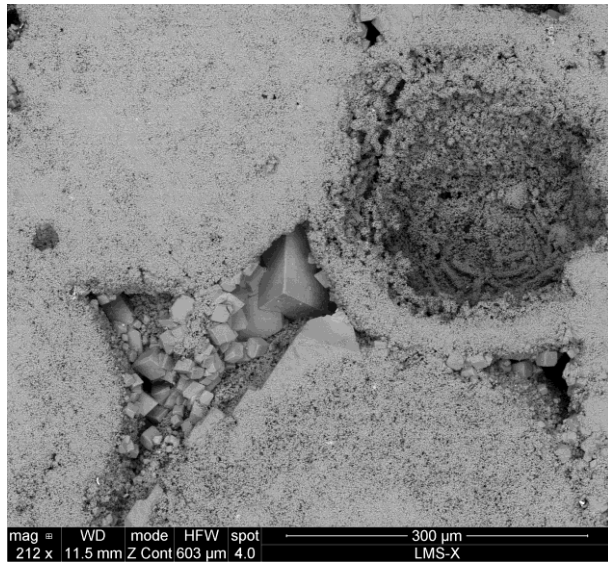
Echelle : Macro-plug (80+ mm x 40 mm cylindriques)



Mesures issues du scanner médical

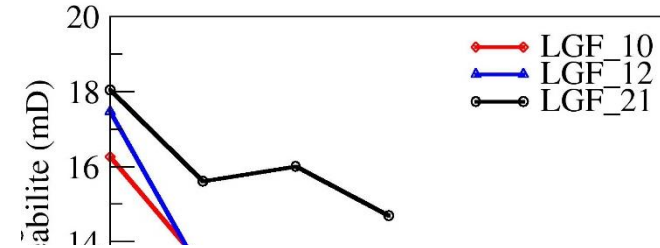
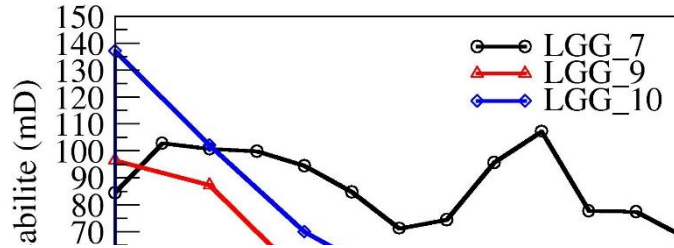
- Conservation des hétérogénéités locales

Indices microstructuraux de la dissolution



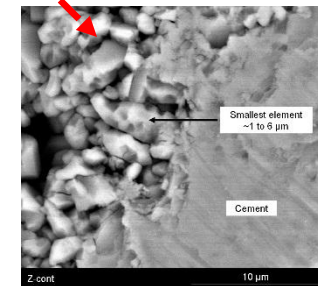
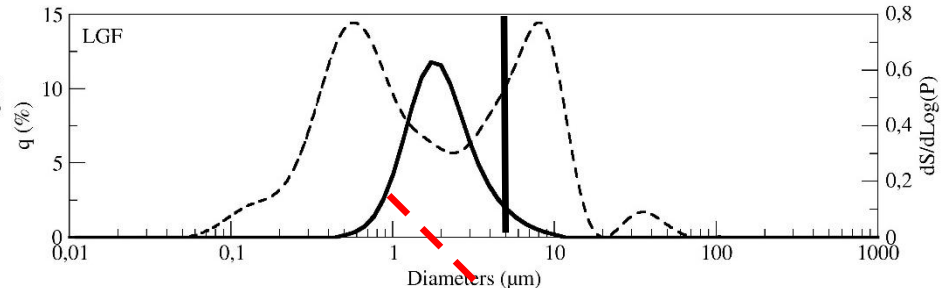
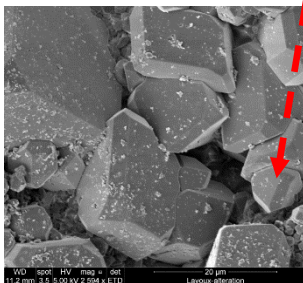
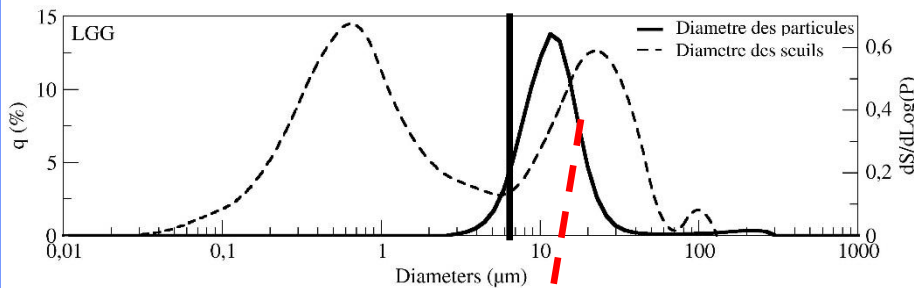
=> Indices de la dissolution

Evolution des perméabilités

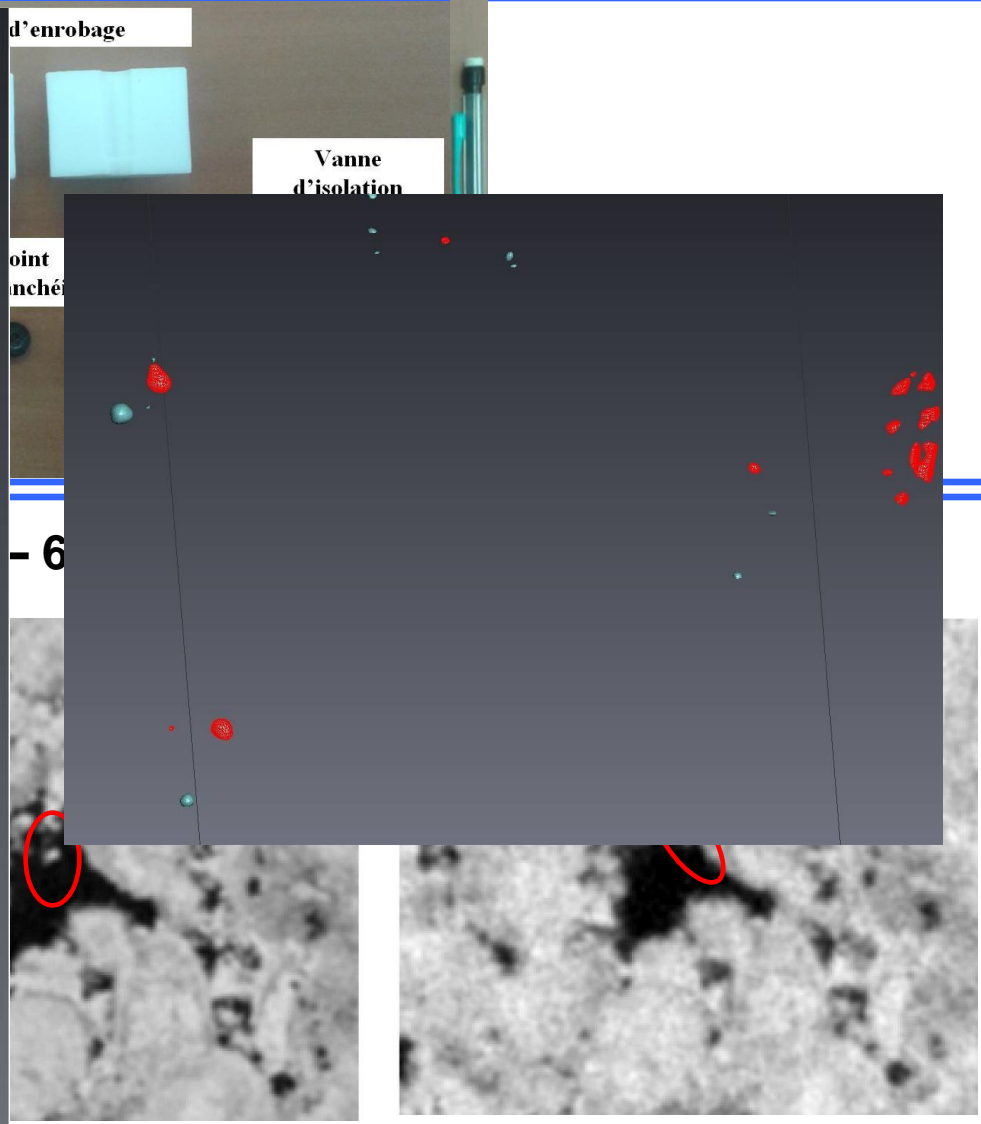
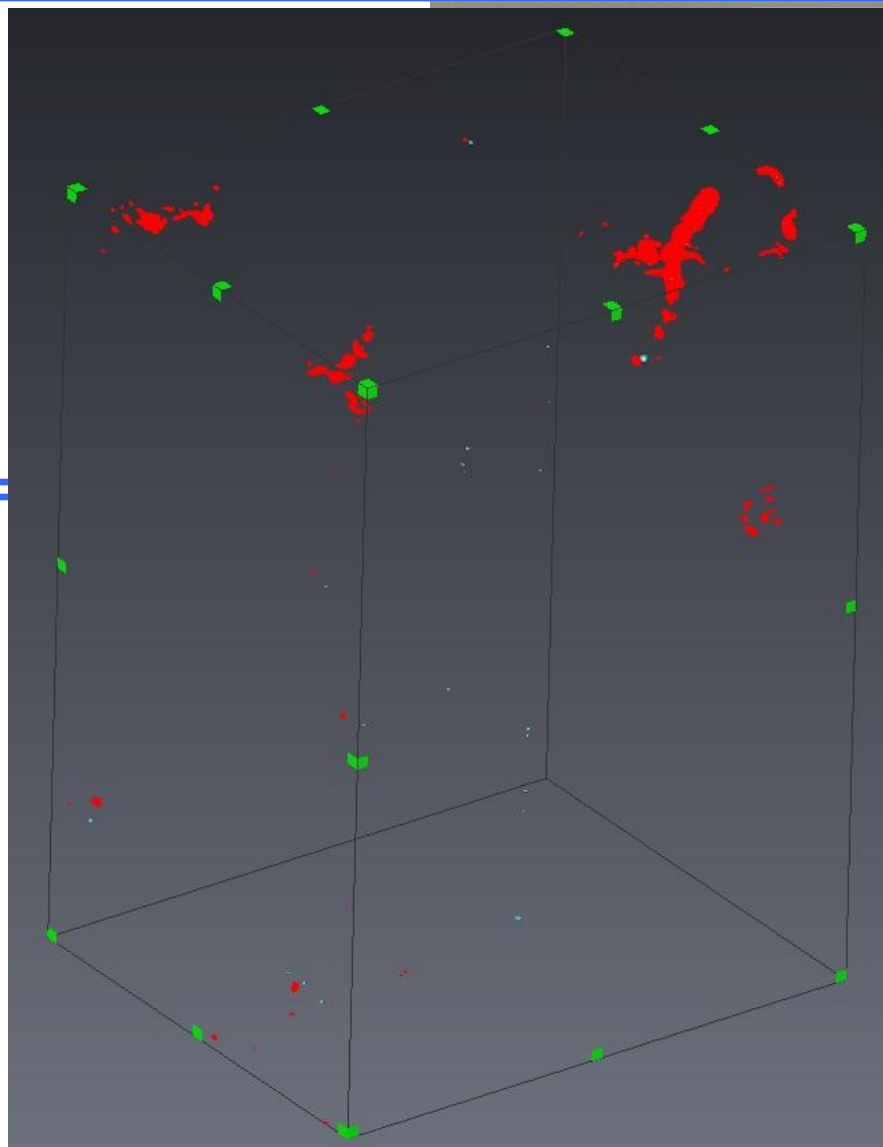


Les deux calcaires présentent des évolutions similaires, seule la taille des particules fines en sortie varie

=> Y en a-t-il des bloquées ?



Particules fines (I)



Intro

I

II

III

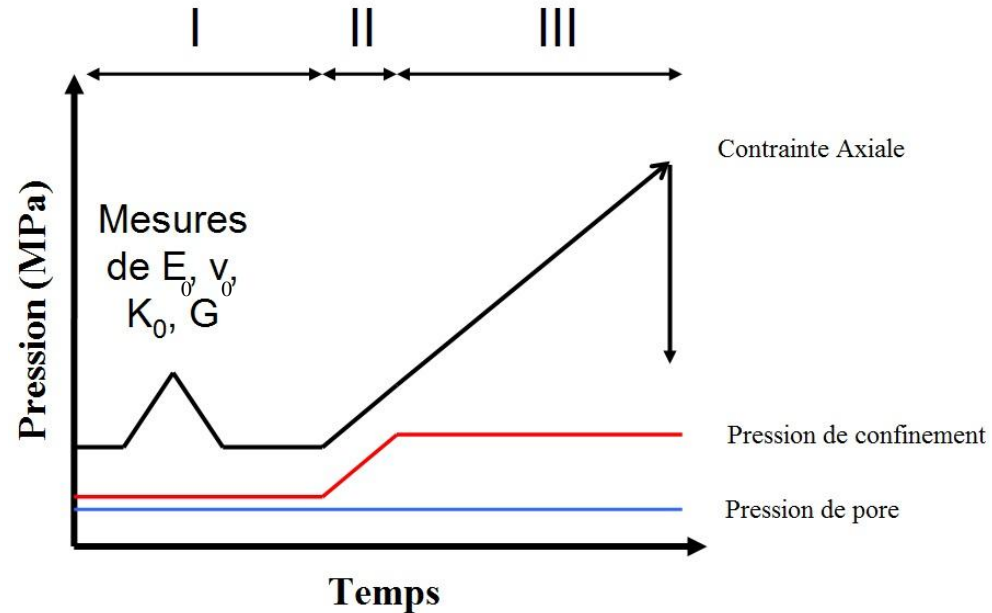
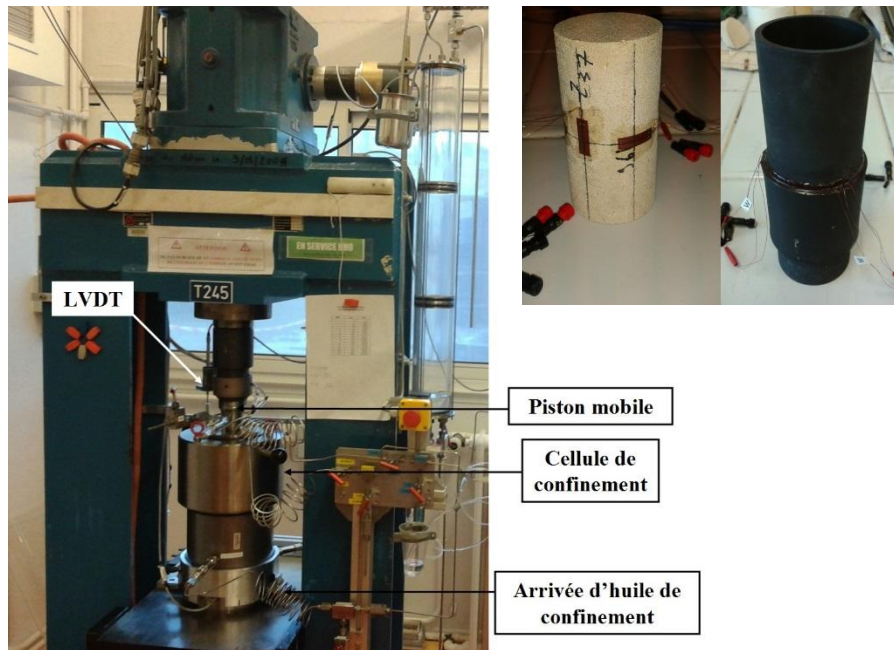
IV

V

VI

Caractérisation mécanique à l'échelle macroscopique

Protocole d'essais et quantités mesurées

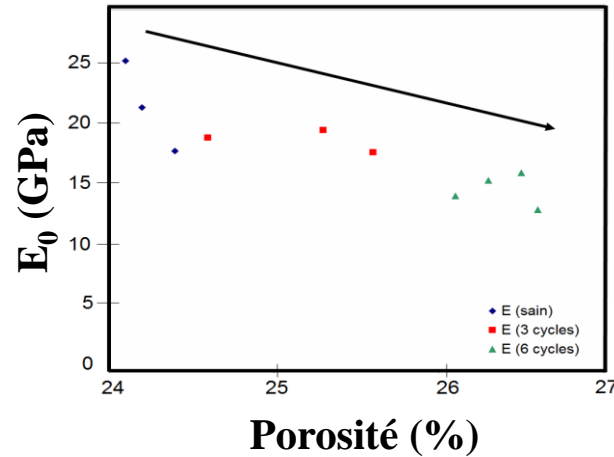


Optimisation du matériau
=> Protocole spécifique

- Presse triaxiale contrôlée en force
- Mesure de jauge (3 axiales et 3 radiales)
- LVDT extérieur

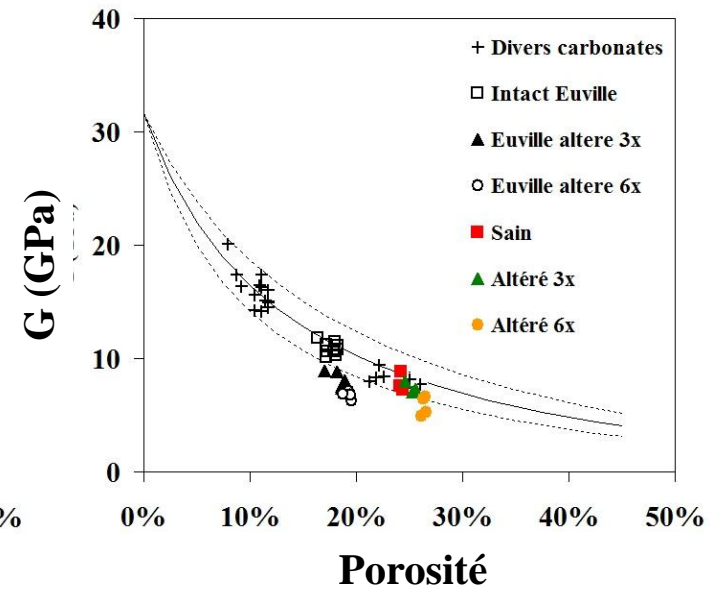
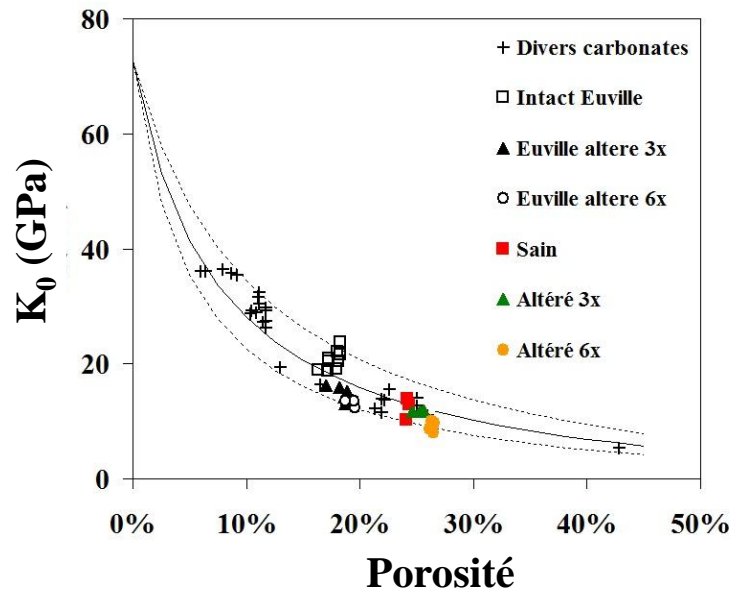
L'ensemble des mesures triaxiales ont été menées sur du LGF à 24% $\pm 0,5\%$ de porosité initiale

Evolution des modules élastiques

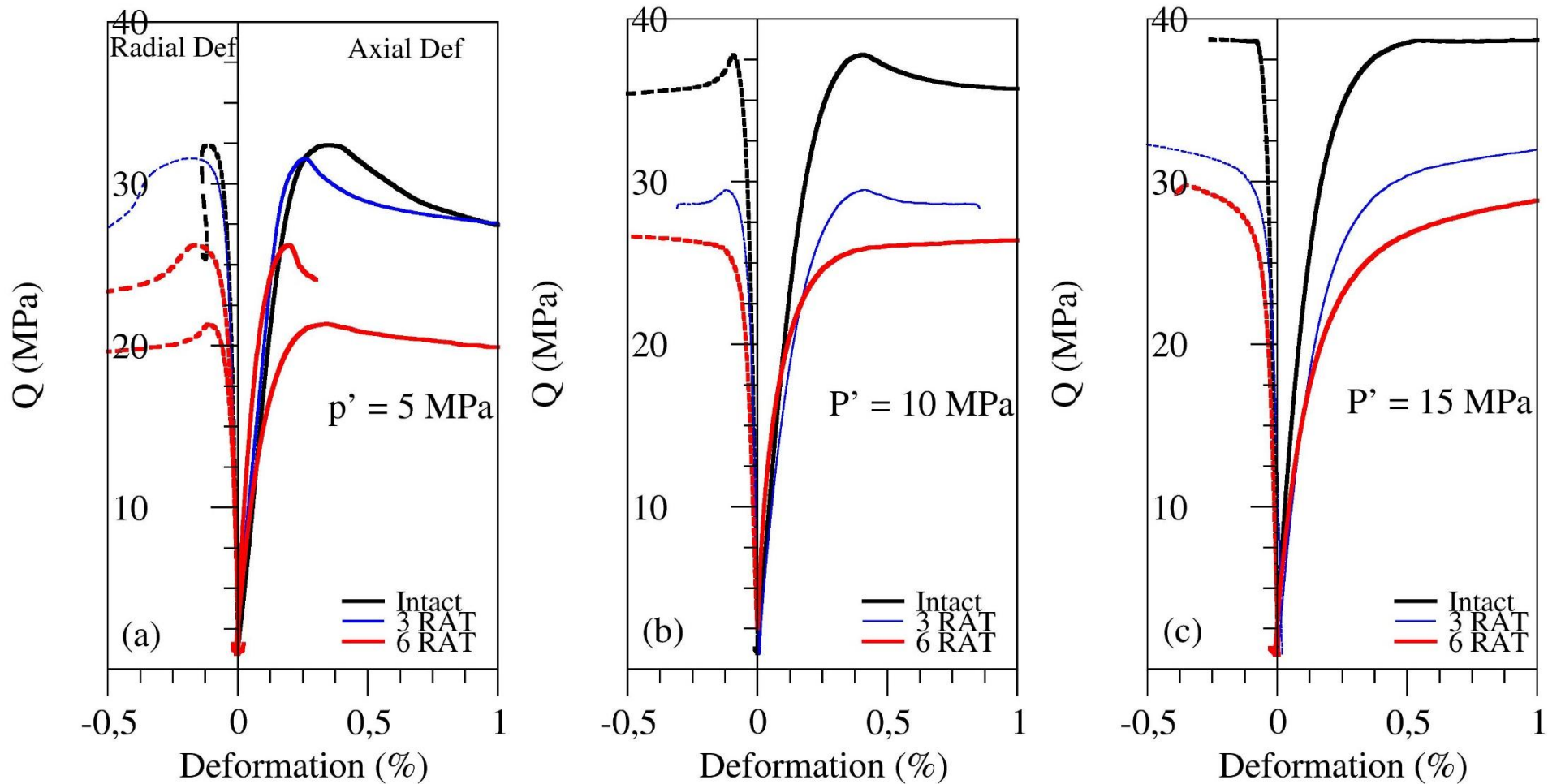


- Diminution du module de Young

- G simple fonction de ϕ ?



Courbes de déformations



- Changement de régime précipité par l'altération
- Régime transitionnel visible à 10 MPa

Intro	I	II	III	IV	V	VI
-------	---	----	-----	----	---	----

Méthodes de corrélation d'image 2D et 3D

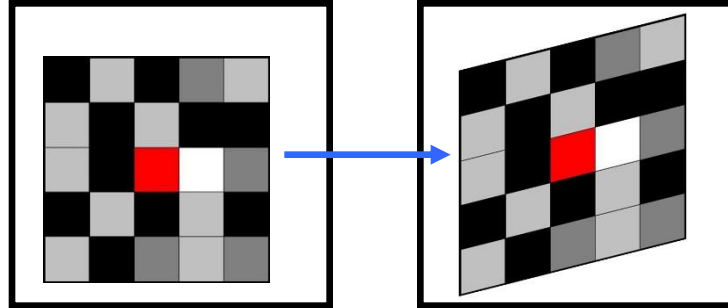
Méthode

2D

Obtention d'une série
d'image pendant un
chargement
mécanique :

- D'une surface
- D'un volume

Recherche du domaine homologue
dans l'image déformée

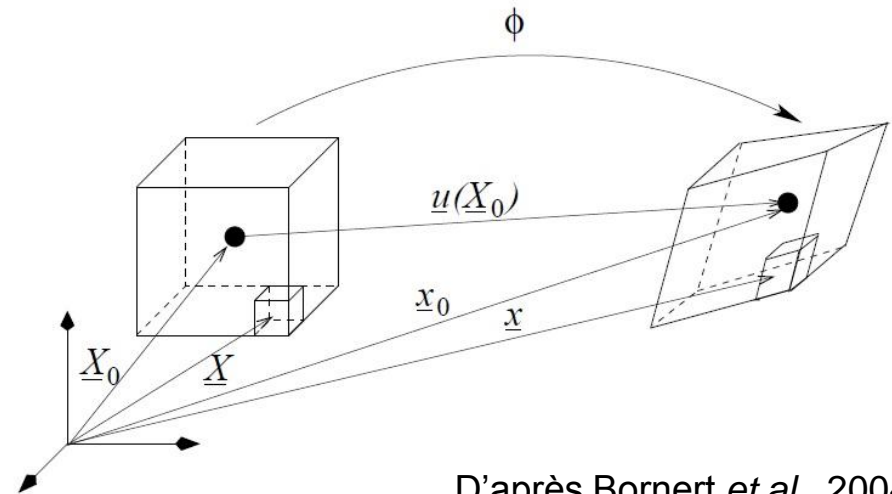
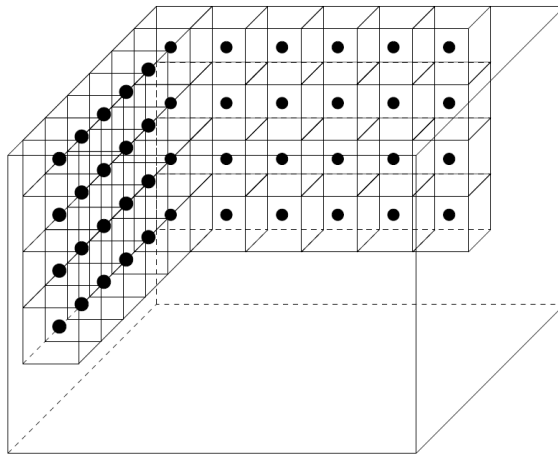


Minimisation d'un coeff. de corrélation

- On obtient les coordonnées du point rouge dans l'image déformée
 - Obtention du champ de déplacement
- ⇒ Calcul des composantes planes ou 3D du tenseur des déformations (selon diverses bases de mesure)

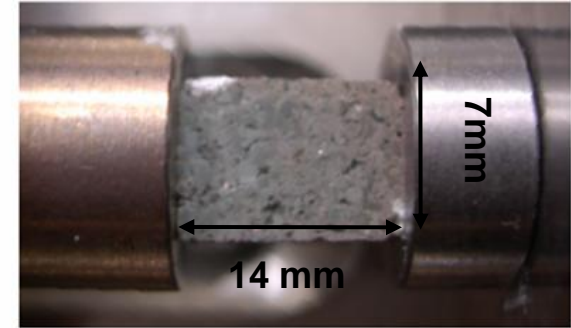
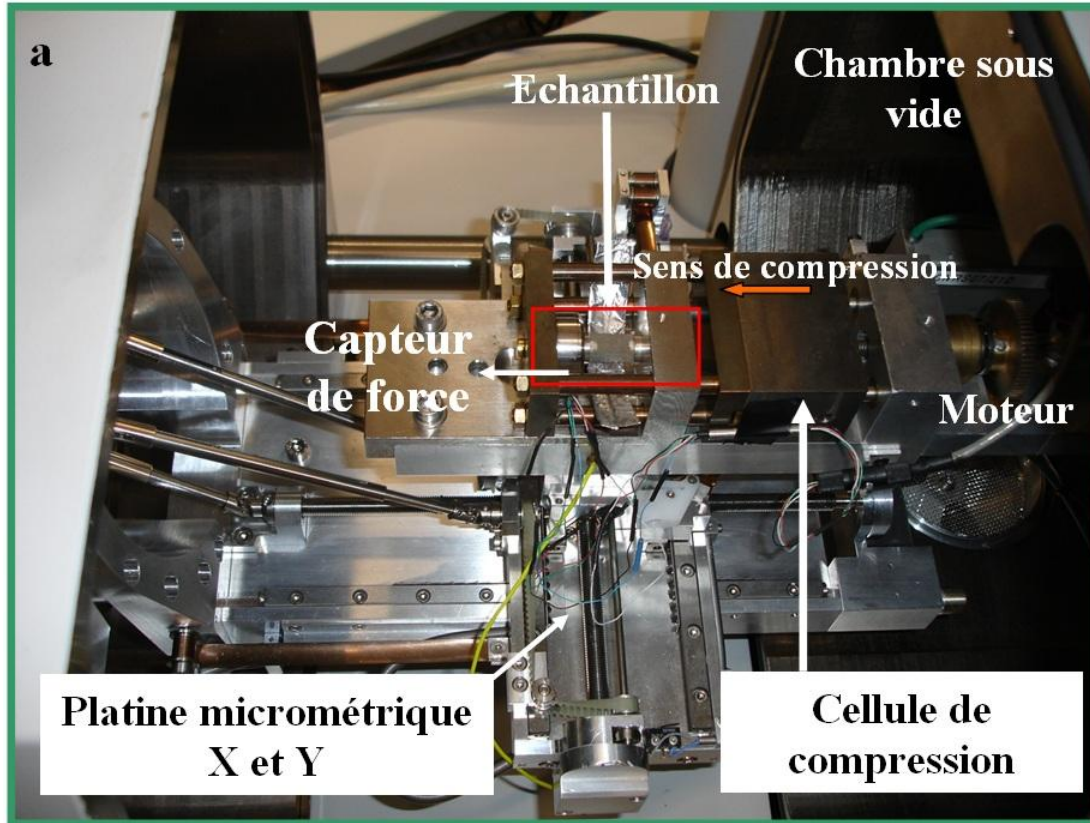
3D

- Principe identique mais on raisonne en voxel en trois dimensions



D'après Bornert *et al.*, 2004

Appareillage et marquage MEB

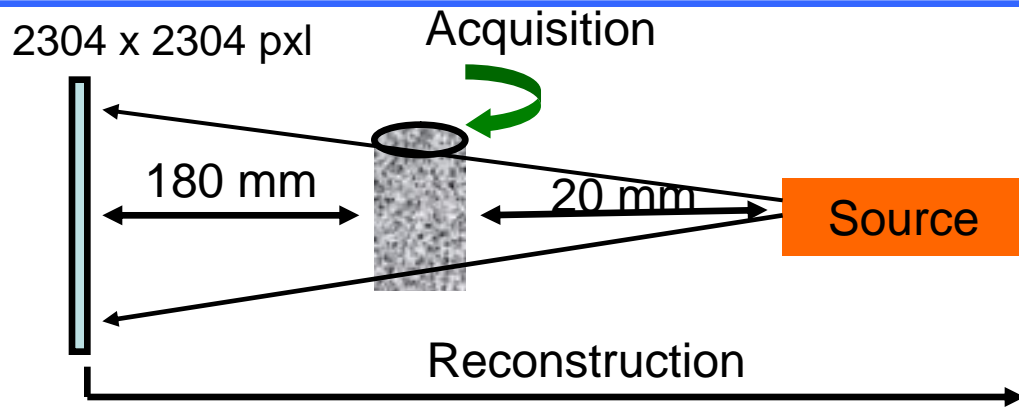


- Chargement par palier
- Contrôle en déplacement ($< 1 \mu\text{m/s}$). 15 kN max en axial
- Multiples zones imagées
- x60, x80, x160

Cellule triaxiale miniaturisée I



- Chargement manuel par palier
- Contrôle en force
- Pression de confinement maximum de 15 MPa
- Force axiale maximum 10 kN
- 5 μm de résolution / vxl



Acquisition :

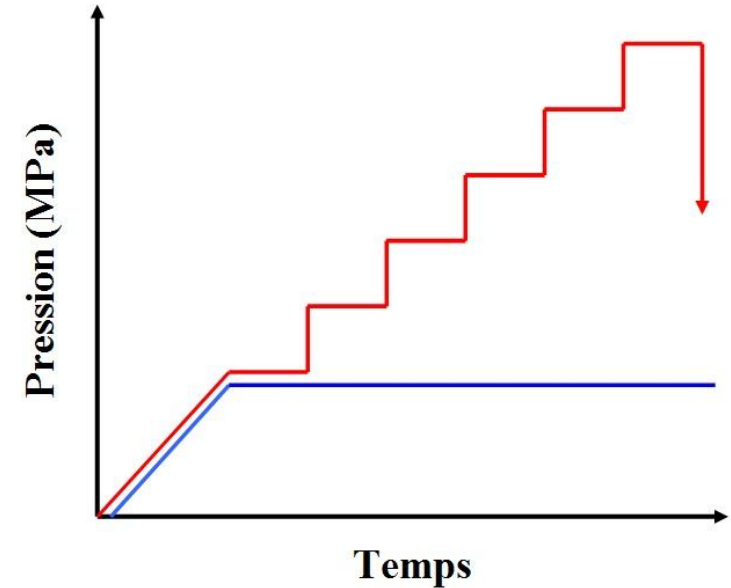
- 1800 radiographies (0,2°)
- Moyenne de 8

⇒ 2h30 par volume

Reconstruction :

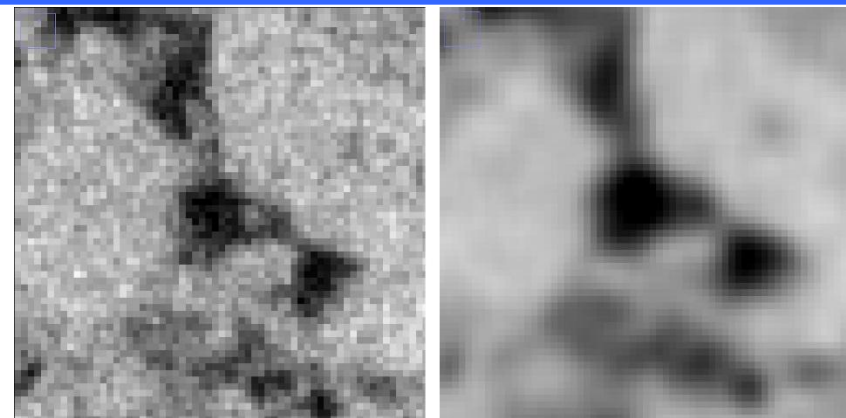
- 2000x2000x1600
- $\frac{1}{2}$ ou $\frac{1}{4}$

Cellule triaxiale miniaturisée II

*Post traitement des images pour la CIN*

- Atténuation du bruit

=> Diminution des erreurs sur la mesure du champ de déplacement



Intro

I

II

III

IV

V

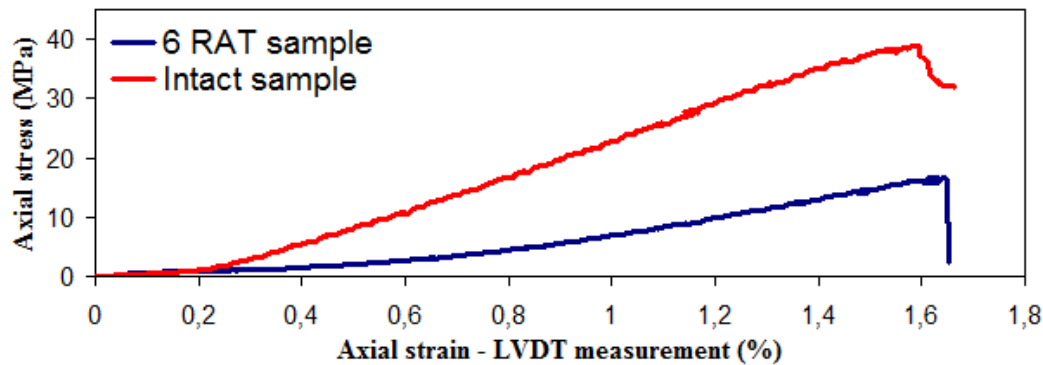
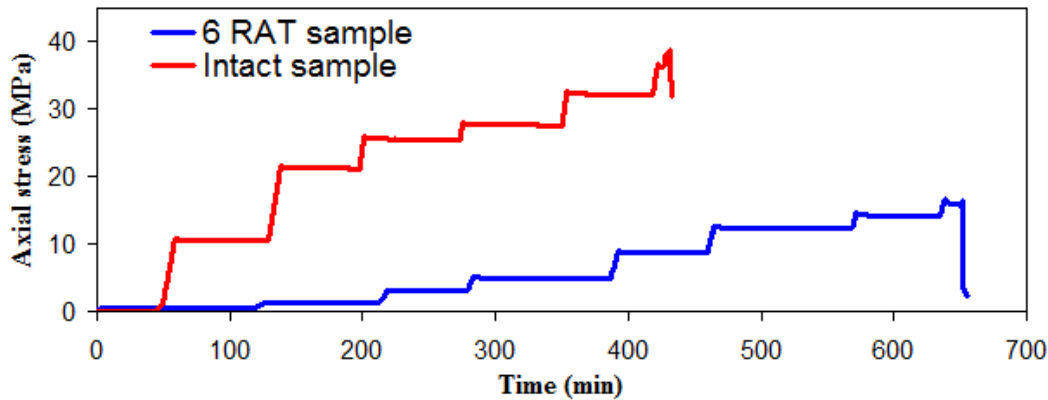
VI

Apport de la CIN

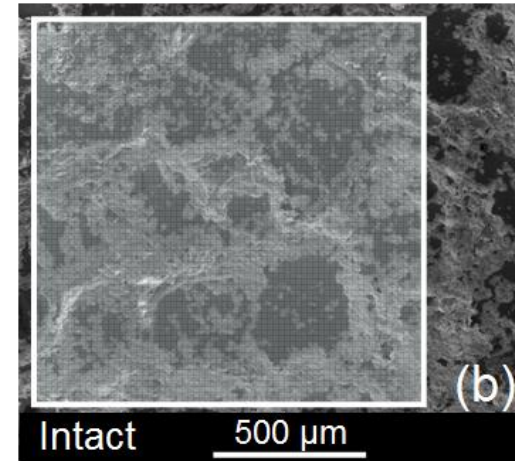
Les résultats MEB

Echelle : Micro

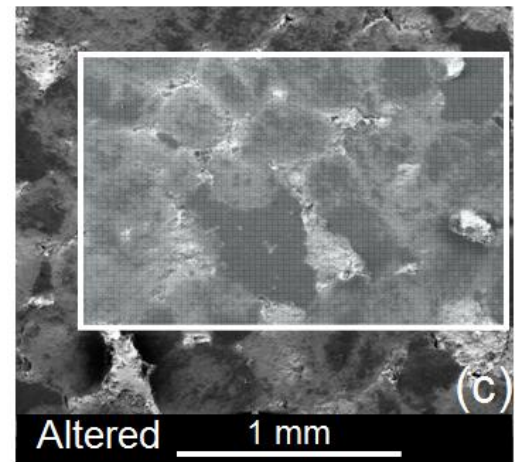
Courbes de chargement pour deux exemple de
CIN 2D MEB



Zone de la grille de
corrélation

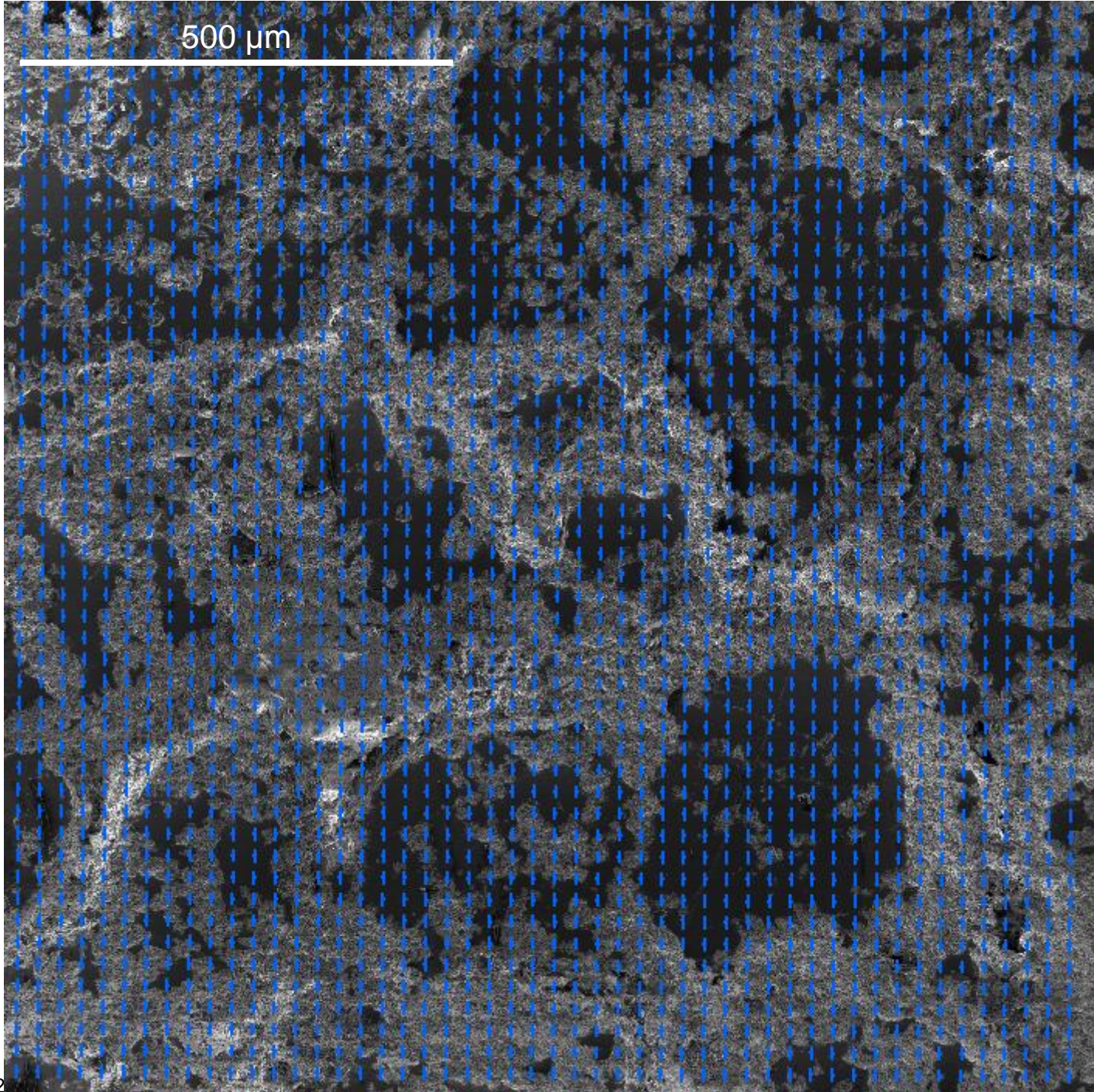


X60



X80

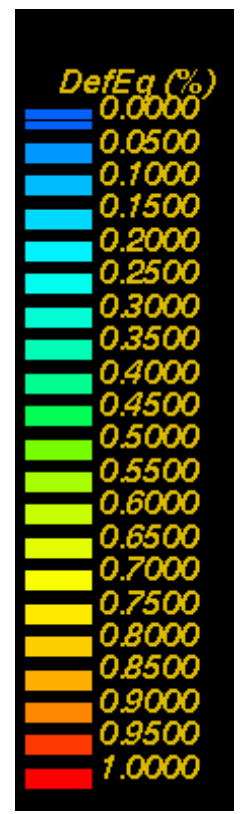
500 μm



REFERENCE

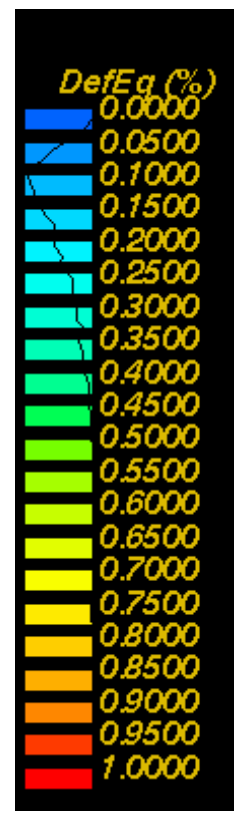
grid : 3100x3046 px

Meas. basis : 18 μm



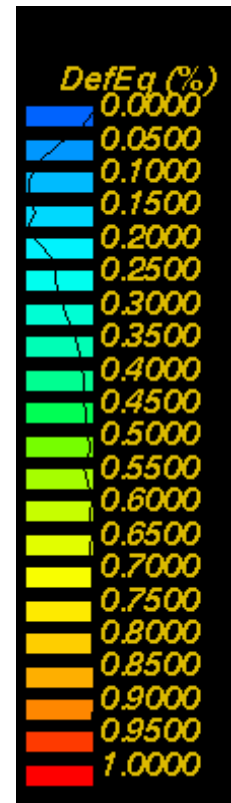
500 μm

~ 10 MPa



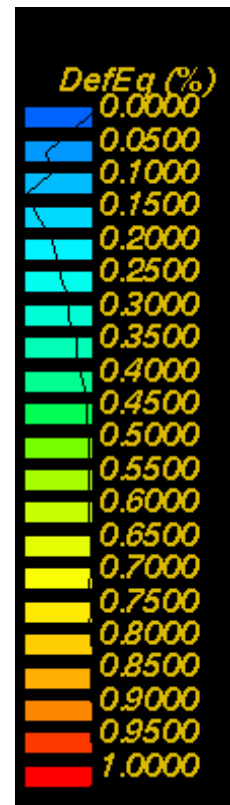
500 μm

~ 21 MPa



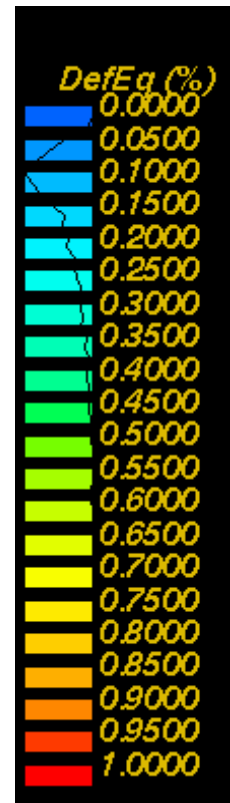
500 μm

~ 25 MPa



500 μm

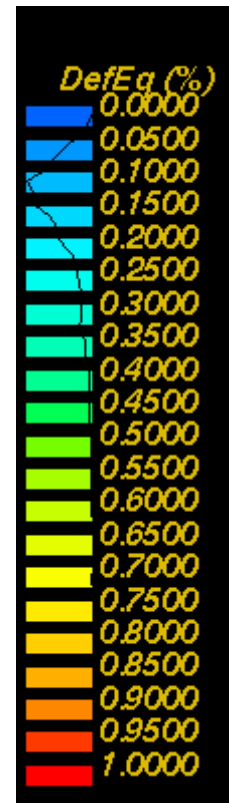
~ 27 MPa

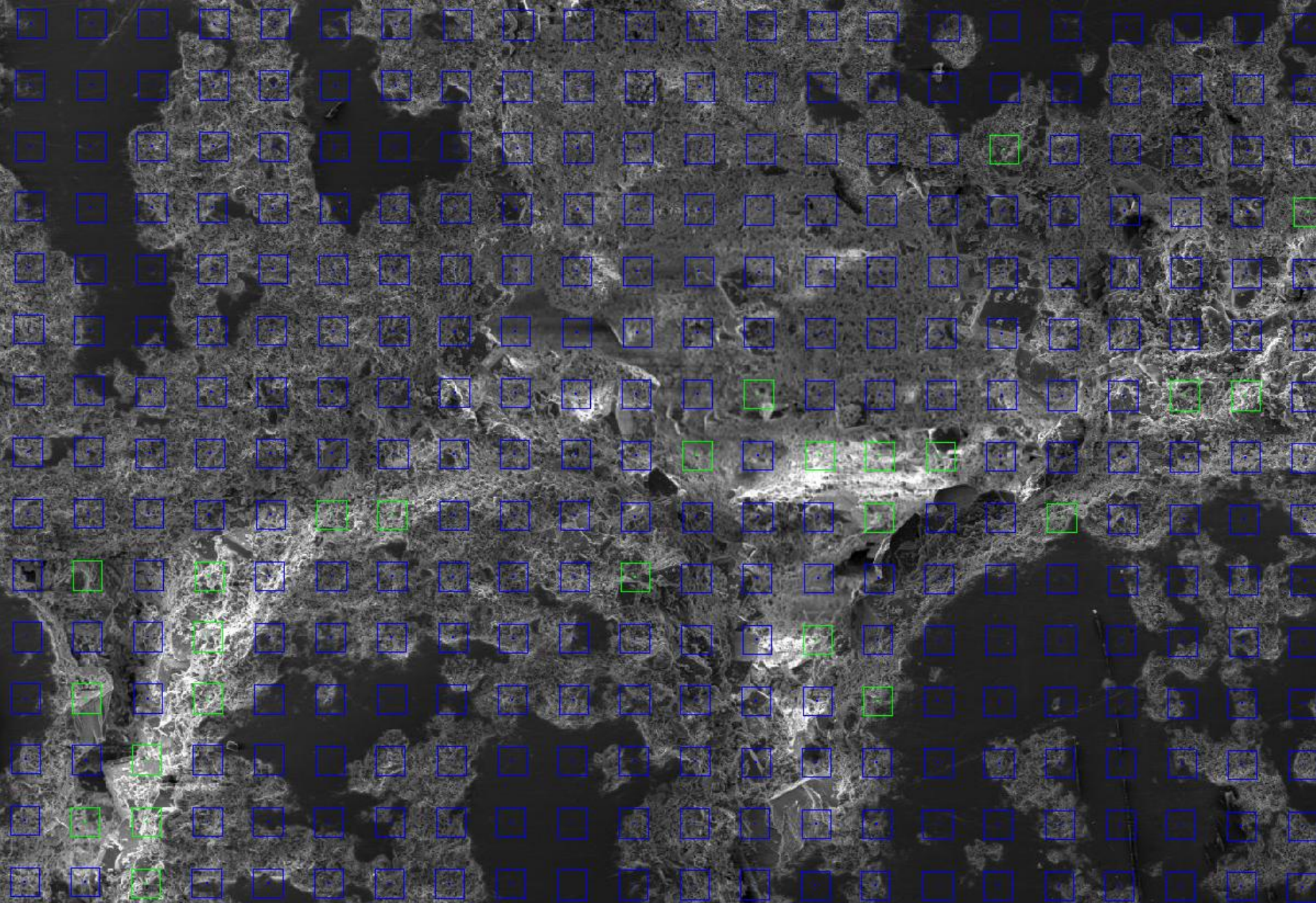


500 μm

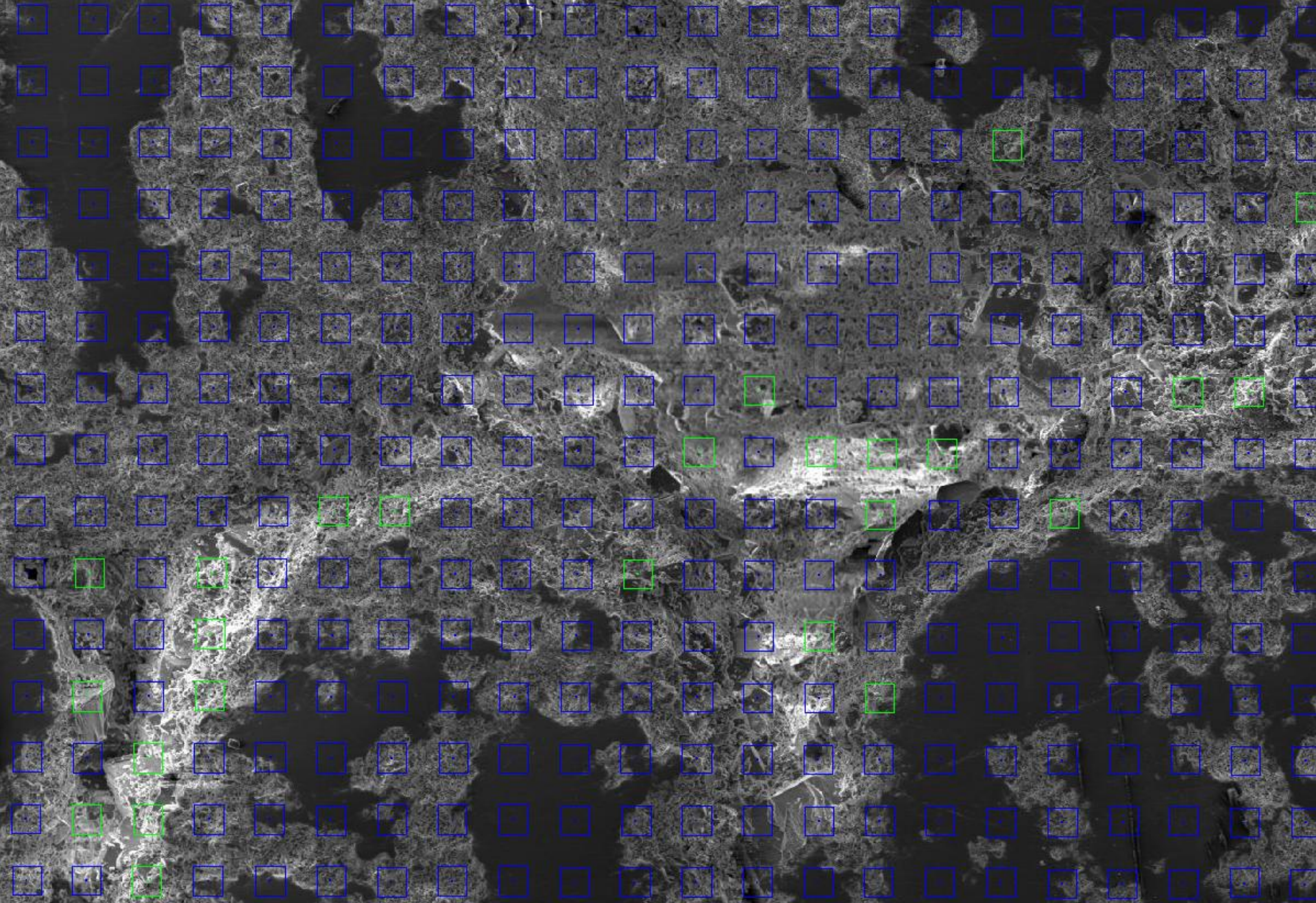
~ 32MPa

Impossibilité de mesurer les déformations globales
car trop sujet au bruit



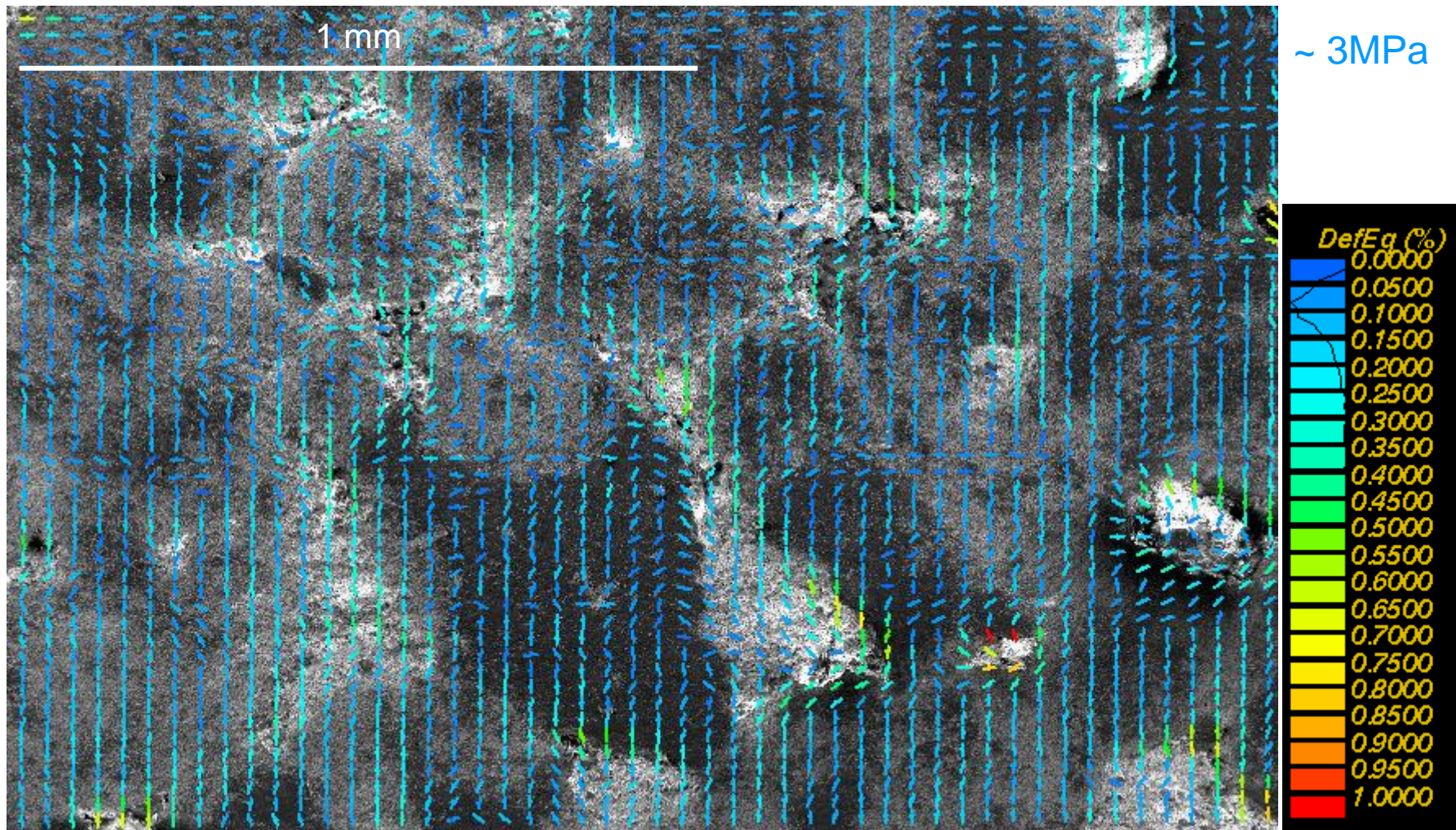


REFERENCE

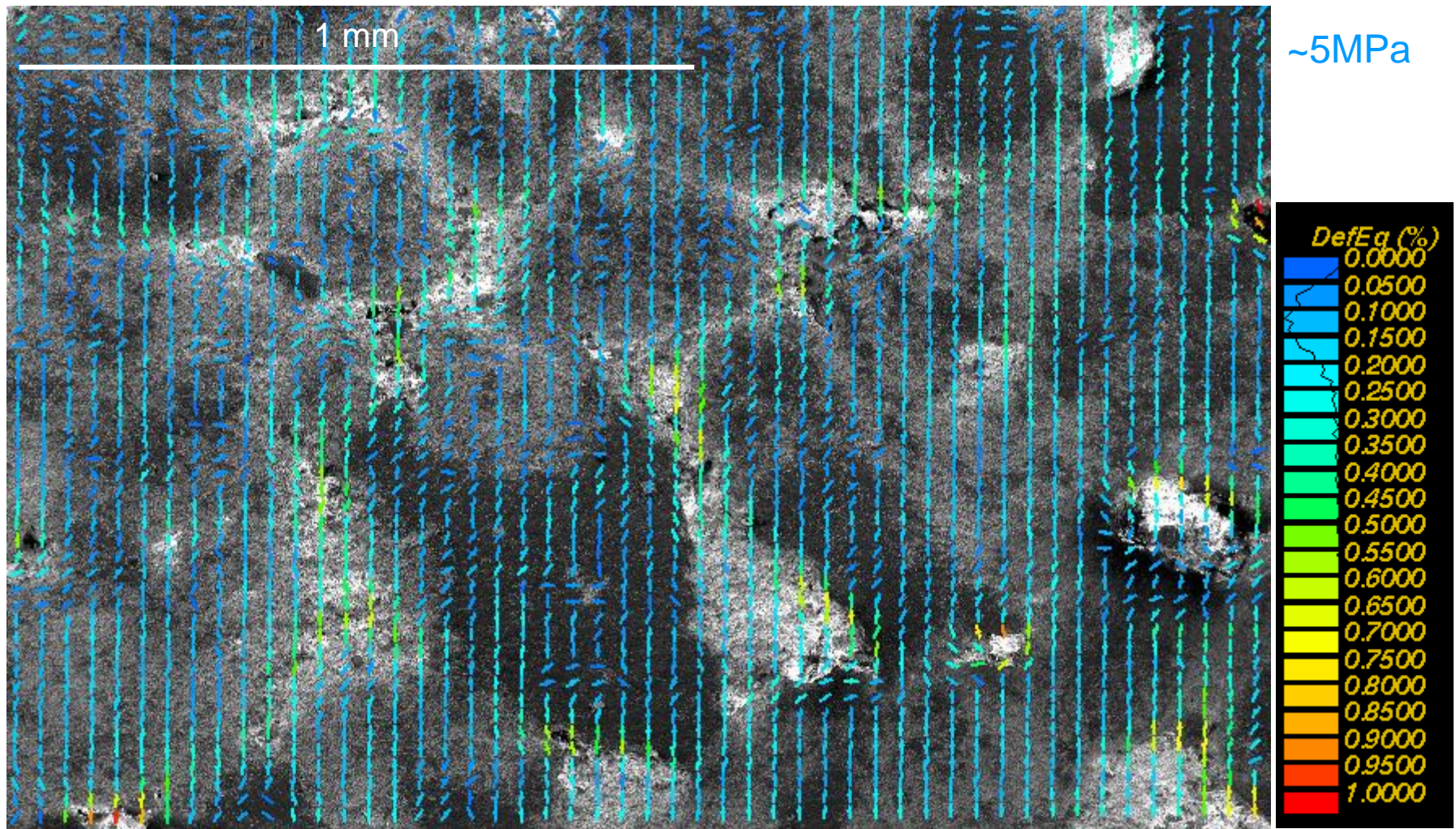


32 MPa

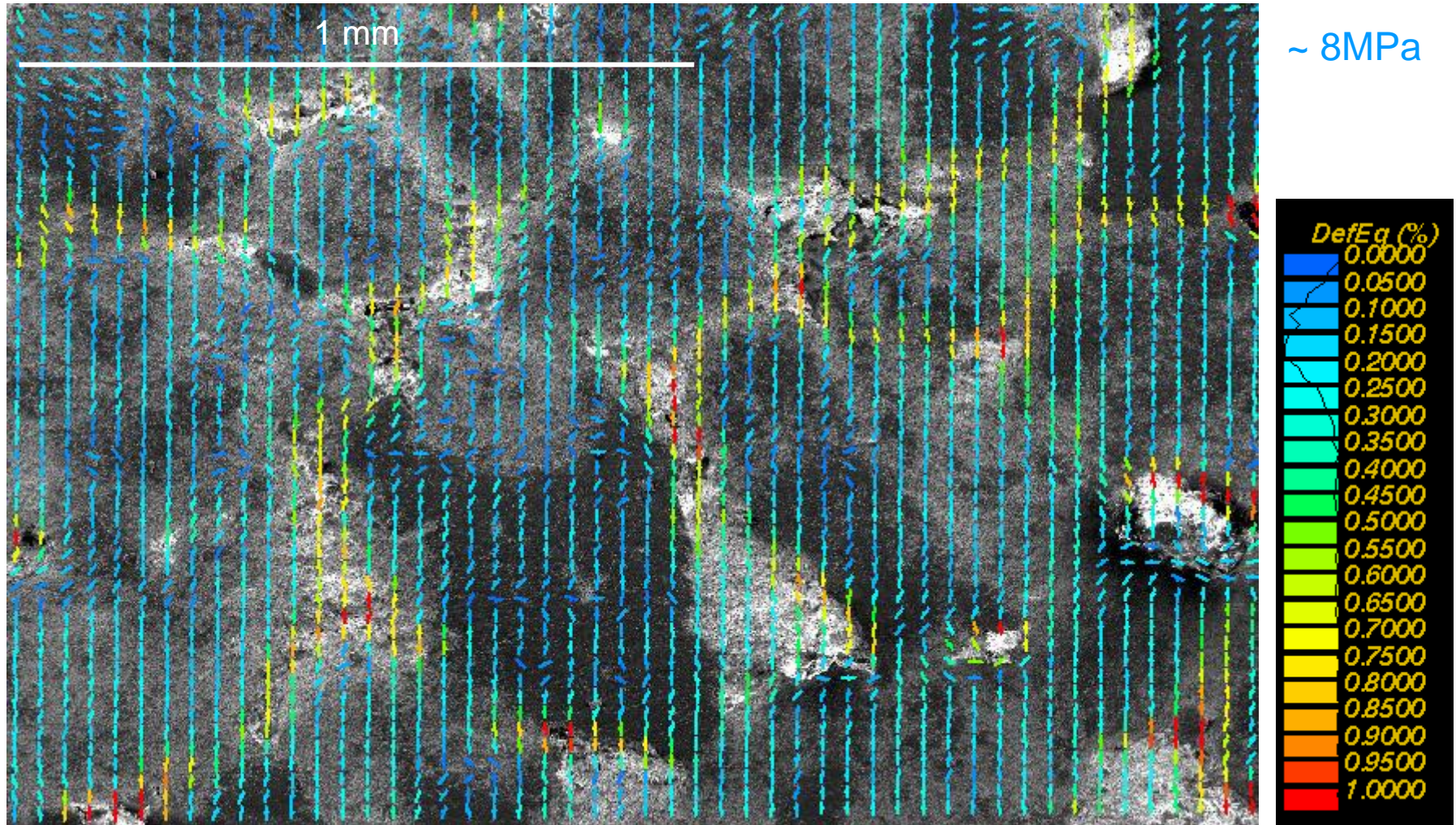
CIN 2D-MEB – Echantillon altéré 6x



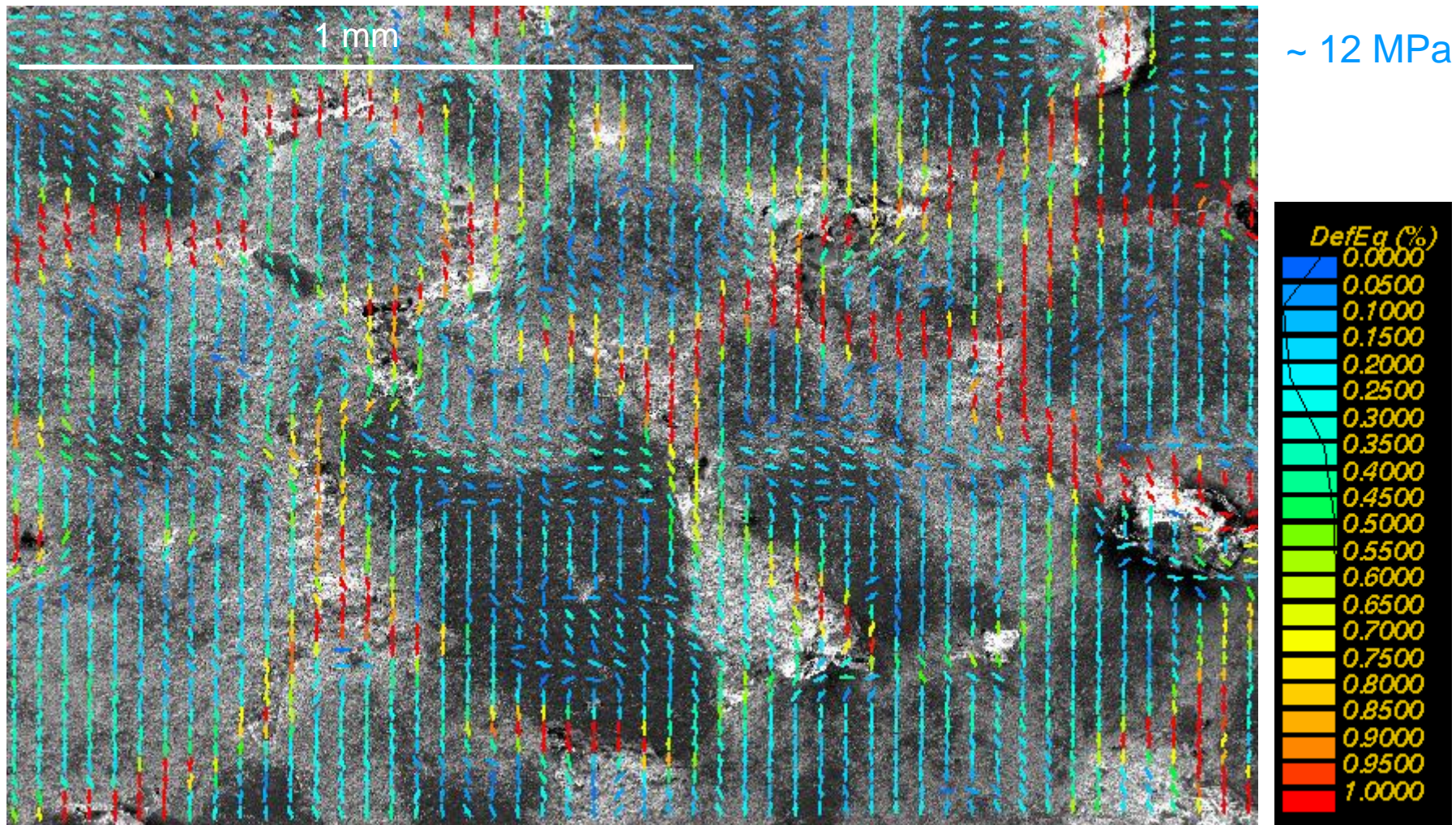
CIN 2D-MEB – Echantillon altéré 6x



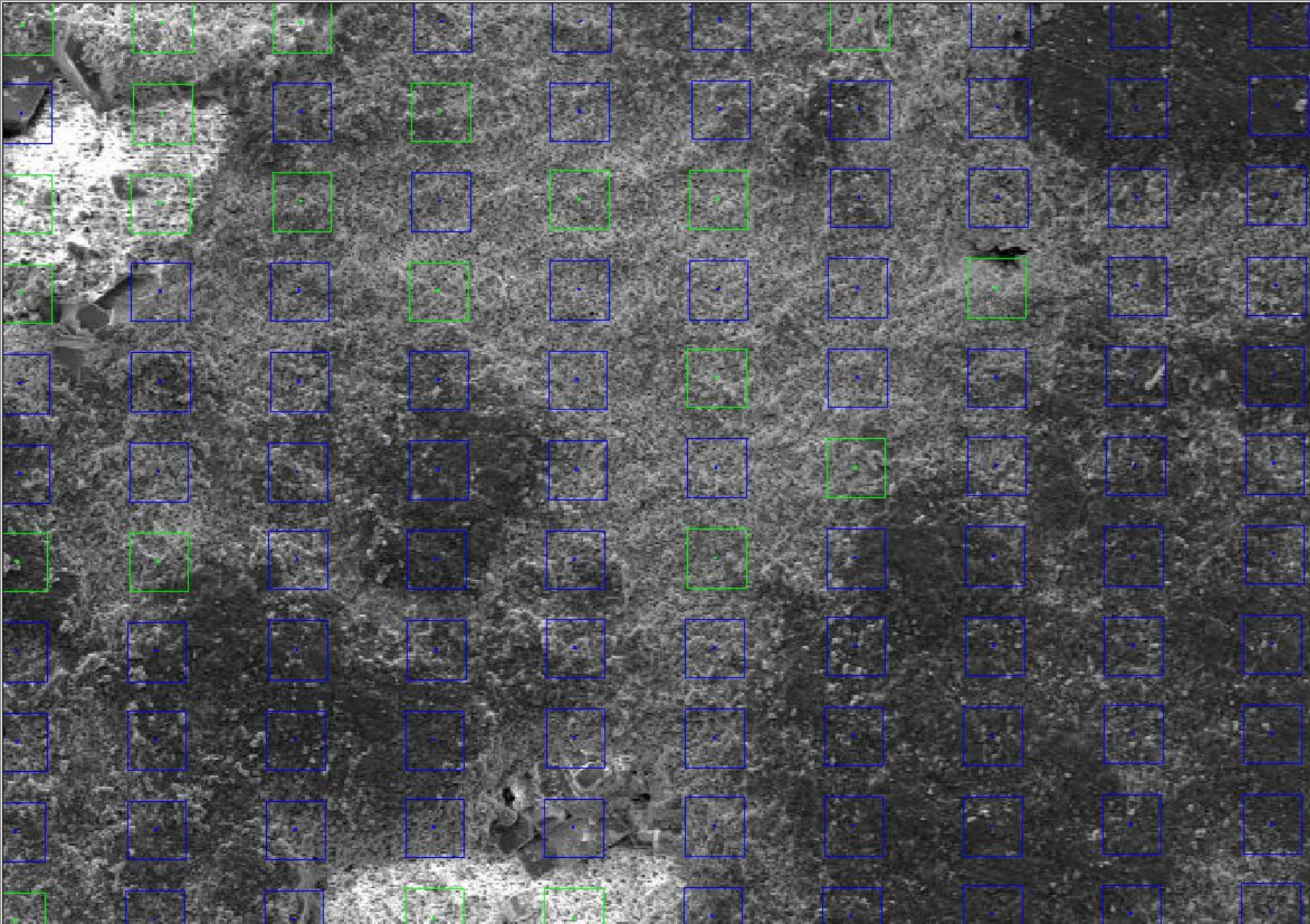
CIN 2D-MEB – Echantillon altéré 6x



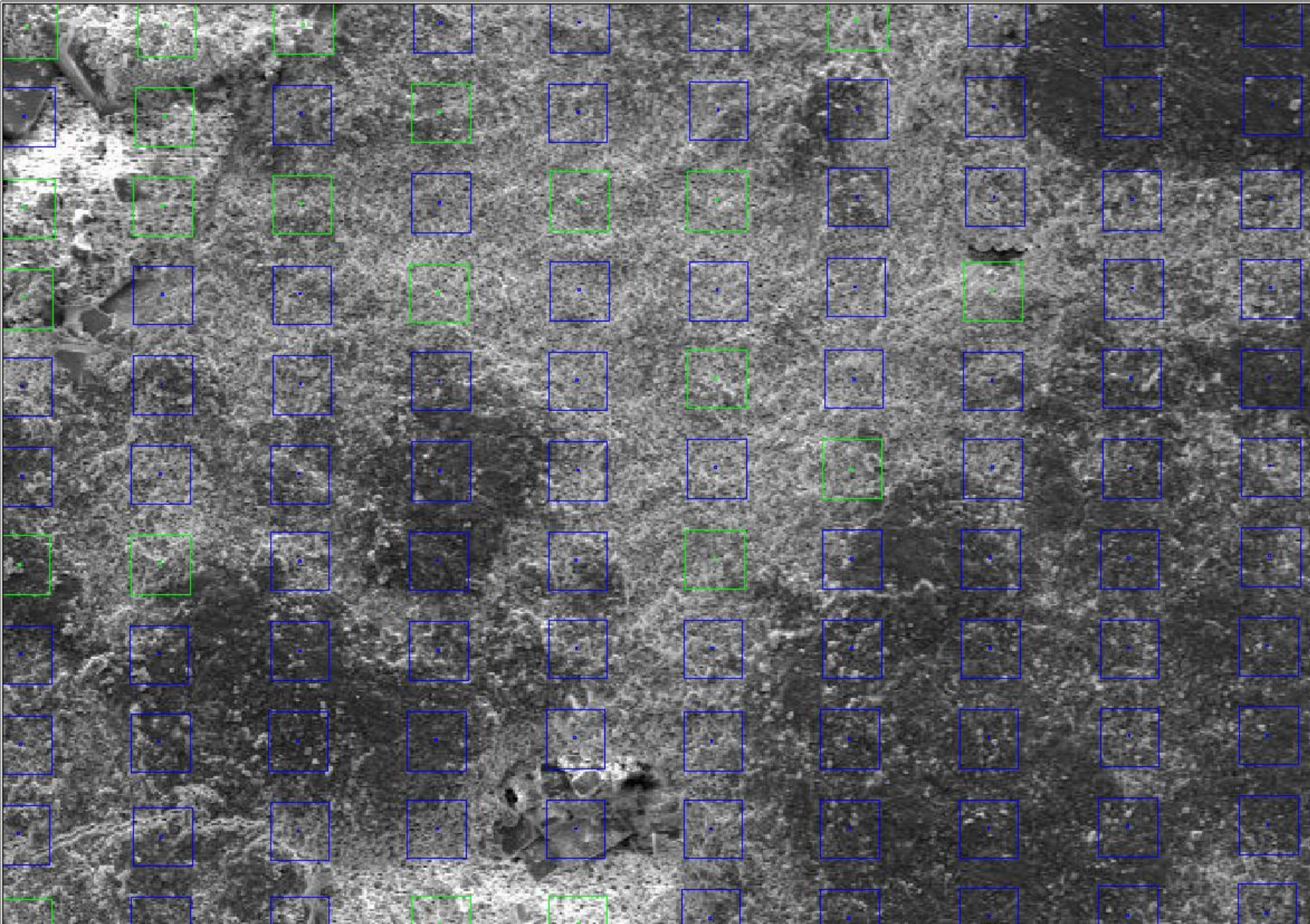
CIN 2D-MEB – Echantillon altéré 6x



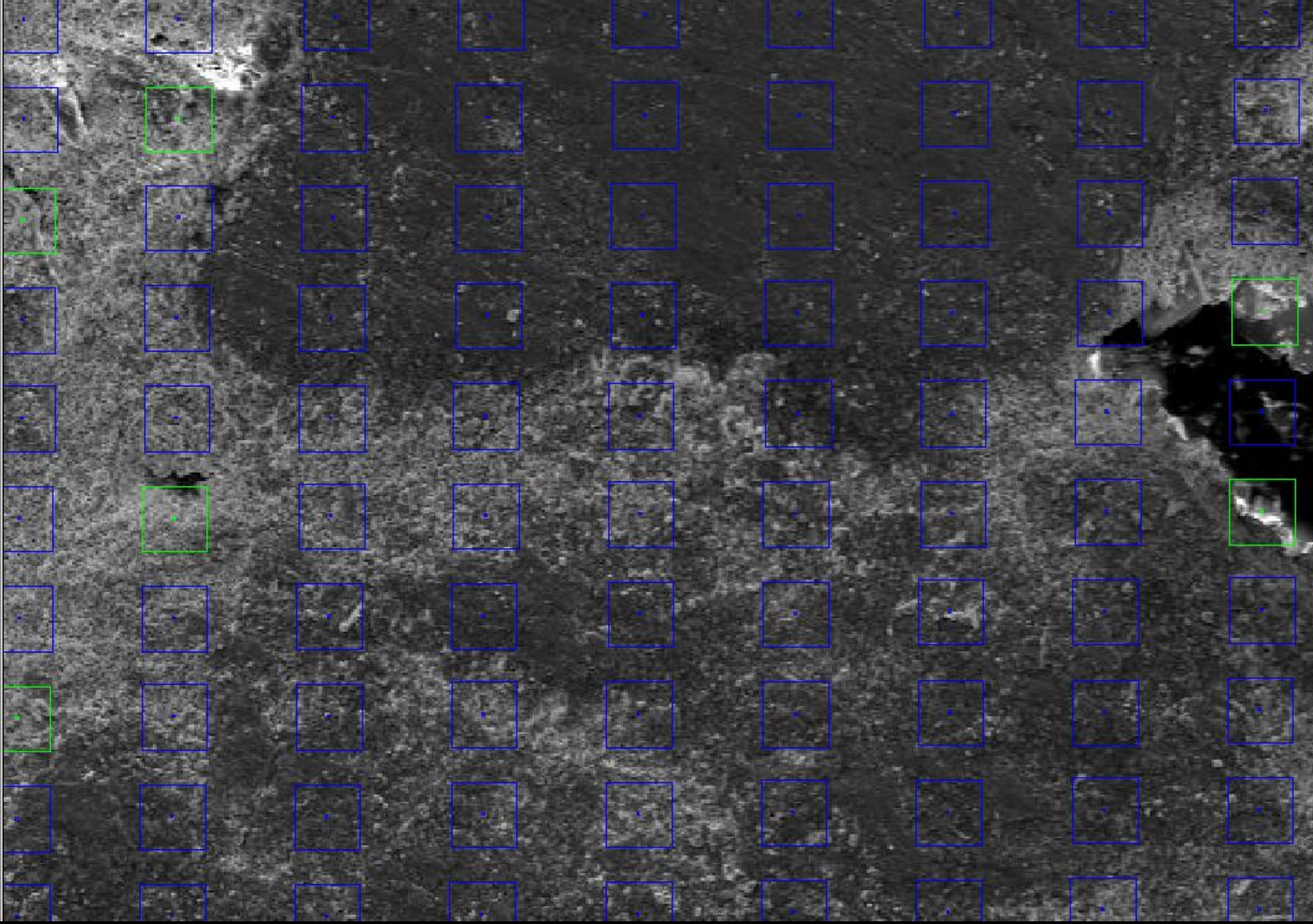
- ▶ Indices de localisation précoce de la déformation aux interfaces



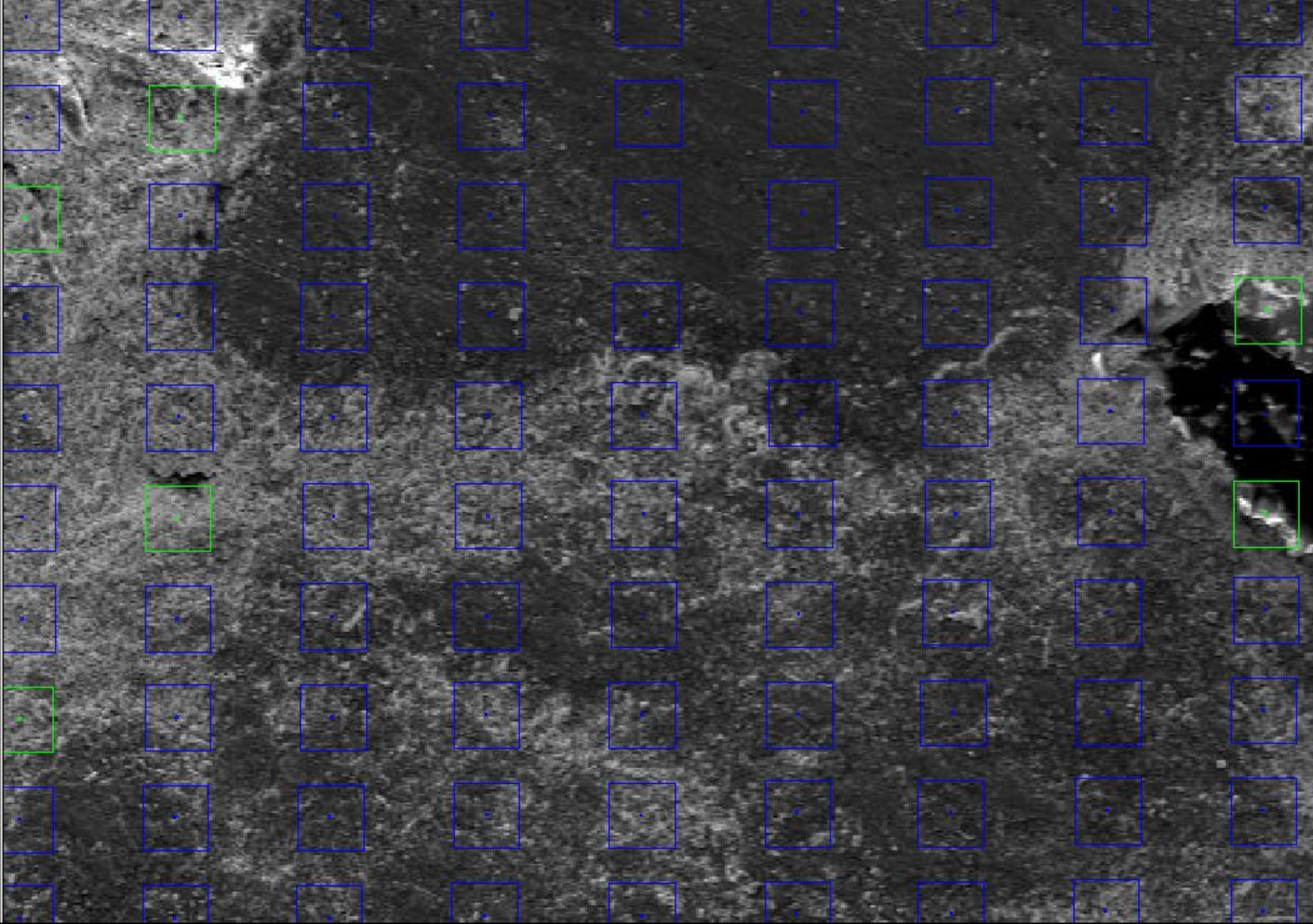
REFERENCE



12 MPa



REFERENCE

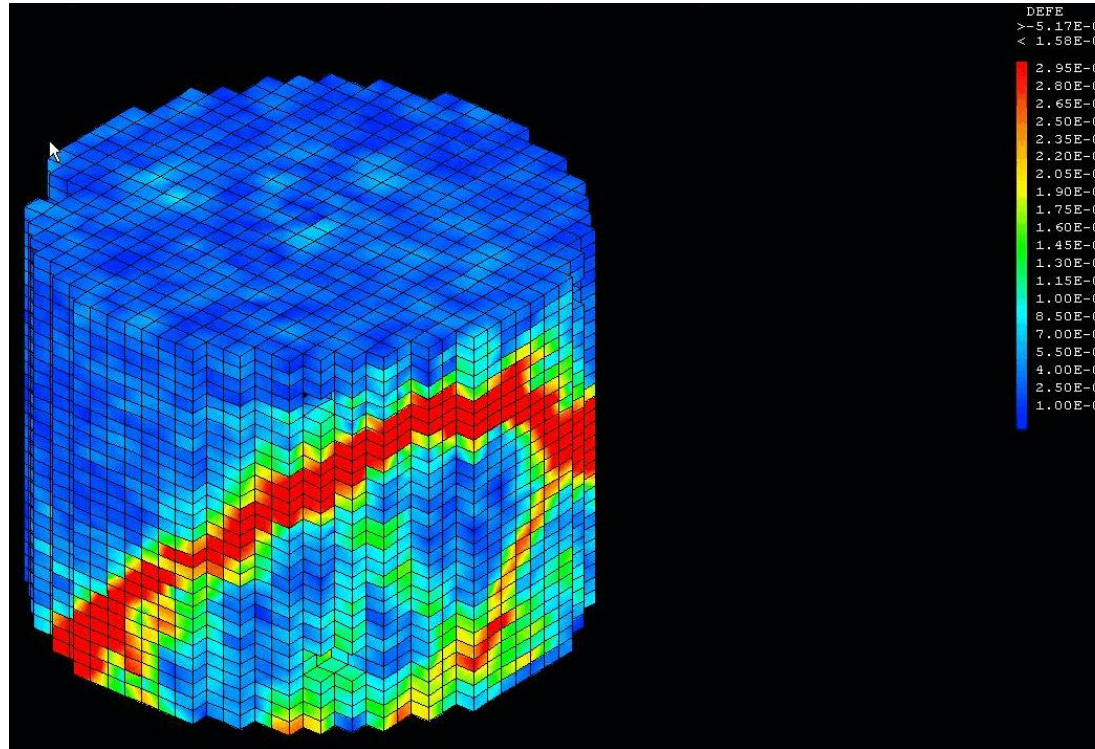


8 MPa

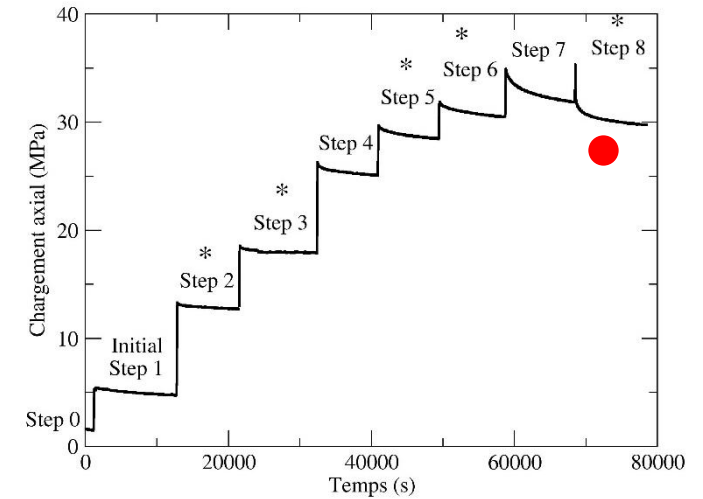


La microfracturation s'initie à l'interface
entre les grains

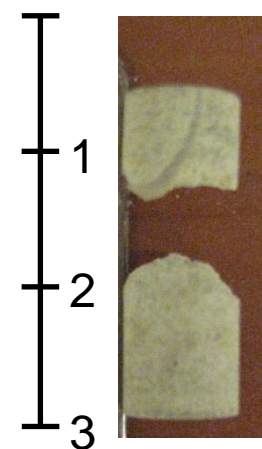
- ▶ Endommagement précoce
- ▶ A l'origine de l'adoucissement
mécanique macroscopique ?



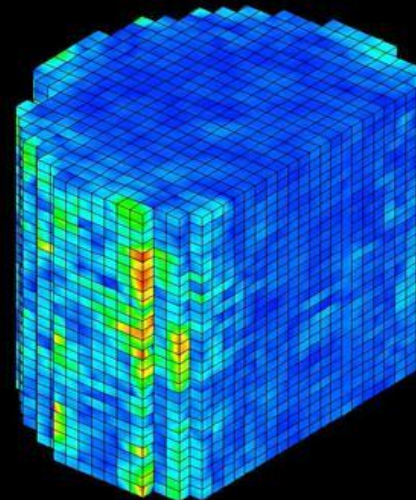
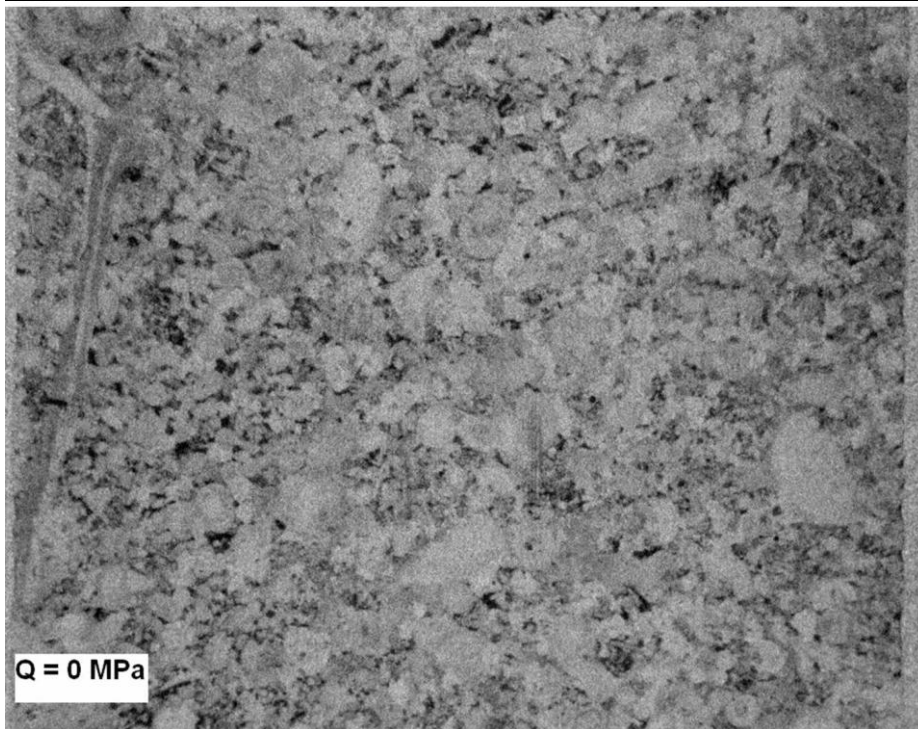
- Localisation à la rupture en bande
- Bande de cisaillement
- Bien visible en sortie d'échantillon



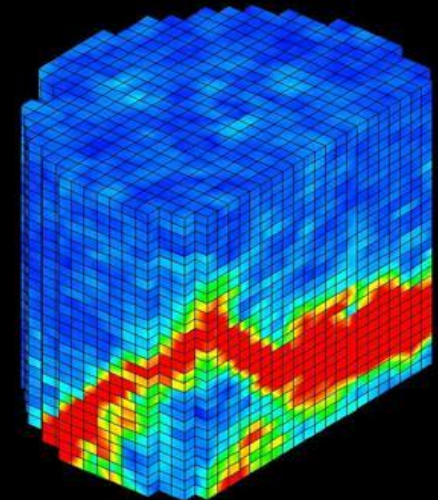
cm



INTACT



31 MPa



Failure = 36 MPa

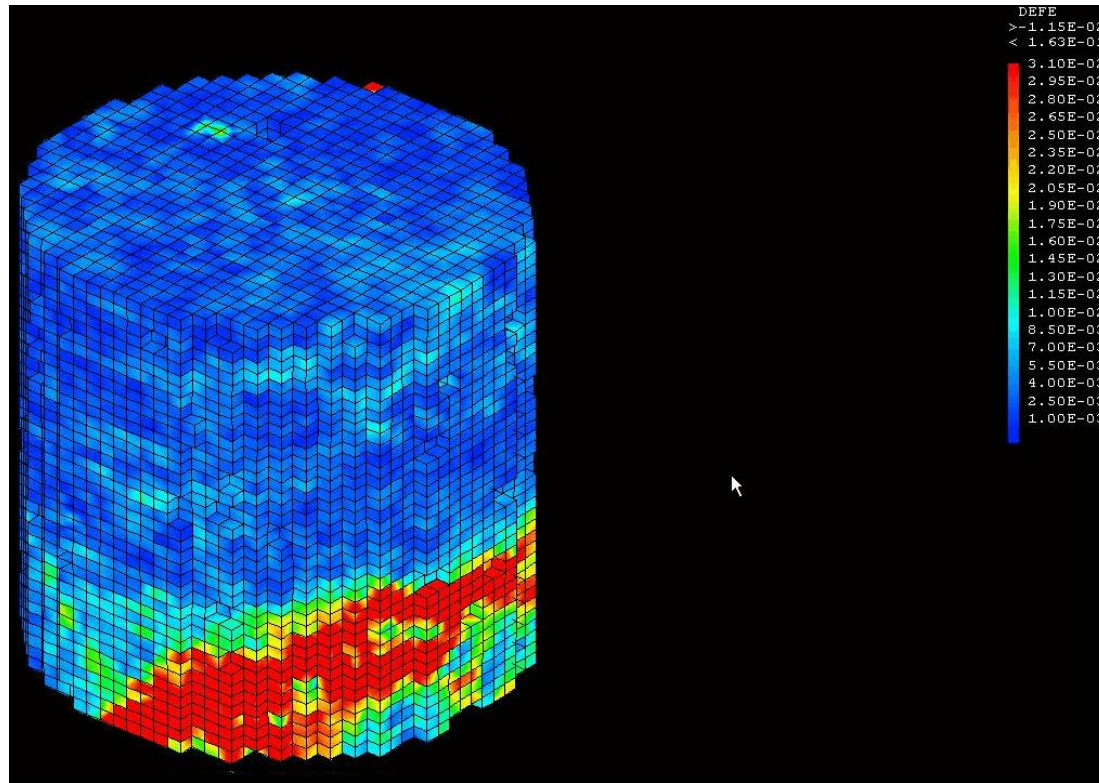
3%

2%

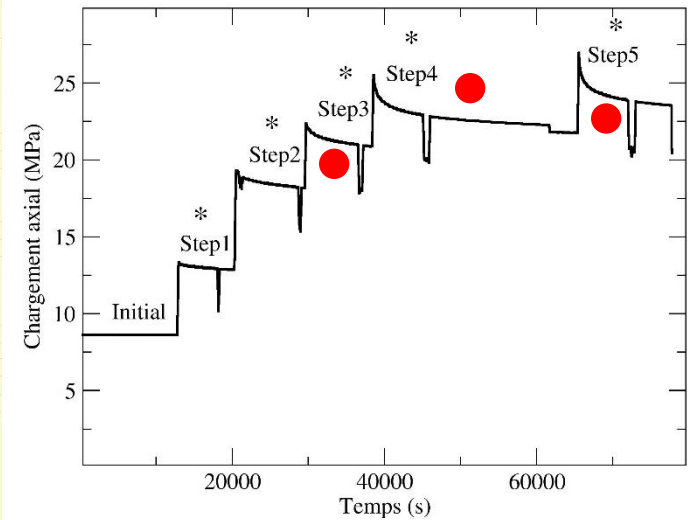
1%

0,1%

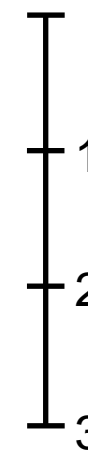
 ϵ_{eq}



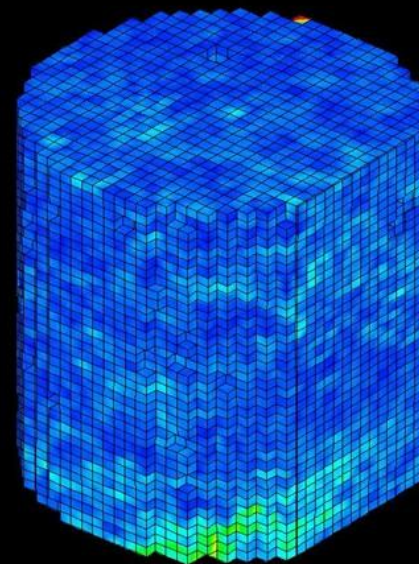
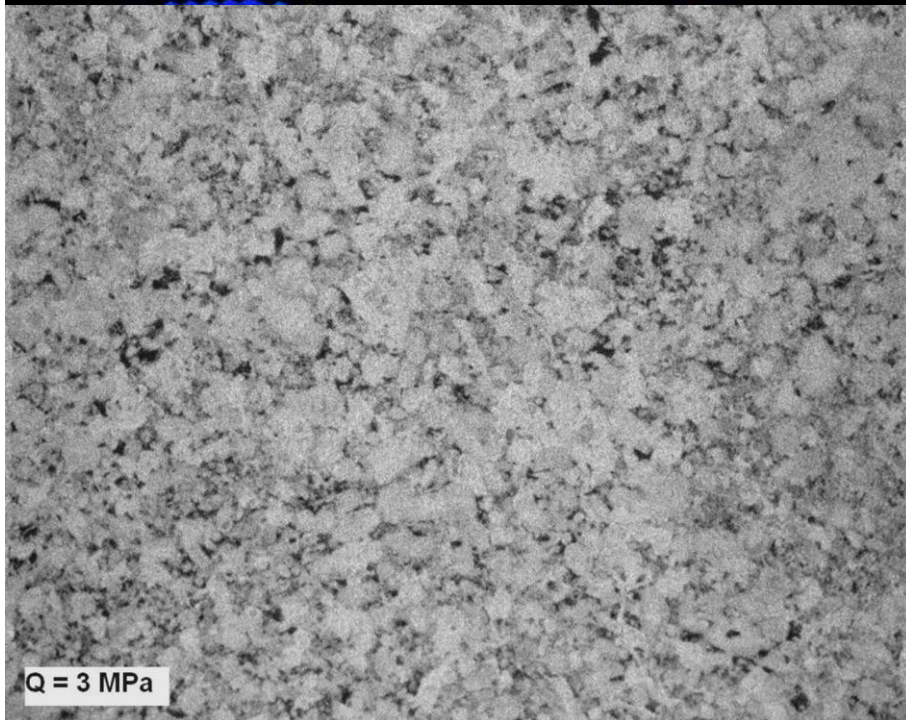
- Localisation des déformations en bande
- Bande de cisailure en 4ème quart de volume pour la rupture



cm

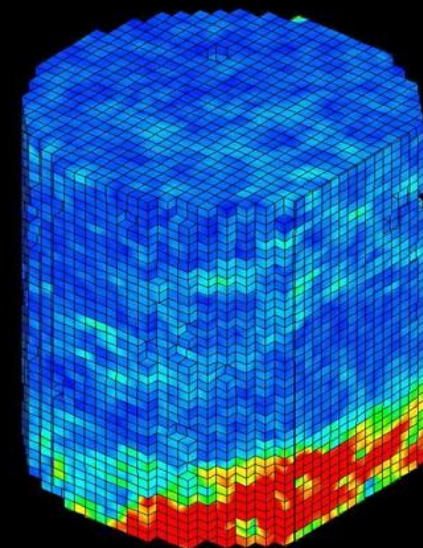


3 RAT



26 MPa

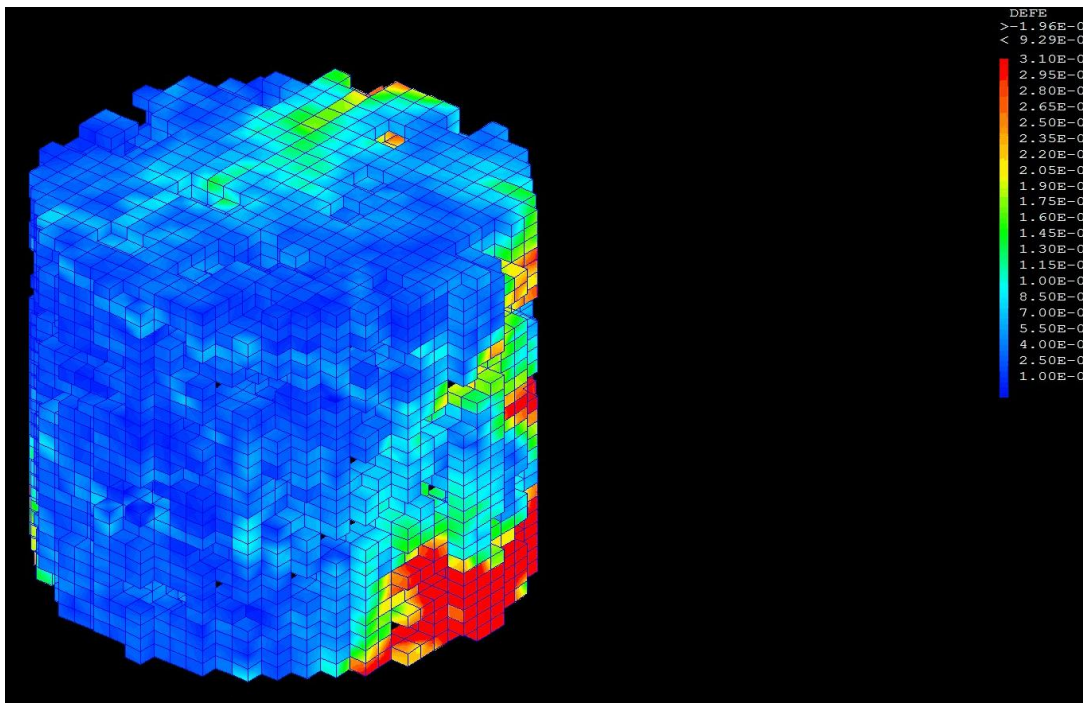
1%



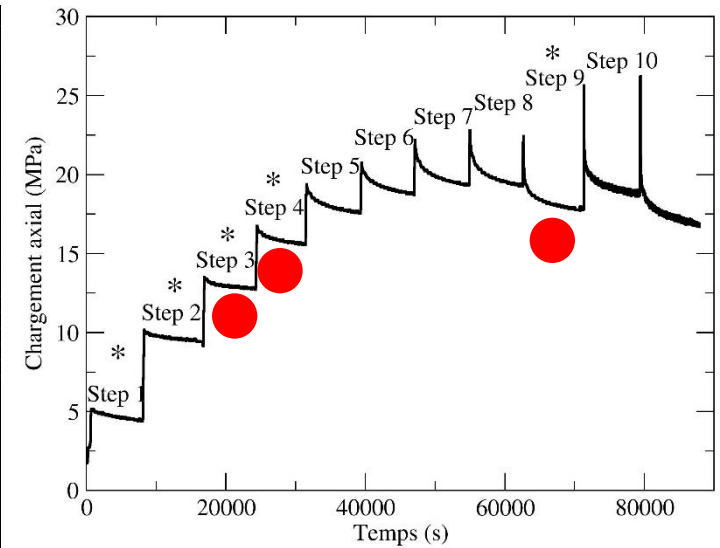
27 MPa

0,1%

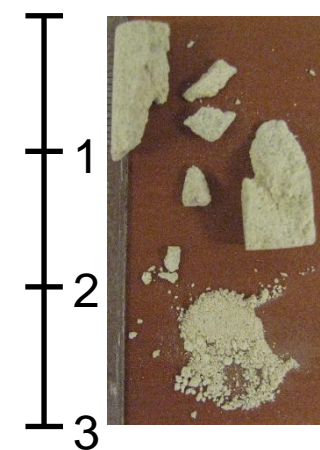
 ϵ_{eq} 



- Localisation en bande large
- Localisation de la déformation locale
- îlots dans la bande de non déformation
- Prend une forme de bande
- Impossibilité de voir un mouvement relatif block à block



cm

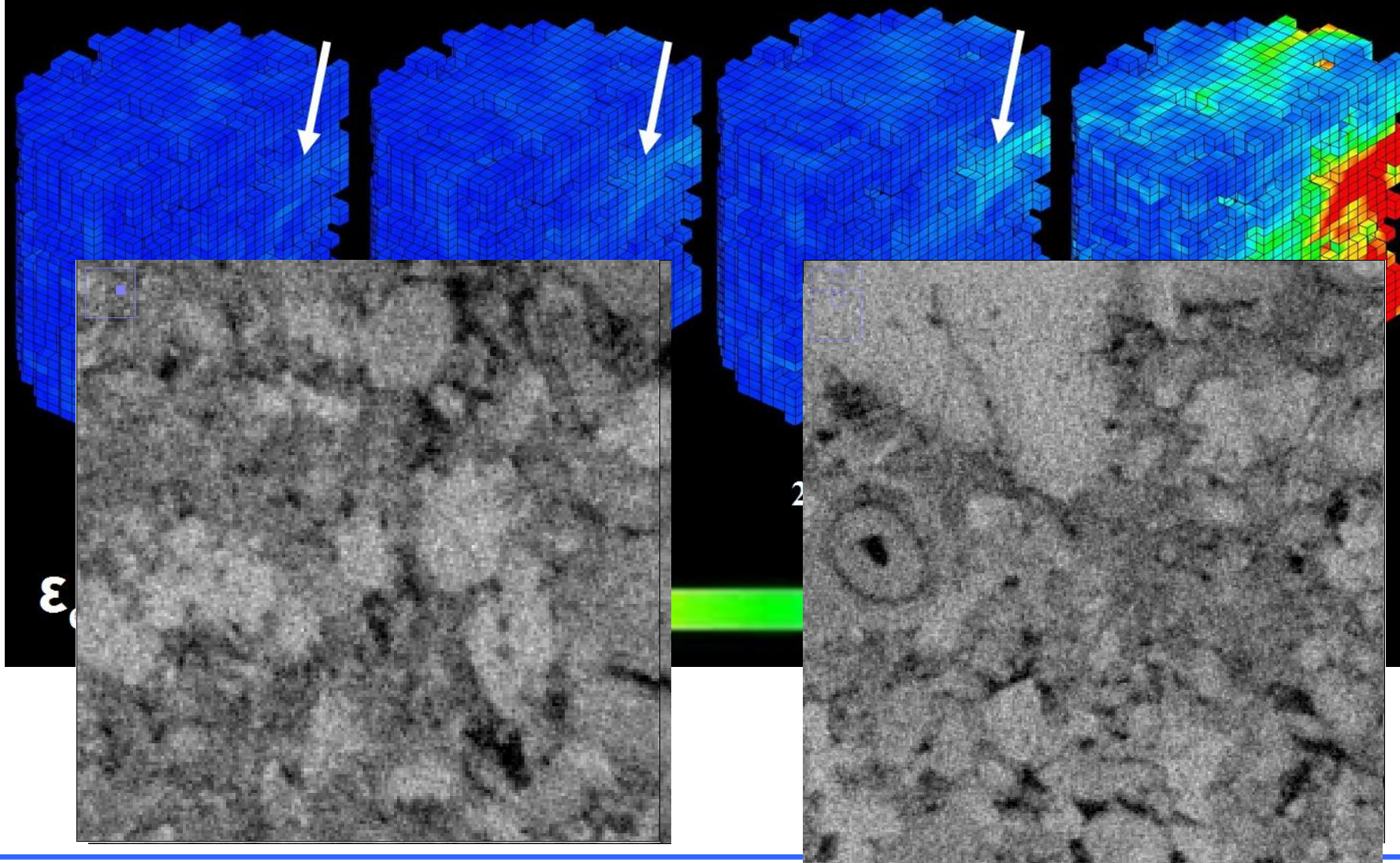


Echelle :
Meso/micro

Les résultats en microtomographie triaxiale

Altéré 6x- 5 MPa

Altéré 6x



Intro

I

II

III

IV

V

VI

Synthèse

	Triaxiaux macroscopiques		CIN Optique Uniaxial		CIN Triaxiale microscopique	
	E	Q*	E	Q*	E	Q*
Sain	22,0	32,4	33,2 et 24,5	30,8	24,5	31
Altéré 3x	19,2	31,6	7,0	22,5	15,3	22
Altéré 6x	15,1	23,8	12,5 et 4,7	16,7	9,5	18

⇒ On retrouve aux trois échelles et avec les trois méthodes la diminution du modules d'Young

⇒ Bonne cohérence entre les valeurs absolues de ce module

Conclusions et perspectives I

Notre approche multi échelles et multi méthodes nous a permis de mettre en évidence une évolution de notre carbonate d'un point de vue pétrophysique, microstructural et mécanique.

Les évolutions pétrophysiques :

- Les évolutions chaotiques de perméabilité sont expliquées par :
 - La présence de particules fines bloquées dans la porosité mises en évidence de façon directe (μ -tomo) et indirect (HORIBA)
- Les résultats de soustraction d'image et d'analyses microstructurales montrent que l'altération peut être hétérogène localement
- La majorité de la dissolution doit se faire dans la micrite, mais la limite de résolution de nos méthodes ne permet pas de le montrer de façon directe

Les évolutions des propriétés mécaniques macroscopique :

- Diminution des modules mécaniques avec l'altération
- Diminution « hors modèle » du module de cisaillement
- Transition du domaine de rupture fragile à un domaine de rupture ductile avec l'altération

Conclusions et perspectives II

Application de la CIN 2D :

- Fonctionne aux deux échelles
- la localisation accentuée par l'altération
- de la microfracturation précoce à 6 cycles d'altération
- Modules obtenus cohérents avec les essais macroscopiques

Application de la CIN 3D :

- Application de la pression de confinement (5 et 10 MPa) fonctionnel
- Mise en évidence de divers processus d'accommodation à 5 MPa :
 - bande de cisaillement classique à l'état sain
 - bande à caractère cisailant-compactant à 3 cycles d'altération
 - large bande compactante à caractère d'effondrement de pores à 6 cycles d'altération
- Modules obtenus cohérents avec les autres échelles

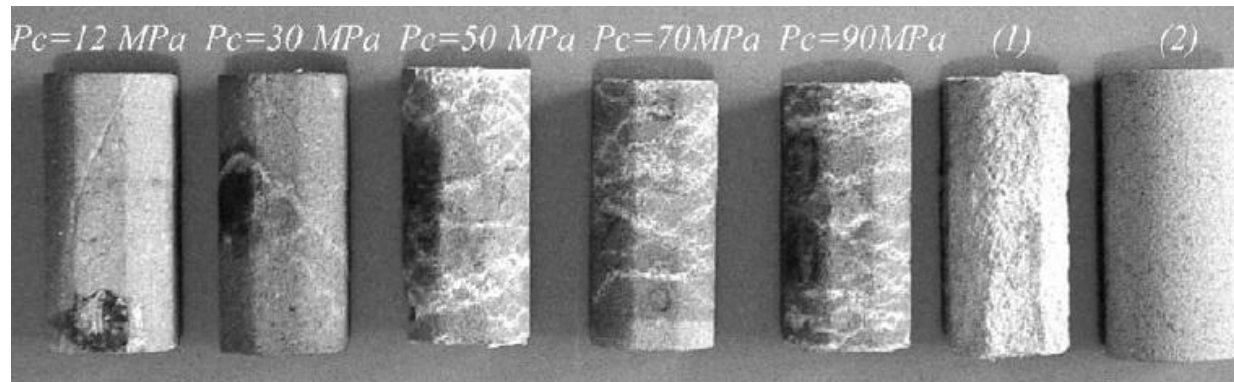
=> Utilisation des observations pour les modèles d'homogénéisations

=> Nécessité d'appliquer une pression de pore et réaliser des mesures de perméabilité pendant le chargement

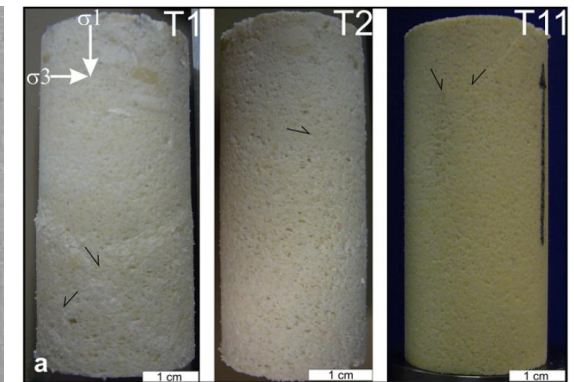
Intro	I	II	III	IV	V	VI
-------	---	----	-----	----	---	----

Merci de votre attention

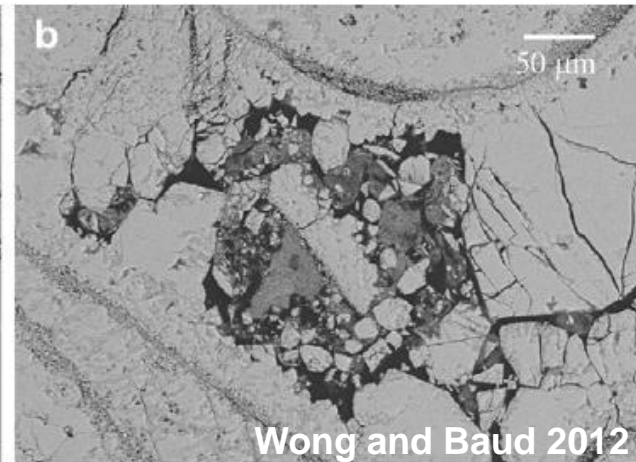
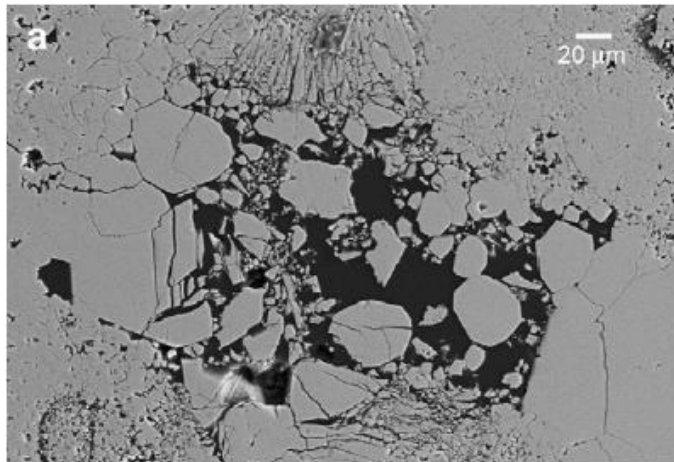
Analyses géomécaniques sur des matériaux sains



Fortin *et al.*, 2005



Cilona *et al.*, 2012



Wong and Baud 2012

Indices d'effondrement de pore dans le calcaire "Indiana"

- Nécessite une méthode qui permette d'observer la localisation de ces mécanismes précédant la rupture à une échelle fine

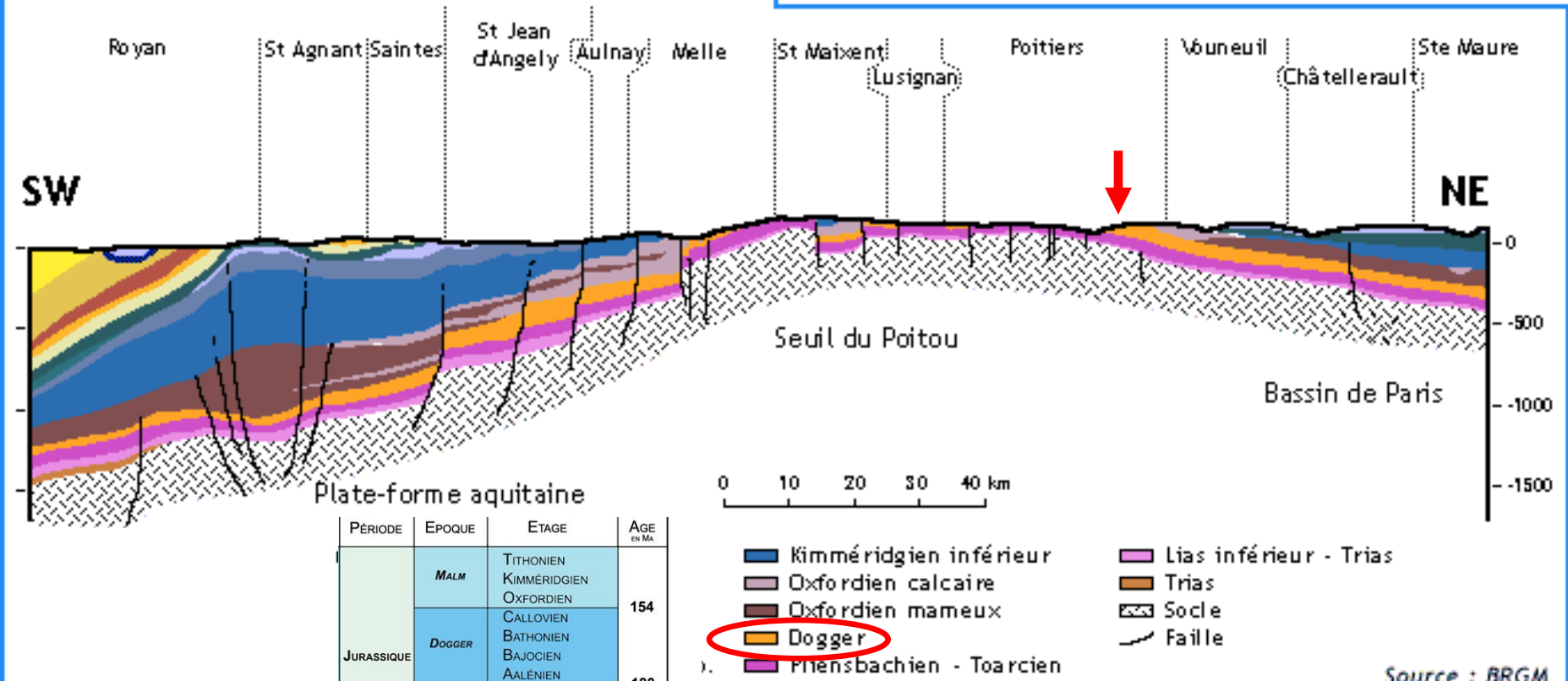
Situation géologique du matériau



Calcaire de Lavoux :

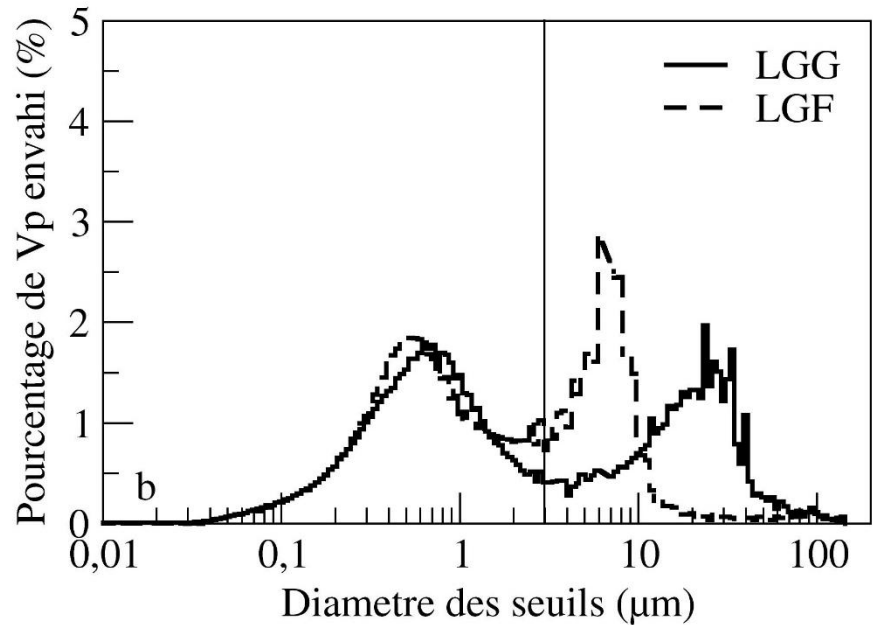
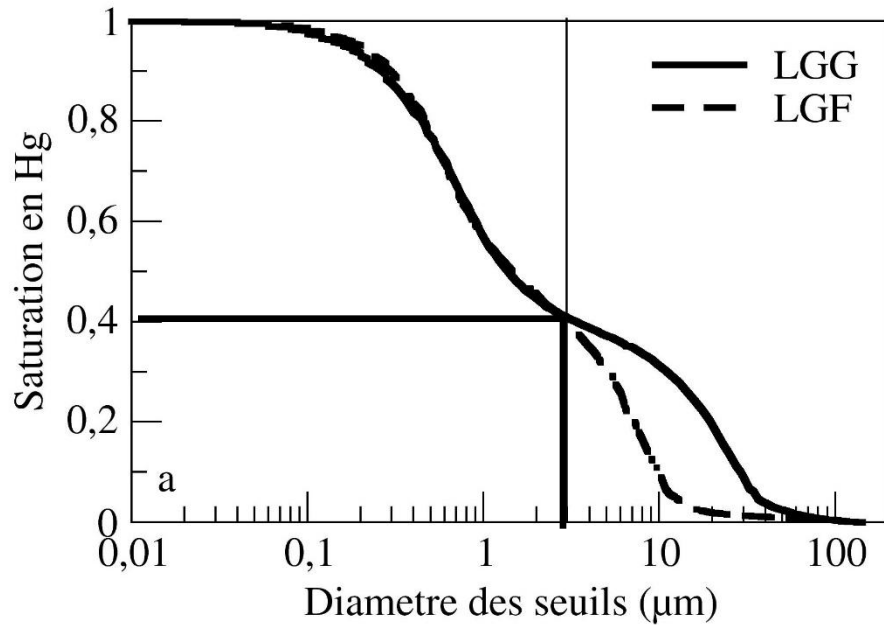
- Seuil du Poitou
- Faible profondeur d'eau
- Barrière (Guillocheau, 2000)

COUPE SCHÉMATIQUE SW-NE DE LA RÉGION POITOU-CHARENTES



Source : BRGM

Porosimétrie mercure et perméabilité

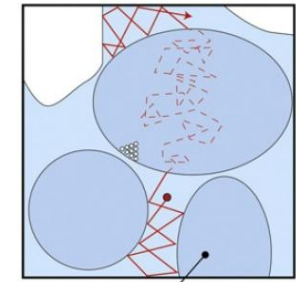
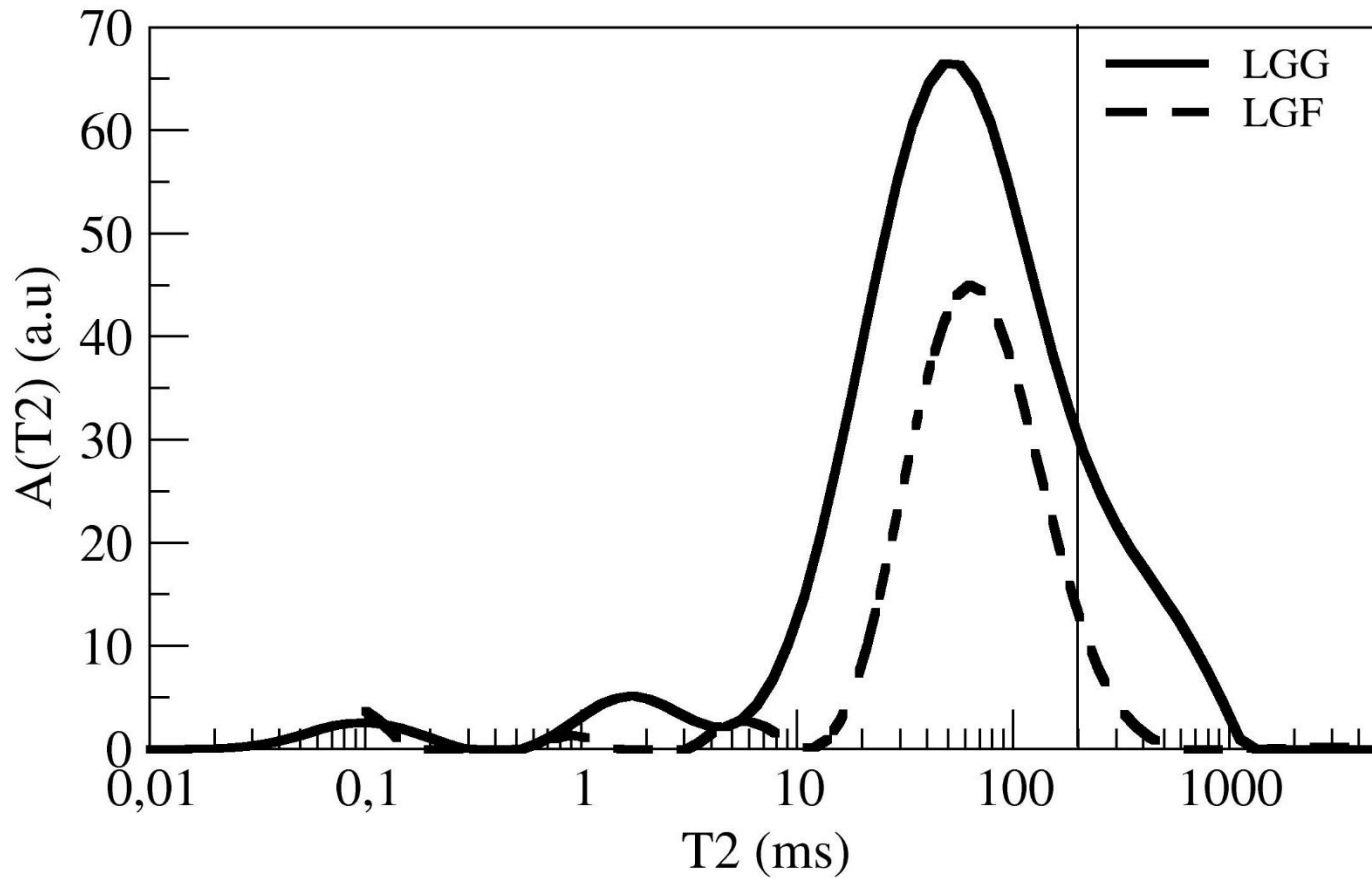


	<i>Saumure (mD)</i>	<i>Mercure : Thomeer (mD)</i>
<i>LGG</i>	105	129
<i>LGF</i>	17	23

Conditions d'acquisition et incertitudes

	Optique	MEB	μ -tomo
• Taille de domaine de corrélation	50 x 50 pxl	50 x 50 pxl	30 x 30 x30 vxl
• Taille de grille	100 x 75 pts	Adaptée	30 x 30 x 30 pts 40 x 40 x 40 pts
• Incertitude théorique sur la déformation macroscopique	$\sim 10^{-7}$	$\sim 10^{-5}$	$\sim 10^{-6}$
• Limitations pratiques	Mvt. hors plan	Mvt. hors plan Fluctuation de balayage	Erreur de reconstruction
• Incertitude finale sur les déformations locales	$\sim 10^{-4}$	$\sim 10^{-3}$	$\sim 5 \cdot 10^{-4}$

RMN



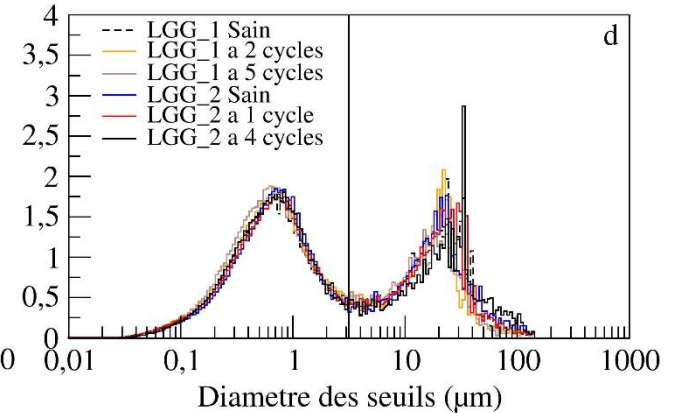
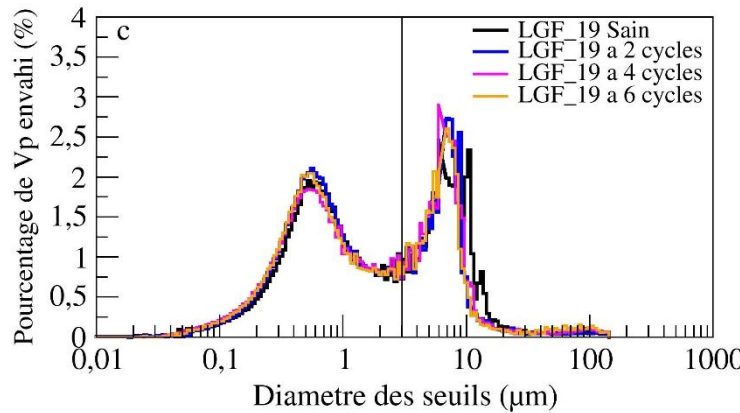
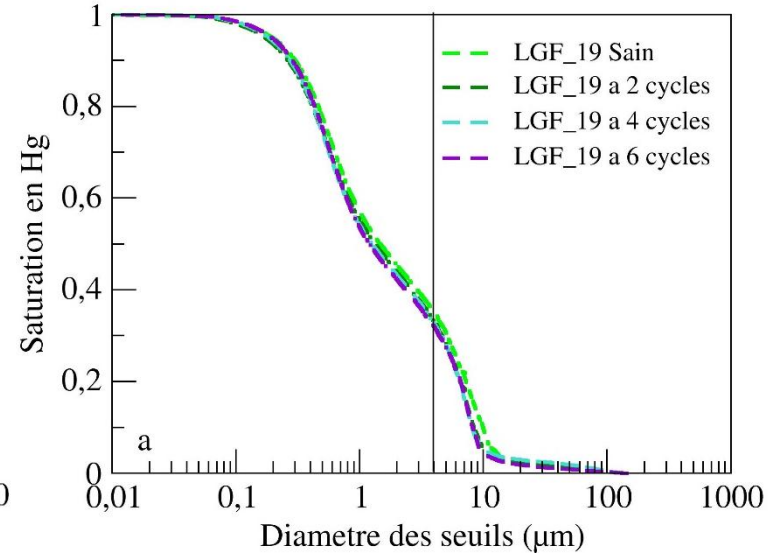
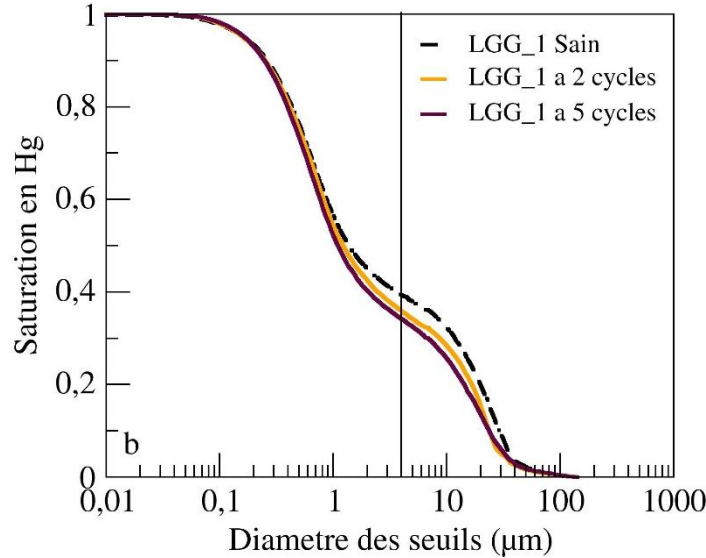
Grains micro/meso poreux

-> couplage
diffusif entre
les porosités

D'après B. Vincent et al. (2011)

IMHP

- Pas de tendance nette observée
- Précipitation locales en entrée de seuil ?
- Dissolution plus forte dans les pores ?

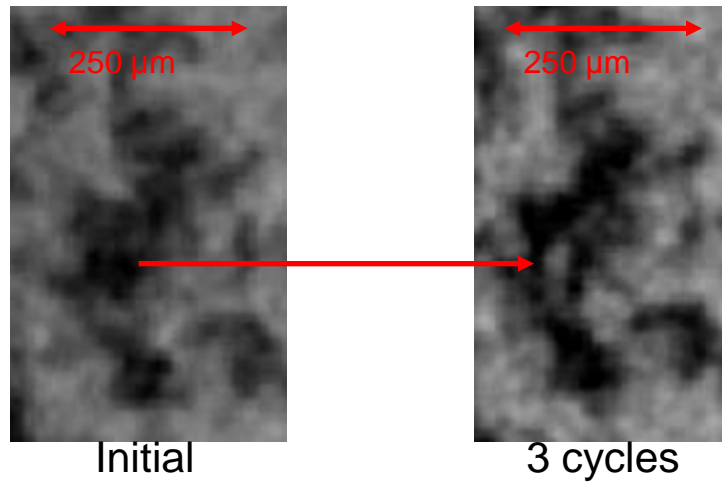


Perméabilité

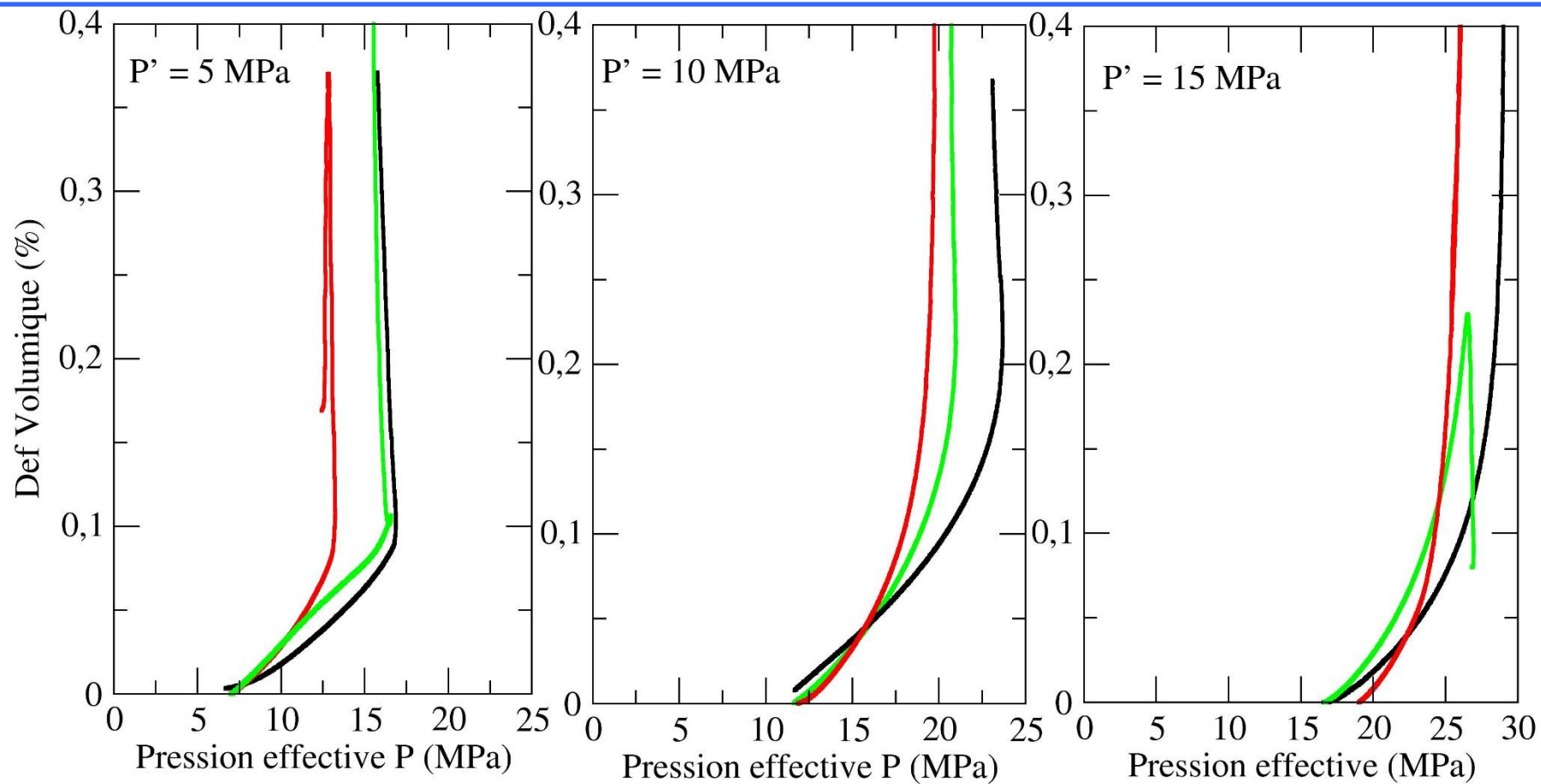
<i>Nom</i>	<i>Perméabilité initiale</i>	<i>Porosité scanner</i>
LGG_7	86,5	23,0
LGG_9	96,5	22,4
LGG_10	137,1	22,9
LGG_18	110,8	22,5
LGG_1	94,0	24,0
LGG_2	108,0	23,7

<i>Nom</i>	<i>Perméabilité initiale</i>	<i>Porosité scanner</i>
J9_10	16,3	24,0
J9_12	17,5	23,2
J9_21	18,0	24,2
J9_17	17,1	24,1

LGF - 3 cycles



- Limite de la méthode, manque de résolution

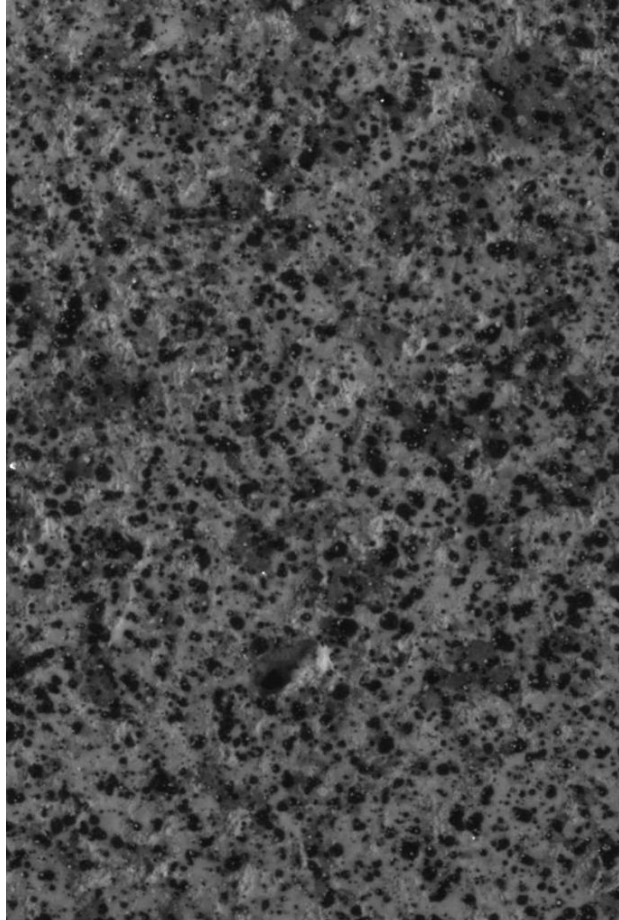


Les résultats optique (IV)

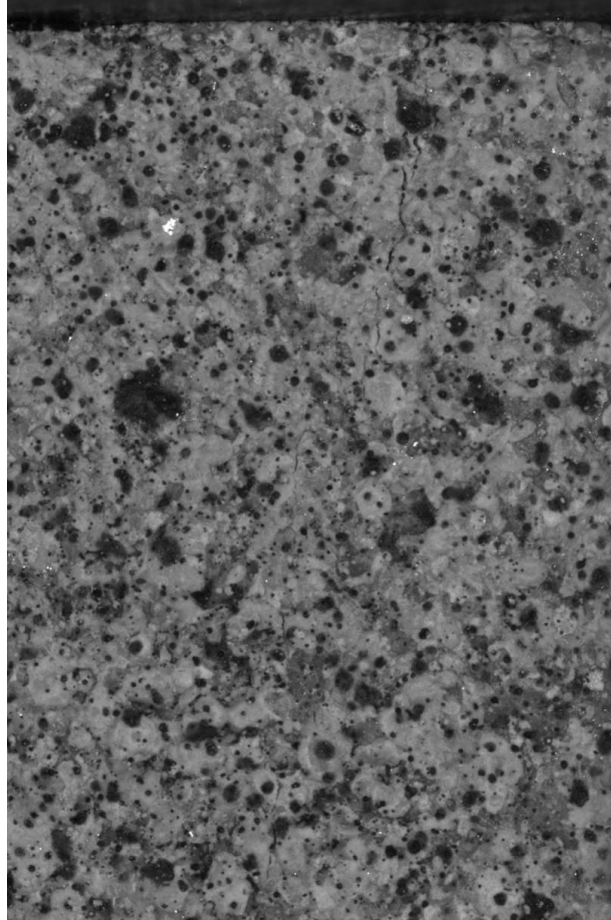
Echelle : Macro



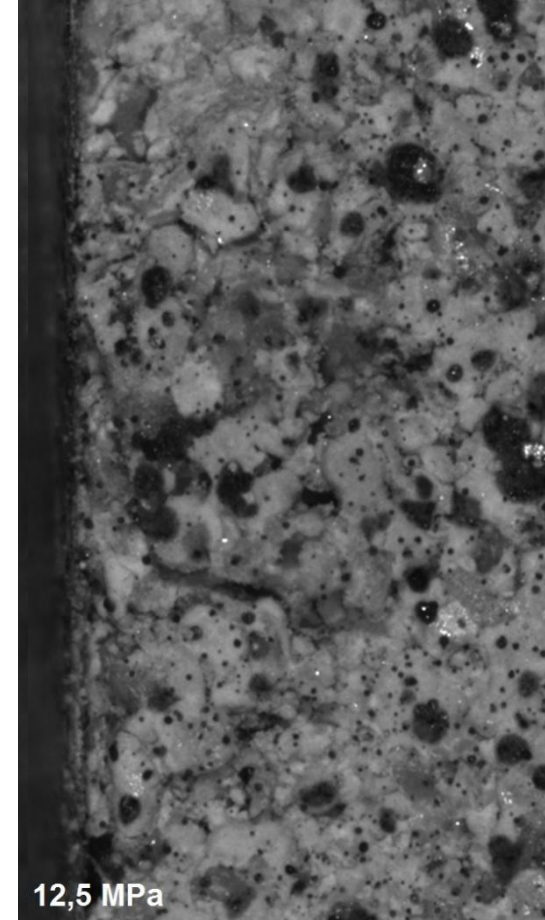
Sain



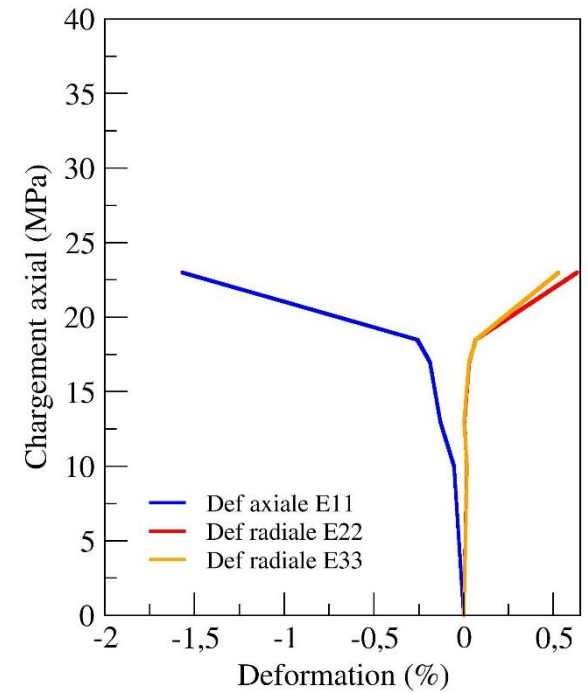
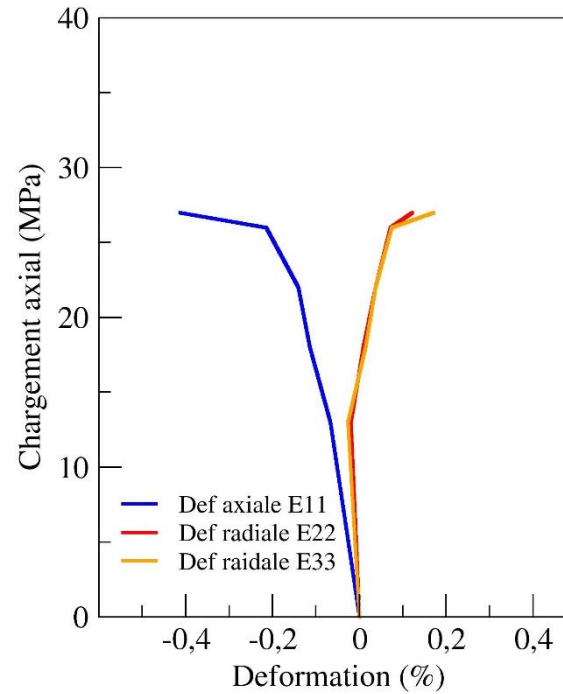
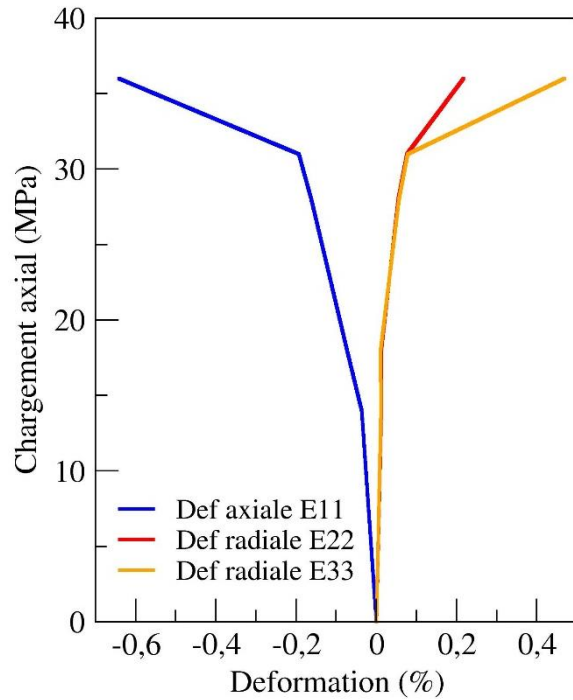
Altéré 3x



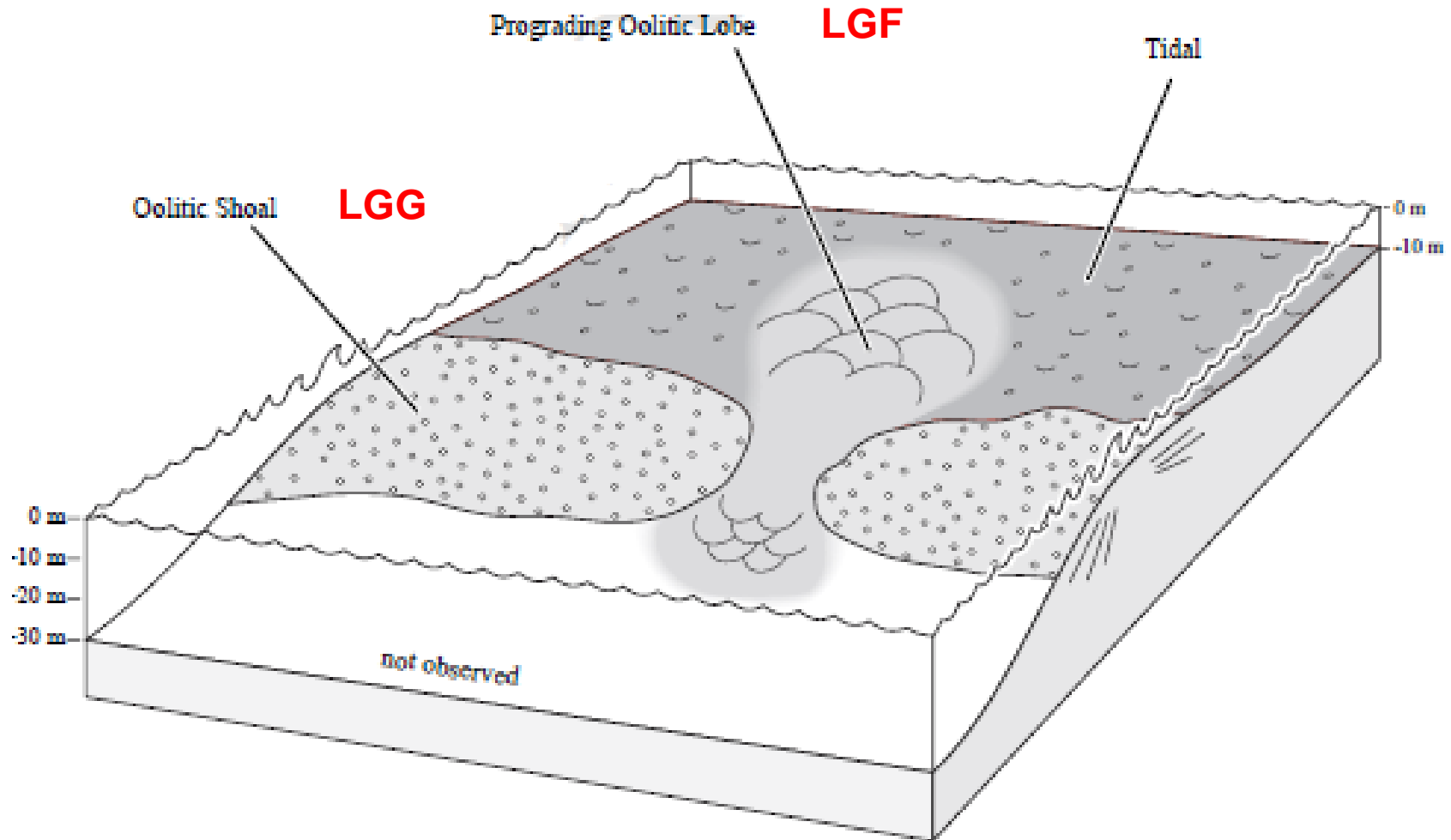
Altéré 6x



CIN – 3D



Précision milieu de dépôt

Makhloufi *et al*, 2013

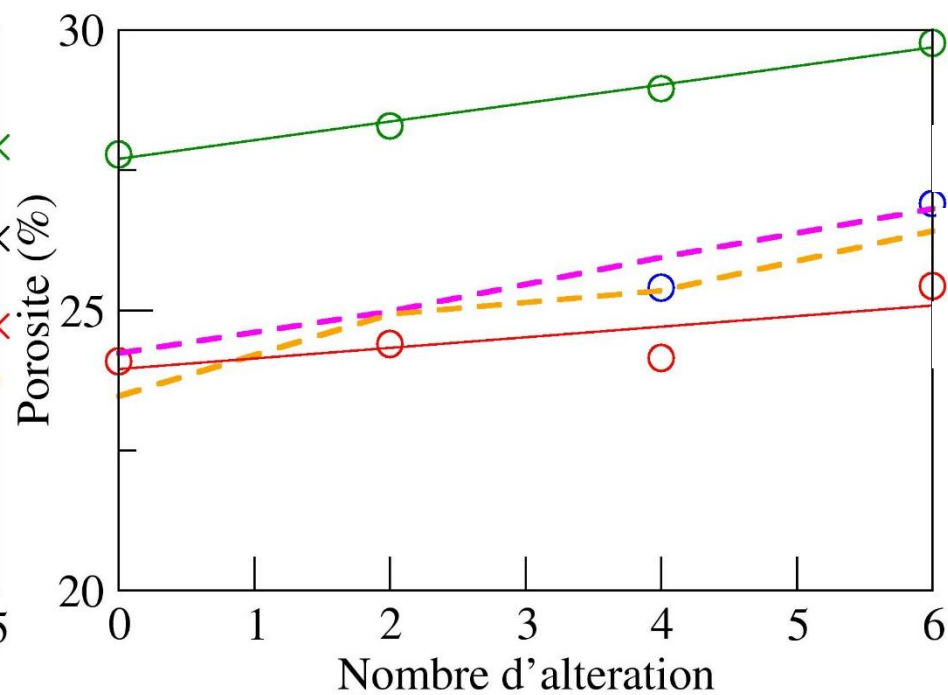
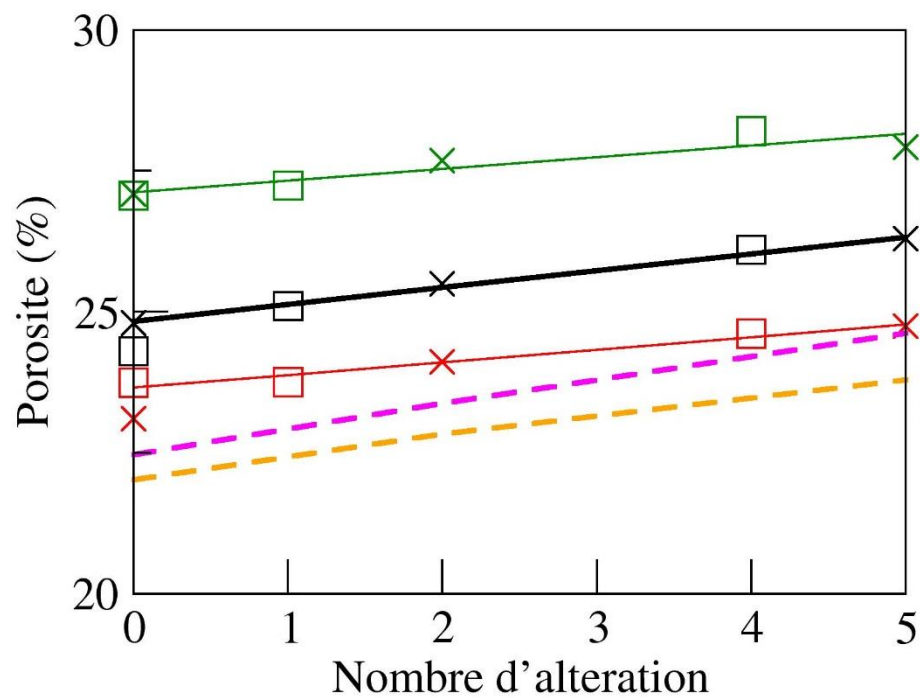
Changement d'échelle

- L'acide retard permet d'atteindre un état de porosité
- Nécessité de réaliser les essais en condition saturés avec une saumure de composition proche de celle du réservoir
- Difficulté de l'échelle de temps ($x\%$ de poro = ? M. Années)
- Intégration à des modèles réservoirs

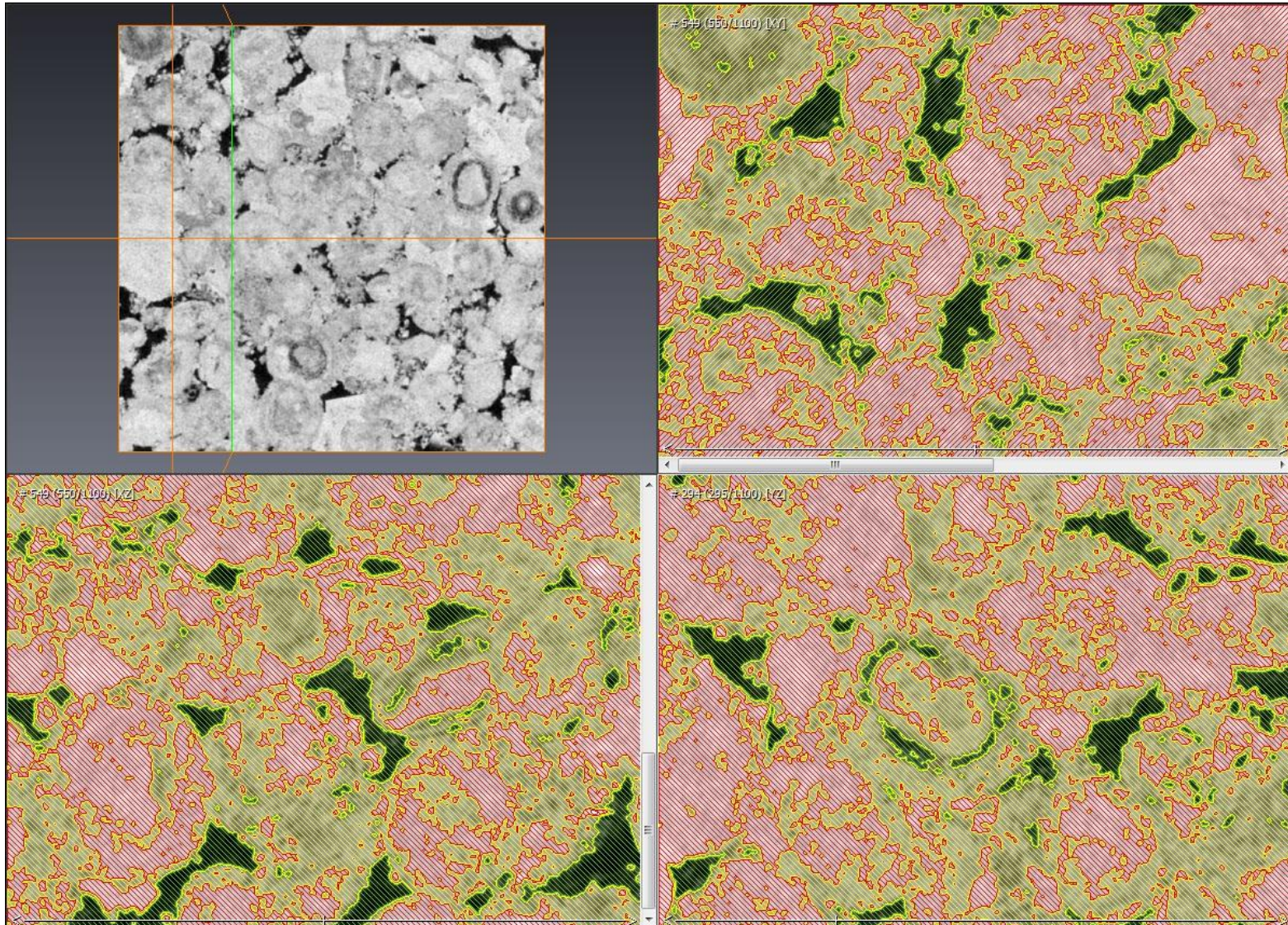
Les fortes limitations de nos expériences :

- Le fait de réaliser un flush qui peut entraîner la présence de fines
=> Réaliser une dissolution sans réaliser le flush, puis soustraire une image initiale au μ -tomo saturée en saumure et après réaction.
- Réaliser des essais triaxiaux en condition réelle de réservoir en température et pression
=> Possible avec la presse HP/HT de l'IFPEN sur des échantillons macroscopiques

Résultat de tout



Seuillage



Seuillage

image initiale

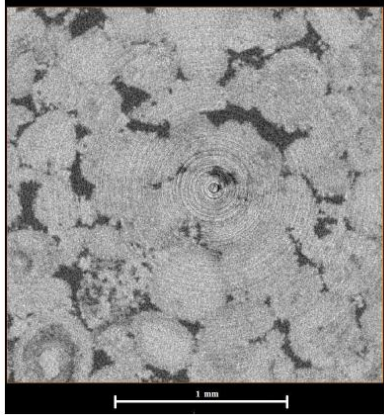
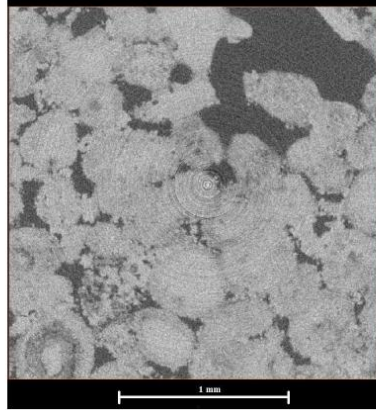


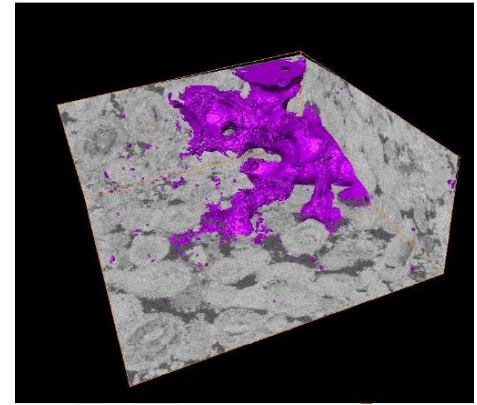
image post-altération



Soustraction



Segmentation



Intro

I

II

III

IV

V

VI

Double poro I

Intro

I

II

III

IV

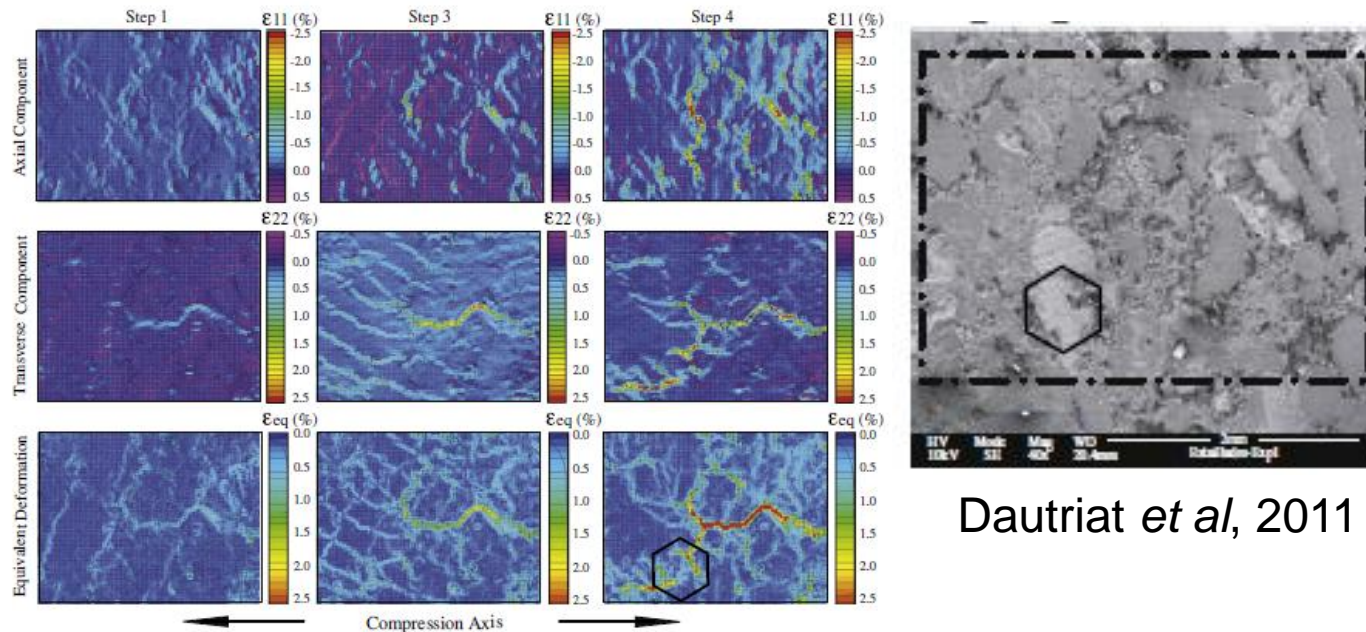
V

VI

Double poro II

Methode DIC - biblio

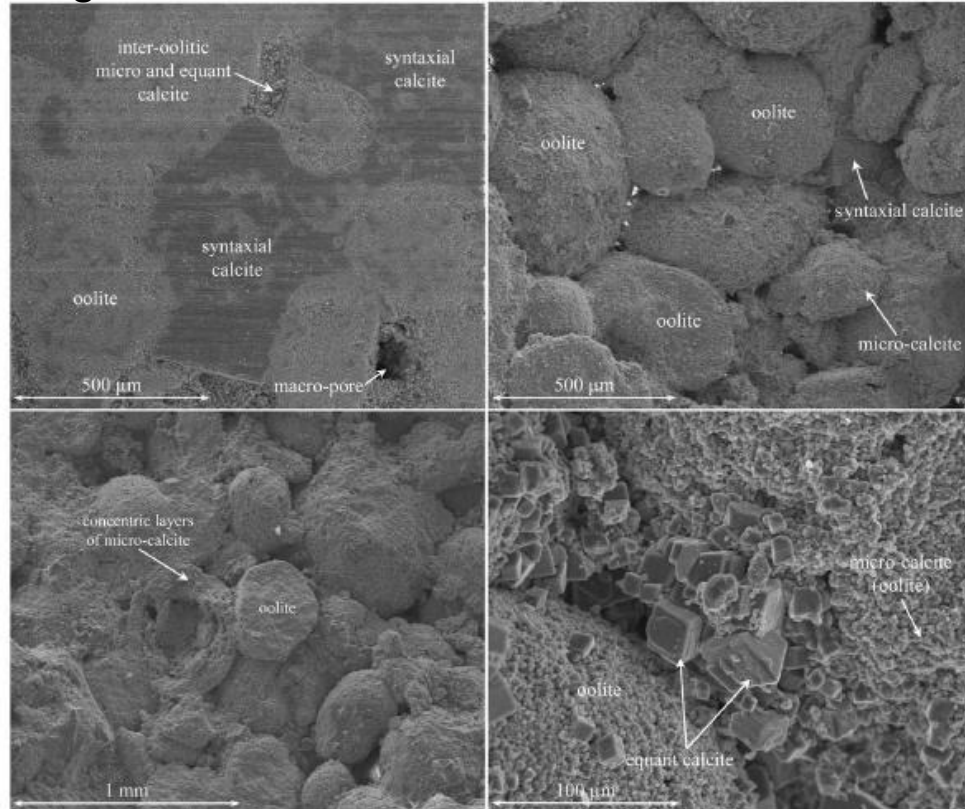
- Valable (pour CMV) sous hypothèse de faible déformation
- En optique, le matériau importe peu avec le marquage à la peinture (sous réserve d'une surface plane)
- Au MEB, si les contrastes locaux sont maîtrisés par un marquage => meilleur résultat. Si le matériau est conducteur, idem
- Le bruit d'acquisition est le facteur prépondérant avec les mouvements hors plan
- Difficulté d'évaluer les erreurs extérieures (mvt hors plan, tilt...)



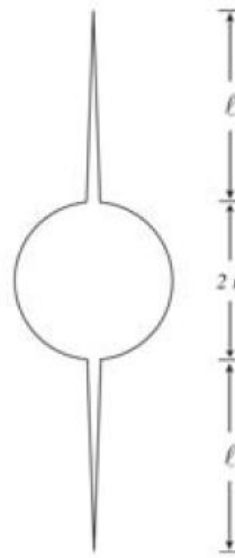
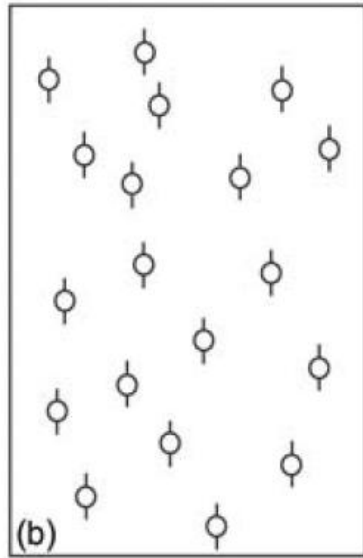
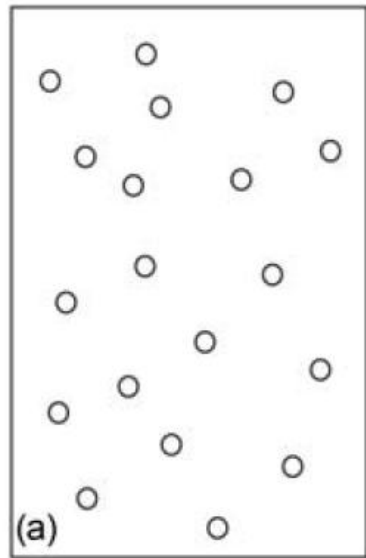
Dautriat *et al*, 2011

Vieillessement, calcaire, biblio

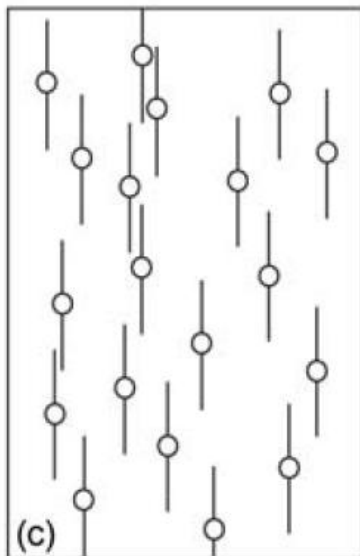
Grgic, 2011. Sur du Lavoux



Sammis and Ashby



Appliqué à mon cas :



Modèle de
propagation de
fissure

Vp Lavoux

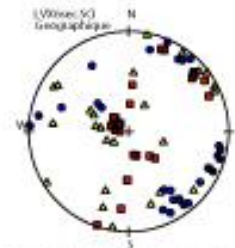
• Anisotropie (faible) de dépôt observable dans le lavoux (Robion, Colombier, Zinsmeister, David, Dautriat, Collin., soumis) permettant une obtention à posteriori de l'orientation des roches

=> Non prévu initialement mais peut être réalisé

En carré rouge les axe de vitesse maximum, en rond bleu les axes de vitesse moyenne et en triangle jaune les axes de vitesse minimum.

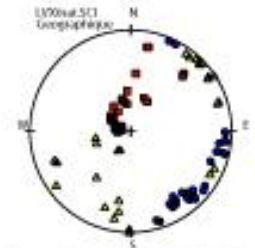
LVX6

Sec



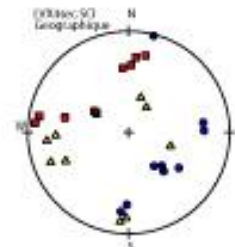
Station	Strain	Dist	Fut	Dist	Dist	Dist	Phi	T
1	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
2	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
3	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
4	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
5	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
6	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
7	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
8	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
9	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
10	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000

Saturé

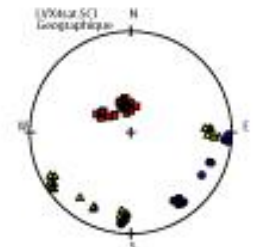


Station	Strain	Dist	Fut	Dist	Dist	Dist	Phi	T
1	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
2	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
3	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
4	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
5	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
6	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
7	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
8	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
9	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
10	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000

LVX4



Station	Strain	Dist	Fut	Dist	Dist	Dist	Phi	T
1	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
2	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
3	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
4	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
5	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
6	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
7	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
8	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
9	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
10	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000



Station	Strain	Dist	Fut	Dist	Dist	Dist	Phi	T
1	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
2	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
3	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
4	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
5	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
6	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
7	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
8	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
9	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
10	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000