***Laboratoire de Physico-chimie des Matériaux et Application à l’Environnement (LEPCMAE)***

**THESE**

Présentée pour l’obtention du **diplôme de DOCTORAT**

**Spécialité** : ANALYSE ET CONTROLE

Par : **NOM Prénom**

**Présentation d’un modèle de résumé de thèse pour la préparation du recueil de résumés de thèses de la Faculté de Chimie**

**Directeur (ou Directrice) de Thèse : NOM Prénom, Titre à l'Institution**

**Co-Directeur (ou Codirectrice) de Thèse : NOM Prénom, Titre à l'Institution**

**Résumé**

L’objectif de la présentation de ce modèle est de permettre une stricte uniformisation des résumés de thèse soumis au Conseil Scientifique de la Faculté de Chimie en vue de préparer la soutenance de thèse. Ce même résumé sera repris intégralement pour être inséré dans le recueil de résumé de la Faculté de Chimie dont la fréquence de parution est de deux (02) par an. Le non respect de ce modèle encourra au doctorant un retard dans sa soutenance de thèse.

Le résumé de thèse doit être rédigé sur un nombre de pages strictement égal à **6 pages**, en Times New Roman(TNR) avec une taille de police de **12**, des marges de **2,3 cm** à gauche et **1,7 cm** à droite et de **2,5** **cm** en haut et en bas de page. Le retrait de la première ligne est de **0,75 cm**.

Le résumé de thèse doit débuter par des informations, comme présenté ci-dessus. Il comportera sur la première page l’entête précisant le nom du laboratoire, suivi entre parenthèses par l’acronyme du laboratoire, le diplôme préparé, la spécialité, le nom et prénom du doctorant, l’intitulé de la thèse ainsi que le ou les Directeur et Co-Directeur de thèse. Le résumé de thèse doit comporter d’abord **un résumé**,avec un **nombre de mots** compris entre **400 et 450**, à insérer dans la première page selon la forme donnée dans le présent document**.** Il est écrit en interligne simple, sans espacement entre paragraphe. Le résumé est complété en fin de page par **les mots-clés** dont le nombre ne doit pas dépasser **5 mots**.

Le résumé de thèse doit obligatoirement comporter une introduction (**1. Introduction**), dans laquelle sera abordée la problématique du sujet traité, sa situation sur le plan scientifique, ses répercussions sur le plan recherche fondamentale et/ou appliquée, ses éventuelles retombées économiques à l’échelle nationale voire internationale, l’objectif du travail réalisé ainsi que les différentes parties qui composent la thèse. Par la suite, le résumé de thèse, accompagné éventuellement par une brève présentation de la méthodologie et des outils utilisés, doit contenir un aperçu général sur les résultats obtenus. L’enchainement se fera selon la numérotation commencée (exemple : **2. Résultats et discussion**). Cette partie peut contenir des sous titres numérotés selon leur position. Les titres des figures et des tableaux sont présentés en TNR, police **12** (Les titres des tableaux sont en-dessus). Dans cette partie, le doctorant donnera des exemples illustratifs de ses résultats. Les nombres décimaux sont présentés non pas avec des points mais avec des virgules que ce soit dans les figures, les tableaux ou le corps de texte.

Le résumé de thèse doit être finalisé par une conclusion (**3. Conclusion**) suivie des références bibliographiques (**4. Références bibliographiques**) présentées selon le modèle indiqué dans le présent document.

**Mots-clés** : Modèle de présentation, Respect du modèle, Résumé de thèse, Soutenance, Recueil de résumés.

**1. Introduction**

Dans ce qui suit, nous vous présentons un format de rédaction d’une introduction pour un résumé de thèse. L’espacement entre paragraphe est strictement à respecter. Les références bibliographiques peuvent être introduites dès l’introduction et ne doivent pas dépasser une dizaine sur l’ensemble du résumé. L’exemple ci-dessous représente un modèle à suivre scrupuleusement.

L’économie algérienne est fortement dépendante des revenus des hydrocarbures qui représentent 50% du PIB, 75% des revenus fiscaux et plus de 98% des exportations [[1](#_ENREF_1)]. A cet effet, l’industrie pétrolière reconsidère aujourd’hui les méthodes de récupération assistée du pétrole qui présentent, actuellement, certains problèmes. En effet, l’optimisation de la récupération assistée du pétrole est tributaire de la résolution de plusieurs questions relevant de la physico-chimie des interfaces qui sont liées aux phénomènes de la mouillabilité [[2](#_ENREF_2), [3](#_ENREF_3)].

La mouillabilité est définie comme étant la capacité d’un fluide à réagir avec une surface de solide en présence d’un autre fluide [[4](#_ENREF_4)]. Dans le domaine pétrolier, la mouillabilité de la roche de réservoir de pétrole est reconnue pour être l'un des principaux paramètres influençant la rétention des hydrocarbures ainsi que les déplacements des fluides géologiques. Elle joue ainsi un rôle important dans la migration du pétrole, les différentes étapes et procédés de sa récupération, l'estimation des réserves récupérables ou encore l'optimisation du choix d'un procédé de récupération [[5](#_ENREF_5), [6](#_ENREF_6)]. Au niveau académique, les enjeux résident dans la compréhension des interactions entre la surface de la roche de réservoir de pétrole avec son milieu environnant. La connaissance des propriétés de surface de ces roches passe obligatoirement par la détermination des énergies interfaciales entre la roche et les différents constituants du fluide du réservoir [[7-9](#_ENREF_7)].

L’objectif de ce travail est d’étudier l’application de la chromatographie gazeuse inverse et la goniométrie (mesure d’angles de contact) à la détermination des propriétés superficielles et des paramètres thermodynamiques des roches réservoirs de pétrole d’Algérie et examiner l’effet des fluides et additifs utilisés pour la préparation des boues de forage sur ces mêmes paramètres. Ces données devraient permettre la compréhension du phénomène d’inversion de la mouillabilité observée durant le forage.

**2. Résultats et discussion**

Quatre roches pétrolières provenant de quatre puits différents, situés dans la région de Hassi-Messaoud, ont été ciblées pour réaliser notre étude. Les roches seront notées : OKJ21, OKN46, OKN54, et OMO62.

Pour chacune des roches, la fraction granulométrique inférieure à 100 µm, obtenue après tamisage, a été prise comme référence dans notre étude. Cette étude a été subdivisée en deux parties.

**2.1 Caractéristiques physico-chimiques des roches de réservoirs**

Dans la première partie, nous exposerons les principales caractéristiques physico-chimiques des roches de réservoirs étudiées. Des analyses granulométriques, minéralogiques, morphologiques, texturales et structurales ont été réalisées moyennant différentes techniques analytiques, notamment, la granulométrie à diffraction Laser, la diffraction des rayons X (DRX), la fluorescence des rayons X (XRF), la microscopie électronique à balayage, la manométrie d'adsorption du krypton pour la mesure de surface spécifique, et l’infrarouge à transformée de Fourier.

Les résultats obtenus par DRX ont montré que la composition minéralogique des quatre roches pétrolières utilisées dans cette étude est principalement du quartz, allant jusqu’à 97%. Des études dans la littérature indiquent que 75 à 80% de la composition des roches pétrolières sont à base de silice [[10](#_ENREF_10)].

Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par spectrométrie de fluorescence des rayons X, montrant que le silicium est l’élément le plus abondant dans les quatre roches (Tableau 1).

**Tableau 1** : Composition atomique des roches de réservoir.

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Composition chimique (%) | | | | |
| Elément | OMO62 | OKJ21 | OKN46 | OKN54 |
| Si | 94,11 | 91,46 | 96,29 | 94,27 |
| Al | 2,33 | 2,52 | 0,33 | 0,85 |
| K | - | 4,17 | 0,17 | 0,33 |
| Ca | 0,77 | 0,75 | 0,44 | 1,14 |
| Fe | 0,27 | 0,72 | 0,3 | 0,699 |
| Na | 0,26 | - | 0,2 | - |

Les micrographies obtenues par MEB (Figure 1) montrent que les roches OKJ21, OKN46, OKN54 sont constituées de grains lisses de quartz. La roche OMO62 présente une structure lamellaire que l’on ne retrouve pas dans les trois autres. Cette morphologie peut être attribuée à la présence de fractions argileuses (Kaolinite et Illite) comme nous l’avons constaté par analyse DRX.



**Figure 1** : Images MEB des roches étudiées.

**2.2 Détermination par CGI des paramètres superficiels des roches pétrolières**

Dans la deuxième partie de cette étude, la CGI a été mise en œuvre pour déterminer les paramètres superficiels des roches pétrolières étudiées.

Par injection des sondes vapeurs, la CGI à dilution infinie (CGI-DI) nous a permis d’accéder aux composantes dispersives et spécifiques de l’énergie de surface ainsi qu'à la morphologie superficielle des roches pétrolières.

Les résultats obtenus montrent que la composante dispersive de l’énergie de surface croît de la roche OKN54 à la roche OKN46. Cette dernière présente la capacité la plus élevée à interagir avec des molécules apolaires type hydrocarbures. Ceci peut être dû à la présence de défauts de surface plus nombreux dans la roche OKN46. La diminution de l’indice de morphologie, lié à la rugosité de surface et obtenu par l’injection d’alcanes cycliques et ramifiés, dans la roche OKN54 à la roche OKN46, confirme l'évolution de la composante dispersive de l’énergie de surface. Autrement dit, la roche OKN46 présente la surface la plus rugueuse parmi les quatre roches.

Le caractère acido-basique des roches pétrolières a été déterminé par le calcul des constantes d’acidité et de basicité. Les résultats obtenus nous ont permis de conclure que le caractère de la surface des roches est acide. Ceci pourrait être dû à la densité des groupements silanols à la surface des roches.

Toutefois, du fait de la faible concentration des molécules sondes injectées en CGI-DI, seuls les sites d’adsorption les plus énergétiques interviennent dans la rétention de la sonde et contribuent à surestimer les valeurs de l’énergie de surface.

La CGI-CF permet de pallier cette limite, grâce à l’injection de sondes en quantité suffisante pour recouvrir la surface d’une couche monomoléculaire.

Par l’injection des sondes liquides, la CGI à concentration finie (CGI-CF)a permis d’accéder à l’hétérogénéité superficielle des roches pétrolières.

Les résultats obtenus montrent que la roche OKN46 présente l’hétérogénéité la plus élevée, comme l’indiquent les fonctions de distribution des sites énergétiques et les indices d’hétérogénéité obtenus par l’injection de l’octane et l’isopropanol. OKN54 est la roche la plus homogène.

**2.3 Utilisation de la CGI à dilution infinie**

Dans cette partie, nous avons déterminé, par la mise en œuvre de la CGI à dilution infinie, les paramètres superficiels des roches pétrolières à différents taux d’humidité. Le montage qui a été conçu pour étudier l’effet de l’humidité sur les paramètres obtenus par CGI-DI se compose principalement de deux modules : un chromatographe et un générateur d’humidité. Les expériences ont été réalisées à deux températures différentes, 40 et 60°C.

Les résultats obtenus (Tableau 2) indiquent que quelle que soit la température d’analyse, la composante dispersive de l’énergie de surface,, de la roche pétrolière diminue avec l’augmentation du taux d’humidité, jusqu’à atteindre un palier. Cette observation a été attribuée au recouvrement progressif des sites énergétiques superficiels par les molécules d’eau, rendant la surface plus lisse et moins interactive avec les sondes apolaires. Ceci a été confirmé par l’augmentation des indices de morphologies, obtenus par l’injection des sondes cycliques et ramifiées.

**Tableau 2** :Variation des paramètres obtenus par CGI-DI de la roche OMO62 en fonction du

taux d’humidité à 60°C.

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **TH absolu à température du saturateur (%)** | **TH relative à 60°C (%)** | **(mJ/m²)** | **Im (cyclo 8)** | **Im (25DMH)** | **Isp(cH2Cl2)** |
| 0 | 0 | 73,6 | 0,31 | 0,36 | 17,38 |
| 5 | 0,5 | 58,7 | 0,42 | 0,40 | 16,04 |
| 10 | 0,9 | 52,2 | - | 0,47 | 15,44 |
| 15 | 1,4 | 50,4 | 0,45 | 0,44 | 15,25 |
| 20 | 1,8 | 53,0 | 0,45 | 0,48 | 15,29 |

**2.4 Effet de l’imprégnation sur les paramètres superficiels**

Dans la quatrième partie de cette étude, nous avons suivi l’évolution de l’effet de l’imprégnation par des tensioactifs, sur les paramètres superficiels de la roche de réservoir de pétrole. Pour cela, une imprégnation contrôlée de la surface de la roche de réservoir par des additifs habituellement utilisés pour la préparation des boues de forage, a été réalisée.

La composante dispersive de l’énergie de surface,, obtenue par CGI-DI, diminue avec l’imprégnation par le tensioactif jusqu’à atteindre un palier où reste stable et indépendante du taux d’imprégnation (Figure 2).



Gama SD (mJ/m2)

Taux d'imprégnation %

**Figure 2** : Evolution de la composante dispersive de l’énergie de surface

en fonction du taux d’imprégnation par le tensioactif SE.

Les résultats obtenus sur la roche OKJ221par la CGI-CF montrent que l’imprégnation progressive par le tensioactif rend la surface plus lisse et plus homogène. Ce changement dans la surface des roches a provoqué la diminution progressive des indices d’hétérogénéité à l’octane et à l’isopropanol avec l’augmentation du taux d’imprégnation. Quant à la surface spécifique, nous avons remarqué une augmentation significative après la construction de multicouches de tensioactif sur la surface de la roche. Ceci a été attribué aux fortes interactions entre le tensioactif et les hydrocarbures.

Les valeurs de la composante dispersive de l’énergie de surface obtenues par la technique de chromatographie gazeuse inverse sont plus élevées que celles obtenues par la technique de la goutte posée. Cette différence a été attribuée à l’hétérogénéité superficielle.

L’énergie d’adhésion des différentes interfaces roche-eau et roche-alcanes, déterminée par la technique de mouillabilité avant et après l’ajout du tensioactif, a permis aussi d’évaluer l’effet des tensioactifs sur la mouillabilité initiale de la roche pétrolière. Les résultats obtenus montrent que les énergies d’adhésion de l’interface roche-hydrocarbures (alcanes) augmentent de façon significative après l’ajout du tensioactif, ce qui confirme que durant le forage la roche de réservoir devient plus mouillable aux hydrocarbures.

**3. Conclusion**

Notre étude avait pour objectif de caractériser les propriétés physico-chimiques, notamment les propriétés superficielles des roches pétrolières brutes et imprégnées par des tensioactifs, utilisés dans le forage afin de comprendre le mécanisme de l’inversion de la mouillabilité de la roche de réservoir de pétrole, au cours du forage.

A cet effet, quatre roches pétrolières provenant de quatre puits différents ont été caractérisées par deux techniques, la CGI et la technique de mesure de l’angle de contact (technique de la goutte posée). Les résultats obtenus montrent que les deux techniques vont dans le même sens, à savoir que la roche OKN46 se révèle la plus énergétique.

La CGI nous a permis d’étudier l’effet de l’humidité et l’imprégnation par des additifs utilisés dans le forage sur les paramètres superficiels des roches pétrolières. Les résultats obtenus montrent que la CGI est une méthode puissante et très utile dans l’étude de l’influence des traitements (humidité, imprégnation, etc.) sur les paramètres superficiels d’un solide.

Les résultats obtenus par application de la technique de mesure de l’angle de contact ont montré que l’ajout des tensioactifs, utilisés pour la préparation des boues de forage, rend la surface de la roche de réservoir plus mouillable aux hydrocarbures; ceci confirme le phénomène de l’inversionde la mouillabilité observé au cours du forage.

**4. Références bibliographiques**

**1.** S. Cherfi, L’avenir énergétique de l’Algérie : quelles seront les perspectives de consommation, de production et d’exportation du pétrole et du gaz à l’horizon 2020-2030, Les cahiers du CREAD n° 96, **2011**.

**2.** L. Cuiec, Rock/crude-oil interactions and wettability: An attempt to understand their interrelation, paper SPE, 13211 (**1984**) 16-19.

**3.** H. Hadjar, H. Balard, E. Papirer, An inverse gas chromatography study of crystalline and amorphous silicas, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 99 (**1995**) 45-51.

**4.** M. Crocker, L. Marchin, Wettability and adsorption characteristics of crude-oil asphaltene and polar fractions, Journal of Petroleum Technology, 40 (**1988**) 470-474.

**5.** T.K. Donaldson, N.S. Trudinger, Orlicz-Sobolev spaces and imbedding theorems, Journal of Functional Analysis, 8 (**1971**) 52-75.

**6.** N. Arsalan, J.J. Buiting, Q.P. Nguyen, Surface energy and wetting behavior of reservoir rocks, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 467 (**2015**) 107-112.

**7.** N. Arsalan, S.S. Palayangoda, D.J. Burnett, J.J. Buiting, Q.P. Nguyen, Surface energy characterization of sandstone rocks, Journal of Physics and Chemistry of Solids, 74 (**2013**) 1069-1077.

**8.** N. Arsalan, S.S. Palayangoda, D.J. Burnett, J.J. Buiting, Q.P. Nguyen, Surface energy characterization of carbonate rocks, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 436 (**2013**) 139-147.

**9.** K.C. Khilar, The water sensitivity of Berea sandstone, University Microfilms, **1983**.

**10.** K.K. Mohan, R.N. Vaidya, M.G. Reed, H.S. Fogler, Water sensitivity of sandstones containing swelling and non-swelling clays, Colloids and surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 73 (**1993**) 237-254.